《食品分析与检验》实习指导书

编者：刘邻渭

西北农林科技大学食品科学与工程学院

二 00 九年五月

实验一　食品的比重测定

一、目的和要求：

1、掌握液体食品比重的测定方法。

2、了解与掌握液体比重测定仪器的使用方法。

二、原理：

比重是指一物质量与同体积同温度纯水质量的比值　　表示，一般比重是指 20℃时的比重，用 r_4^{20} 表示，也可用某一物质的质量与同体积 4℃水的质量的比值，用 r_{20}^{20} 表示。

三、测定：

1、第一法(比重瓶法)

a、仪器

附温度计的比重瓶：如下图所示。

精密比重瓶　　普通比重瓶

1-比重瓶；2-支管标线；3-支管上小帽；4-附温度计的瓶盖。

b、操作方法

取洁净、干燥精密称量的比重瓶，装满样品后，置 20℃水浴中浸 0.5 小时，使内容物的

温度达到 20℃，盖上瓶盖，并用细滤纸条吸去支管标线上的样品，盖好小帽后取出，用滤纸将比重瓶外擦干，置天平室内 0.5 小时，称量。再将样品倾出，洗净比重瓶，装满水，以下按上述自“置 20℃水浴中浸 0.5 小时”起依法操作。比重瓶内不能有气泡，天平室内温度不能超过 20℃，否则不能使用此法。

$$X=\frac{m_2-m_0}{m_1-m_0}$$

X：样品的比重；

m_o：比重瓶的质量，g；

m_1：比重瓶和水的质量，g；

m_2：比重瓶和样品的质量，g。

a、仪器

2、比重计法(第二法)

比重计：上部细管中有刻度标签，表示比重读数，下部球形内部装有汞和铅块。

b、操作方法：

将比重计洗净擦干，缓缓放入盛有待测液体样品的适当量筒中，勿使其触碰容器四周及底部，保持样品温度在 20℃，待其静置后，再轻轻按下少许，然后待其自然上升，静置至无气泡冒出后，从水平位置观察与液面相交处的刻度，即为样品的比重。

3、比重天平法(第三法)

1.支架； 2。升降调节旋钮； 3。4。指针；5 横梁 6 刀口； 7 挂钩； 8 游码；9 玻璃圆筒；10 玻锤；11 砝码；12 调零；旋钮。

由支架 1、• 横梁 5、玻锤 10、玻璃圆筒 9、砝码 u 及游码 8 组成。横梁 5 的右端等分为 10 个刻度，玻锤 lo 在空气中重量准确为 15 克，内附温度计；温度计上有一道红线或一道较粗的黑线用来表示在此温度玻锤能准确排开 5 克水重。此比重天平是水在该温度时的比重为 1。玻璃圆筒用来盛样品。砝码 1 1 的重量与玻锤相同，用来在空气中调节比重天平的零点。游码组 8 本身重量为 5，0.5，0.05，0.005 克，在放置比重天平横梁上时表示重量的比例为 0.1，0.01，0.001，0.0001，如 0.1 的放在比重天平横梁 8 处即表示 0.8，0.01 放在 9 处表示 0.09，余类推。

a、操作方法：

测定时将支架置于平面桌上，横梁架于刀口处，挂钩处挂上砝码，调节升降旋纽，至适

宜高度，旋转调零旋纽，使两指针吻合然后取下砝码， 挂上玻锤，在玻璃圆筒内加水至 4 / 5 处，使玻锤沉于玻璃圆筒内，调节水温至 20℃ (即玻锤内温度计指示温度)将 0.1 的游码挂在横梁的刻度处，再调节调零旋纽使两指针吻合然后将玻锤取出擦干，加欲测样品于干净圆筒中，使玻锤浸入至以前相同的深度，保持样品温度在 20℃，试放四种游码，至横梁上两指针吻合，游码所表示的总质量，即为 20℃时的比重。玻锤放人圆筒内时；勿使其碰及圆筒四周及底部。

