



湖南石油化工职业技术学院

Hunan Petrochemical Vocational Technology College

## 学生毕业设计成果

设计题目： 果冻中山梨酸含量的测定  
专业名称： 工业分析技术  
班级名称： 分析 3171 班  
学生姓名： 丁紫倩  
指导教师： 陈 媛  
责任领导： 刘 芬

二零一九年十月

### 学生毕业设计成果真实性承诺书

本人郑重承诺：我所递交的毕业设计材料，是本人在指导老师的指导下独立进行完成的；除文中已经注明引用的内容外，不存在有作品（产品）剽窃和抄袭他人成果的行为。对本设计的共同完成人所做出的贡献，在对应位置已以明确方式标明。若被查出有抄袭或剽窃行为，或由此所引起的法律责任，本人愿意承担一切后果。

学生（确认签字）：丁紫倩

签字日期：2019.10.17

### 指导教师关于学生毕业设计成果真实性审核承诺书

本人郑重承诺：已对该生递交的毕业设计材料中所涉及的内容进行了仔细严格的审核，其成果是本人在的指导下独立进行完成的；对他人成果的引用和共同完成人所做出的贡献在对应位置已以明确方式标明。不存在有作品（产品）剽窃和抄袭他人成果的行为。若查出该生所递交的材料有学术不端的行为，或由此所引起的法律责任，本人愿意承担一切责任。

指导教师（确认签字）：陈媛

签字日期：2019.10.21

# 目 录

一、选题依据 .....	1
二、分析方法 .....	1
(一) 分析标准 .....	1
(二) 方法原理 .....	1
三、仪器与试剂 .....	1
(一) 仪器设备 .....	1
(二) 试剂材料 .....	2
四、分析过程 .....	2
(一) 样品预处理过程 .....	2
(二) 测定步骤 .....	3
五、数据记录与处理 .....	3
六、结果评价 .....	5
七、问题讨论 .....	5
参考文献 .....	7

# 果冻中山梨酸含量的测定

## 一、选题依据

果冻是一种西方甜食，呈半固体状，由食用明胶加水、糖、果汁制成。亦称啫喱，外观晶莹，色泽鲜艳，口感软滑。果冻里也包含布丁一类。

果冻主要原料：卡拉胶，魔芋粉，水，白砂糖，海藻酸钠，山梨酸。

理想的食品添加剂应是有益而无害的物质，但有些食品添加剂，特别是化学合成的食品添加剂往往具有一定的毒性。随着人民生活水平的提高，人们也对食品的要求越来越高，食品添加剂可以起到提高食品质量和营养价值，改善食品感观性质，防止食品变质腐败，延长食品保质期，食用山梨酸可作为食品防腐剂，其目的是为保持食品新鲜度的。

## 二、分析方法

### （一）分析标准

1、采用紫外分光光度法，参照 GB1886186-2016 食品安全国家标准 食品添加剂山梨酸

### （二）方法原理

采用无水乙醚提取样品中的山梨酸，反复振荡提取两次，经氯化钠酸性溶液盐析，无水硫酸钠脱水，旋转蒸发仪蒸干，丙酮定容后待测。用外标法定量，取 1ul 待测样，进行分析。结果表明 100ug/ml 浓度与峰面积有着良好的线性关系，相关系数大于 0.999，山梨酸的检出限为 1.0mg/kg，回收率为 82.4%-92.0%，相对偏差为 6.1%。此方法具有检出限低，检测快速，定量准确，操作性强，适用于山梨酸的检测工作。

## 三、仪器与试剂

### （一）仪器设备

表 1 仪器设备

名称	规格	数量	名称	规格	数量
紫外分光光度计		1 台/人	容器瓶	50ml