例：牛乳比重测定

1、仪器

乳稠计：牛乳比重用乳稠计测定，乳稠计有 20℃ / 4℃和 15℃ / 15℃两种。

a+2° =b.....(1)

a：20℃/4℃测得的度数。

b：15℃/15℃测得的度数。

量筒：量筒高应大于乳稠剂的长度，其直径大小应使乳稠计沉入后，量筒内壁与乳稠计的周边距离不小于 5mm。

2、方法：

将 10-25℃的牛乳样品小心地注入容积为 250 毫升的量筒中，加到量筒容积的 3 / 4，勿使发生泡沫。用手拿住乳稠计上部，小心地将它沉入到相当标尺 30° 处，放手让它在乳中自由浮动，但不能与筒壁接触。待静止 1-2 分钟后，读取乳稠计度数，以牛乳表面层与乳稠计的接触点，即新月形表面的顶点为准。

根据牛乳温度和乳稠计度数，查牛乳温度换算表，将乳稠计度数换算成 20℃或 15℃时的度数。

比重(r_4^{20})与乳稠计度数的关系如式(2)。

乳稠计度数=(r_4^{20}-1.000)×1000..... (2)

3、计算举例

牛乳试样温度为 16℃，用 20℃ / 4℃的乳稠计测得比重为 1.0305，即乳 稠计读数为 30.5。换算成温度 20℃时乳稠计度数，查表 ，同 16℃、30. 5℃对应的乳稠计度数为 29.5° ，即 20℃时的牛乳比重为 1.0295。

如若计算全乳固体，则可换算成 15℃ / 15℃的乳稠计度数， 这可直接从 20℃ / 4℃的乳稠读数 29.5° 加 2° 求得，即 29.5° ＋2° ＝31.5°

实验二食品中还原糖测定

一 实验内容

利用直接滴定法测定还原糖的含量，

二 实验目的

1．领会直接滴定法测定还原糖的基本原理

2．掌握直接滴定法测定还原糖的方法

三 实验原理

样品经除去蛋白质等杂质后， 以亚甲基蓝为指示剂，滴定标定过的碱性酒石酸铜溶液（用还原糖标准溶液滴定），根据样液消耗体积可计算出还原糖含量。

四 仪器及试剂

1 仪器

(1)恒温水浴

(2)粗天平

(3)碱式滴定管

(4)250mL 锥形瓶

(5)250mL 容量瓶，1 00mL 容量瓶，

2 试剂

⑴ 碱性酒石酸铜甲液：称取 1.5g 硫酸铜(CuSO4·5H2O)及 0.05g 四甲基蓝溶于水中并稀释到 1000 mL。

⑵ 碱性酒石酸铜乙液：称取 50g 酒石酸钾钠及 75g 氢氧化钠，溶于水中再加入 4g 亚铁氰化钾，完全溶解后用水稀释到 1000mL。

⑶ 乙酸锌溶液：称取 21.9g 乙酸锌〔Zn(CH3COO)2·2H2O〕入加 3mL 冰醋酸加水溶解并稀释至 100mL。

⑷ 10.6%亚铁氰化钾溶液

（5）葡萄糖标准溶液：称取 1g（精确至 0.000 1 g）经过 98℃-100℃干燥 2h 的葡萄糖，加水溶解加入 5mL 盐酸，并用水稀释至 1000 mL。此溶液每毫升相当于 1.0mg 的葡萄糖。

⑹ 6mol/L 盐酸 。

⑺ 2 0%氢氧化钠溶液。

五 测定方法

5.1 样品处理：

5.1.1 乳类、乳制品及含蛋白质的食品：称取约 0.5～2 g 固体样品（吸取 2～10 ml 液体样品），置于 100 ml 容量瓶中，加 50ml 水，摇匀。边摇边慢慢加入 5 ml 乙酸锌溶液及 5 ml 亚铁氢化钾溶液，加水至刻度，混匀。静置 30min，用干燥滤纸过滤，弃去初滤液，滤液备用。（注意：乙酸锌可去除蛋白质、鞣质、树脂等，使它们形成沉淀，经过滤除去。如果钙离子过多时，易与葡萄糖、果糖生成络合物，使滴定速度缓慢；从而结果偏低，可向样品中加入草酸粉，与钙结合，形成沉淀并过滤。）

5.1.2 酒精性饮料：吸取 50 ml 样品，置于蒸发皿中，用 1 mol/L 氢氧化钠溶液中和至中性，在水浴上蒸发至原体积 1/4 后，移入 100ml 容量瓶中。加 25 ml 水，混匀。以下按 4.1.1 自"加 5 ml 乙酸锌溶液"起依法操作。

5.1.3 含多量淀粉的食品：称取 2～5 g 样品，置于 100 ml 容量瓶中，加 50 ml 水，在 45℃水浴中加热 1h，并时时振摇（注意：此步骤是使还原糖溶于水中，切忌温度过高，因为淀粉在高温条件下可糊化、水解，影响检测结果。）。冷后加水至刻度，混匀，静置。吸取 50ml 上清液于另一 100 ml 容量瓶中，以下按 4.1.1 自"5 ml 乙酸锌溶液"起依法操作。

5.1.4 汽水等含有二氧化碳的饮料：吸取 50 ml 样品置于蒸发皿中，在水浴上除去二氧化碳

后，移入 100ml 容量瓶中，并用水洗涤蒸发皿，洗液并入容量瓶中，再加水至刻度，混匀后，备用。（注意：样品中稀释的还原糖最终浓度应接近于葡萄糖标准液的浓度。）

5. 2 标定费林氏液溶液：吸取 5.0 ml 费林氏甲液及 5.0 ml 乙液，置于 150ml 锥形瓶中（注意：甲液与乙液混合可生成氧化亚铜沉淀，应将甲液加入乙液，使开始生成的氧化亚铜沉淀重溶），加水 10ml，加入玻璃珠 2 粒，从滴定管滴加约 9 ml 葡萄糖标准溶液，控制在 2min 内加热至沸，趁沸以每两秒 1 滴的速度继续滴加葡萄糖标准溶液，直至溶液兰色刚好褪去并出现淡黄色为终点，记录消耗的葡萄糖标准溶液总体积，平行操作三份，取其平均值，计算每 10ml（甲、乙液各 5ml）碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量（mg）。（注意：还原的次甲基蓝易被空气中的氧氧化，恢复成原来的蓝色，所以滴定过程中必须保持溶液成沸腾状态，并且避免滴定时间过长。）

5.3 样品溶液预测：吸取 5.0 ml 费林氏甲液及 5.0 ml 乙液，置于 150 ml 锥形瓶中，加水 10 ml，加入玻璃珠 2 粒，控制在 2min 内加热至沸，趁沸以先快后慢的速度，从滴定管中滴加样品溶液，并保持溶液沸腾状态，待溶液颜色变浅时，以每秒 1 滴的速度滴定，直至溶液兰色褪去，出现亮黄色为终点。如果样品液颜色较深，滴定终点则为兰色褪去出现明亮颜色（如亮红），记录消耗样液的总体积。（注意：如果滴定液的颜色变浅后复又变深，说明滴定过量，需重新滴定。）

5.4 样品溶液测定：吸取 5.0 ml 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 ml 乙液，置于 150 ml 锥形瓶中，加水 10 ml，加入玻璃珠 2 粒，在 2min 内加热至沸，快速从滴定管中滴加比预测体积少 1ml 的样品溶液，然后趁沸继续以每两秒 1 滴的速度滴定直至终点。记录消耗样液的总体积，同法平行操作两至三份，得出平均消耗体积。

6.计算

$X3 = (C \times v1 \times V) ? (m \times v2 \times 1000) \times 100$

式中： X--样品中还原糖的含量(以葡萄糖计)，%；

C--葡萄糖标准溶液的浓度，mg/ml；

v1-- 滴定 10 ml 费林氏溶液（甲、乙液各 5 ml）消耗葡萄糖标准溶液的体积，ml；

v2--测定时平均消耗样品溶液的体积，ml；

V--样品定容体积，ml；

m--样品质量，g；

7.注意事项

（1）本方法测定的是一类具有还原性质的糖，包括葡萄糖、果糖、乳糖、麦芽糖等，只是结果用葡萄糖或其他转化糖的方式表示，所以不能误解为还原糖=葡萄糖或其他糖。但如果已知样品中只含有某一种糖，如乳制品中的乳糖，则可以认为还原糖=某糖。

（2）分别用葡萄糖、果糖、乳糖、麦芽糖标准品配制标准溶液分别滴定等量已标定的费林氏液，所消耗标准溶液的体积有所不同。证明即便同是还原糖，在物化性质上仍有所差别，所以还原糖的结果只是反映样品整体情况，并不完全等于各还原糖含量之和。如果已知样品只含有某种还原糖，则应以该还原糖做标准品，结果为该还原糖的含量。如果样品中还原糖的成分未知，或为多种还原糖的混合物，则以某种还原糖做标准品，结果以该还原糖计，但不代表该糖的真实含量。

实验四　牛乳酸度的测定

一、目的与要求：

1、掌握用滴定法测定牛乳酸度的方法。

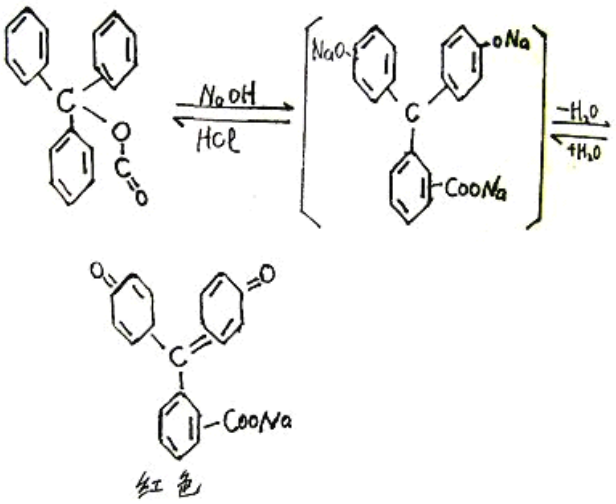
2、了解牛乳的新鲜程度与酸度的关系。

二、原理：

牛乳的酸度一般是以中和 100 毫升牛乳所消耗的 0.1N 氢氧化钠的毫升数来表示，称为°T，此为滴定酸度，简称为酸度，也可以乳酸的百分含量为牛乳的酸度。

RCOOH+NAOH----RCOONA+H_2O

此中和反应用酚酞作指示剂，它在 PH 约 8.2 时，就确定了游离酸中的终点。无色的酚酞与碱作用时，生成酚酞盐，同时失去一分子水，引起醌型重排而呈现红色，反应式如下。



三、仪器与试剂

（1）250 毫升锥形瓶

（2）1 毫升刻度吸管

（3）5 毫升微量滴定管

(4)50 毫升烧杯

(5)60 毫升滴瓶

(6)10 毫升吸管

(7)0.1NNaOH 标准溶液：用小烧杯在粗天平上称取固体氢氧化钠 4 克，加水 100 毫升，氢氧化钠全部溶解，将溶液倒入另一清洁试剂瓶中，用蒸馏水稀释至 1000 毫升，以橡皮塞塞瓶口，充分摇匀。

将化学纯邻苯二甲酸氢钾于 120℃烘约 1 小时至恒重，冷却 25 分钟，称取 0.3-0.4 克，(精确到 0.0001 克)于 250 毫升锥形瓶中，加入 100 毫升水溶液，加三滴酚酞指示剂，用以上配好的氢氧化钠标准溶液滴定至微红色，半分钟不褪色为止。

按下式计算氢氧化钠标准溶液的当量浓度。

$$N=\frac{W}{V\times 0.2042}$$

式中：

N：氢氧化钠标准溶液的当量浓度。

V：滴定时消耗氢氧化钠的毫升数。

W：邻苯二甲酸氢钾的克数。

0.2042：与 1NNaOH 溶液 1 毫升相当的邻苯二甲酸氢钾的克数。

(8)0.5%酚酞乙醇溶液

四、方法：

在 250 毫升三角瓶中注入 10ml 牛乳，加 20ml 蒸馏水，加 0.5%酚酞指示液 0.5ml，小心混匀，用 0.1N 氢氧化钠标准溶液滴定，直至微红色在 1 分钟内不消失为止。消耗 0.1N 氢氧化钠标准溶液的毫升数乘以 10，即得酸度。

$T^{\circ}=V\times 10$

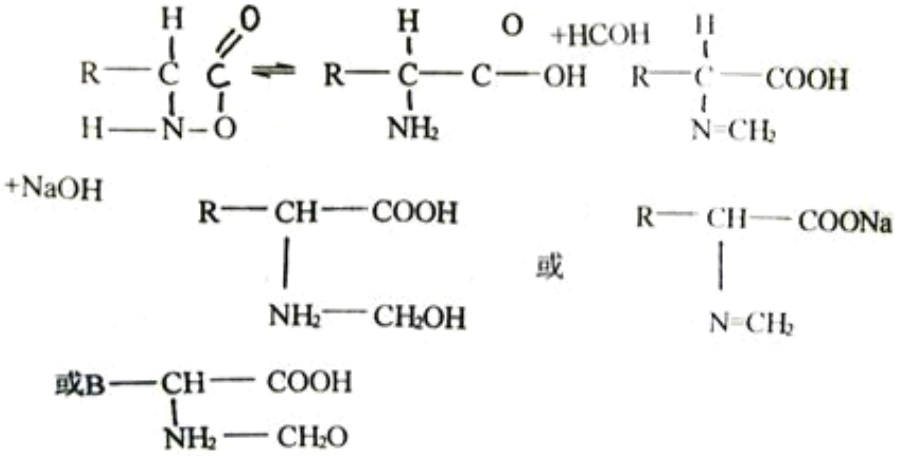
实验五　氨基酸总量(氨态氮)的测定

一、目的与原理：

1、了解掌握单指示剂与双指示剂甲醛滴定法测氨基酸总量的方法与原理：

二、双指示剂甲醛滴定法：

(一)原理：氨基酸具有酸、碱两重性质，因为氨基酸含有-COOH 基显示酸性，又含有-NH_2 基显示碱性。由于这二个基的相互作用，使氨基酸成为中性的内盐。当加入甲醛溶液时，-NH_2 与甲醛结合，其碱性消失，破坏内盐的存在，就可用碱来滴定-COOH 基，以间接方法测定氨基酸的量，反应式可能以下面三种形式存在。



(二)试剂：

(1)三种试剂同单指示剂法

(2)0.1%中性红(50%乙醇溶液)

(三)操作步骤：

取相同的两份样品，分别注入 100 毫升三角烧瓶中， 一份加入中性红指示剂 2-3 滴，用 0.100N NaOH 溶液滴定终点(由红变琥珀色)，记录用量，另一份加入麝香草酚酞 3 滴和中性甲醛 20 毫升，摇匀，以 0.100NNaOH 准溶液滴定至淡蓝色。按下述公式计算。

计算：

$$\text{氨基酸态氮(\%)}=\frac{N(V_2-V_1)\times 0.014}{W}\times 100$$

式中：

V_2：用麝香草酚酞为指示剂时标准碱液消耗量(毫升)

V_1：用中性红作指示剂时碱液的消耗量(ml)。

N：标准碱液当量浓度。

W：样品的重量(克)..

0.014：氮的毫克当量。

注意事项：

测定时样品的颜色较深，应加活性炭脱色之后再滴定.

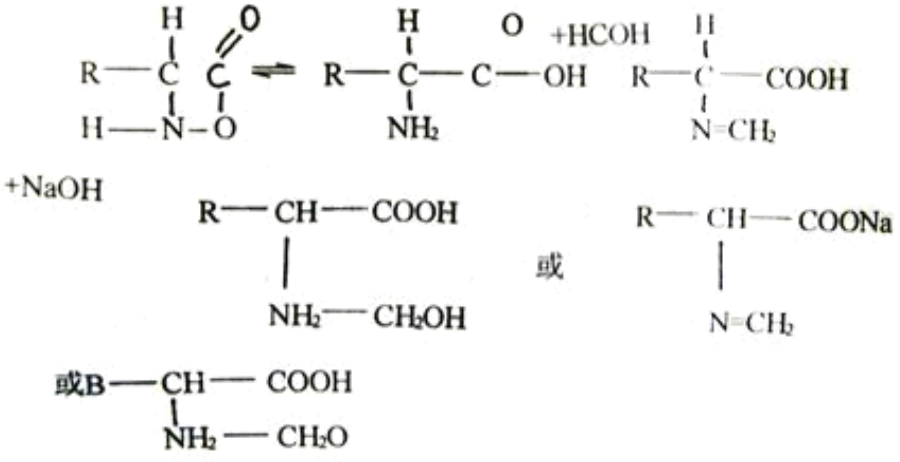
实验六 氨基酸总量(氨态氮)的测定

一、目的与原理：

1、了解掌握单指示剂与双指示剂甲醛滴定法测氨基酸总量的方法与原理：

二、双指示剂甲醛滴定法：

(一)原理：氨基酸具有酸、碱两重性质，因为氨基酸含有-COOH 基显示酸性，又含有-NH_2 基显示碱性。由于这二个基的相互作用，使氨基酸成为中性的内盐。当加入甲醛溶液时，-NH_2 与甲醛结合，其碱性消失，破坏内盐的存在，就可用碱来滴定-COOH 基，以间接方法测定氨基酸的量，反应式可能以下面三种形式存在。



(二)试剂：

(1)三种试剂同单指示剂法

(2)0.1%中性红(50%乙醇溶液)

(三)操作步骤：

取相同的两份样品，分别注入100毫升三角烧瓶中， 一份加入中性红指示剂2-3滴，用0.100N NaOH溶液滴定终点(由红变琥珀色)，记录用量，另一份加入麝香草酚酞3滴和中性甲醛20毫升，摇匀，以0.100NNaOH准溶液滴定至淡蓝色。按下述公式计算。

计算：

$$\text{氨基酸态氮}(\%)=\frac{N(V_2-V_1)\times 0.014}{W}\times 100$$

式中：

V_2：用麝香草酚酞为指示剂时标准碱液消耗量(毫升)

V_1：用中性红作指示剂时碱液的消耗量(m1)。

N：标准碱液当量浓度。

W：样品的重量(克)。.

0.014：氮的毫克当量。

注意事项：

测定时样品的颜色较深，应加活性炭脱色之后再滴定.

实验十七 肉制品中亚硝酸盐的测定

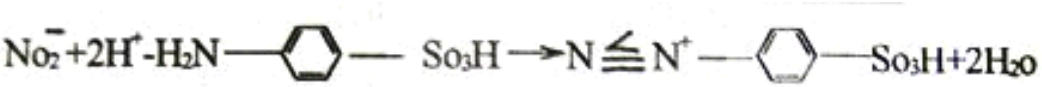
一、目的与要求：

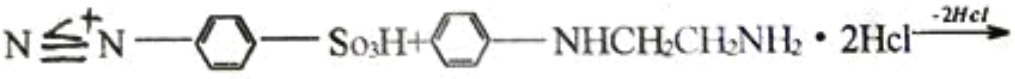
1、明确亚硝酸盐的测定与控制成品质量的关系。

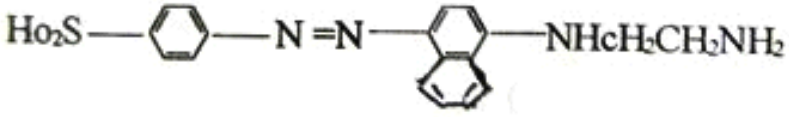
2、明确与掌握盐酸萘乙二胺法的基本原理与操作方法。

二、原理：

样品经沉淀蛋白质，除去脂肪后，在弱酸条件下硝酸盐与对氨基苯磺酸重氮化后，生成的重氮化合物，再与萘基盐酸二氨乙烯偶联成紫红色的重氮染料，产生的颜色深浅与亚硝酸根含量成正比，可以比色测定。反应式如下：







(紫红色)

三、试剂与仪器

1、亚铁氰化钾溶液：称取 106 克亚铁氰化钾[$K_4Fe_9(CN)_5.3H_2O$]，溶于水后，稀释至 1000 毫升。

2、乙酸锌溶液：称取 220 克乙酸锌[$Zn(CH_2COO)_2 \cdot 2H_2O$]，加 30 毫升冰乙酸溶于水，并稀释至 1000 毫升。

3、饱和硼砂溶液：称取 5 克硼酸钠($Na_2B0_7 \cdot 10H_20$)，溶于 100 毫升热水中，冷却后备用。

4、0.4%对氨基苯磺酸溶液：称取 0.4 克对氨基苯磺酸，溶于 100 毫升 20%的盐酸中，避光保存。

5、0.2%盐酸萘乙二胺溶液：称取 0.2 克盐酸萘乙二胺，溶于 100 毫升水中，避光保存 。

6、亚硝酸钠标准溶液：精密称取 0.1000 克于硅胶干燥器中干燥 24 小时的亚硝酸钠，加水溶解移入 500 毫升容量瓶中，并稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 200 微克亚硝酸钠。

7、亚硝酸钠标准使用液：临用前，吸取亚硝酸钠标准溶液 5.00 毫升，置于 200 毫升容量瓶中，加水稀释至刻度，此溶液每毫升相当于 5 微克亚硝酸钠。

8，小型绞肉机。

9、分光光度计。

四、操作方法：

1、样品处理：称取 5.0 克经绞碎混匀的样品，置于 50 毫升烧杯中，加工 2.5 毫升饱和溶液，搅拌均匀，以 70℃左右的水约 30 毫升将样品全部洗入 500 毫升容量瓶中，置沸水浴中加热 15 分钟，取出后冷至室温，然后一面转动一面加入 5 毫升亚铁氰化钾溶液，摇匀，再加入 5 毫升乙酸锌溶液以沉淀蛋白质，加水至刻度，混匀，放置 0.5 小时，除去上层脂肪，

清液用滤纸过滤弃去初滤液 30 毫升，滤液备用。

2、测定

吸取 40 毫升上述滤液于 50 毫升比色管中，另吸取 0.00、0.20、0．40、0．60、0.80、1.00、1.50、2.00、2.50 毫升亚硝酸钠标准使用液(相当于 0、1、2、3、5、7、10、12.5 微克亚硝酸钠)，分别置于 50 毫升比色管中，于标准与样品管中分别加入 2 毫升 0.4%对氨基苯磺酸溶液，混匀，静置 3-5 分钟后各加入 1 毫升 0.2%盐酸萘乙二胺溶液，加水至刻度，混匀，静置 15 分钟，用 2 厘米比色杯，以零管调节零点，于波长 538nm 处测吸光度，绘制标准曲线比较。

$$X=\frac{A\times 1000}{m\times \frac{40}{500}\times 1000}$$

X：样品中亚硝酸盐的含量，g / kg；

m：样品质量，g；

A：测定用样液中亚硝酸盐的含量，ug

实验二十　水果中维生素 c 的测定

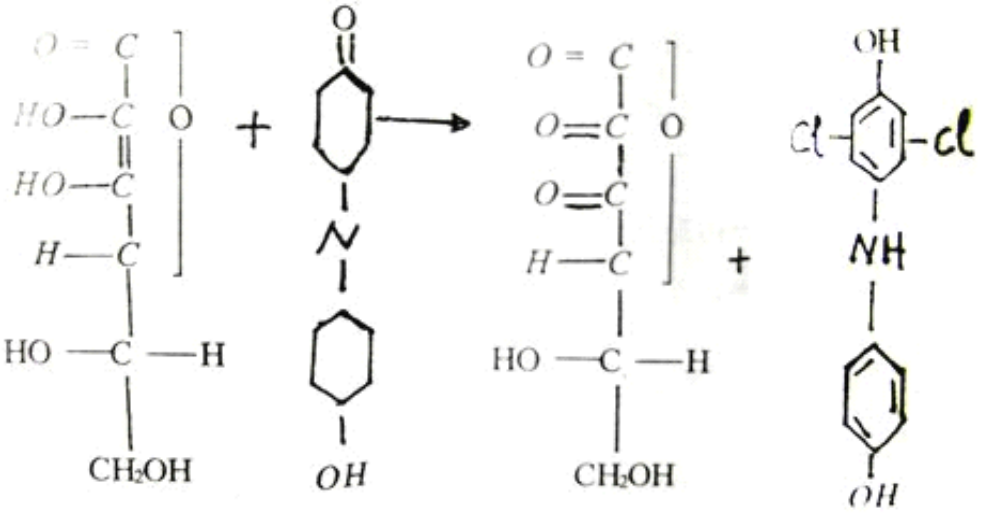
一、目的与要求：

1、掌握 2．6-二氯酚靛酚测定维生毒 C 的原理和方法。

二、原理：

还原型抗坏血酸能还原染料 2.6-二氯酚靛酚，该染料在酸性中呈红色，被还原后红色消失。还原型抗坏血酸还原 2.6-二氯酚靛酚后，本身被氧化成脱氢抗坏血酸。在没有杂质干扰时，一定量的样品提取液还原标准 2.6-二氯酚靛酚的量与样品中所含维生素 C 的量成正比。

反应式如下：



还原型抗坏血酸染料（粉红色）脱氢型抗坏血酸染料（无色）

还原型抗坏血酸染料(粉红色)脱氢型抗坏血酸染料(无色)

三、试剂：

(1)2%草酸溶液：溶解 20 克草酸结晶于 200 毫升水中，然后稀释至 1000ml。

(2)1%草酸溶液：取上述 2%草酸溶液 500ml，用水稀释至 1000ml。

(3)抗坏血酸标准溶液：准确称取 20mg 抗坏血酸，溶于 1%草酸溶液中，移入 10ml 量瓶中，并用 1%草酸溶液稀释至 100 毫升，混匀，置冰箱中保存。

使用时吸取上述抗坏血酸 5ml，置于 50 毫升容量瓶中，用 1%草酸溶液定容之。此标准使用液每毫升含 0.02mg 维生素 C。

标定：吸取标准使用液 5ml 于三角烧瓶中，加入 6%碘化钾溶液 0.5ml，1%淀粉溶液 3 滴，再以 0.001N 碘酸钾标准溶液滴定，终点为淡蓝色。

计算如下：

$$\text{抗坏血酸浓度（mg/ml）} = \frac{V_1 \times 0.088}{V_2}$$

V_1：滴定时所耗 0.001N 碘酸钾标准溶液的量(ml)

V_2：所取抗坏血酸的量(ml)

0.088：1ml 0.0001N 碘酸钾标准溶液相当于抗坏血酸的量(mg / ml)

(4)2.6：二氯靛酚溶液：称取碳酸氢钠 52mg，溶于 200ml 沸水中，然后称取 2.6-二氯靛酚 50mg，溶解在上述碳酸氢钠的溶液中，待冷，置于冰箱中过夜，次日过滤置于 250ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此液应贮于棕色瓶中并冷藏，每星期至少标定 1 次。

标定方法：取 5ml 已知浓度的抗坏血酸标准溶液，加入 1%草酸溶液 5ml，摇匀，用上述配制的染料溶液滴定至溶液呈粉红色于 15 秒不褪色为止

每毫升染料溶液相当于 Vc 的毫克数=滴定度(T)

$$=\frac{C\times V_1}{V_2}$$

式中：

C；抗坏血酸(V)的浓度(mg / ml)

V_1：抗坏血酸的量(ml)

V_2：消耗染料溶液量(ml)

(5)0.1N 碘酸钾溶液：精确取干燥的碘酸钾 0.100ml。0.3567 克用水稀释至 100ml.

(6)0.001N 碘酸钾溶液：吸取 0.1N 碘酸钾溶液 1ml，用水稀释至 100 毫升。此溶液 1ml 相当于抗坏血酸 0.088mg。

(7)1%淀粉溶液。

(8)6%碘化钾溶液。

四、操作方法：

1、称取适量(50.0-100.0 克)样品，加等量的 2%草酸溶液，倒入组织捣碎机中捣成匀浆。称取 10.00-30.00 克浆状样品(使其含有抗坏血酸 1-5mg)，置于小烧杯中，用 1%草酸溶液将样品移入 100 毫升容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。

2、将样液过滤，弃去最初毫升滤液。若样液具有颜色，用白陶土(应选择脱色力强但对抗坏血酸无损失的白陶土)去色，然后迅速吸取 5-10ml 滤液，置于 50ml 三角烧瓶中，用标定的 2.6-二氯靛酚染料溶液滴定之,直至溶液呈粉红色于 15 秒内不褪色为止。

计算：

$$\text{每百克样品中抗坏血酸毫克数}=\frac{V\ .T}{W}\times 100$$

V：滴定时所耗去染料溶液的量(ml)；

T：1ml 染料溶液相当于抗坏血酸标准溶液的量(mg)

W：滴定时所取的滤液中含样品量(g).

五、说明：

(1)所有试剂配制最好用重蒸馏水。

(2)样品取样后，应浸泡在已知量 2%草酸溶液中使抗坏血酸受损失。以免发生氧化，使抗坏血酸受损失。

(3)对动性的样品可用 10%三氯醋酸代替 2%草酸溶液提取；对含有大量 Fe 的样品，如储藏过久的罐头食品可用 8%醋酸溶液代替草酸溶液提取。

(4)整个操作过程要迅速，防止还原型抗坏血酸被氧化。

(5)若样品滤液无色，可不加色陶土。须加白陶土的，要对每批新的白陶土测定回收率。加白陶土脱色过滤后，样品要迅速滴定。

(6)滴定开始时，染料溶液要迅速加入，直至红色不立即消失而后尽可能一滴一滴地加入，并要不断振动三角烧瓶，直至呈粉红色于 15 秒内不消失为止。样品中可能有其他杂质也能还原 2.6-二氯靛酚，但一般杂质还原该染料的速度均较抗坏血酸慢，所以滴定时以 15 秒钟红色不褪为终点。

(7)测定样品溶液时必须同时作一空白对照，样品溶液滴定的毫升数须扣除空白液滴定的毫升数。

1、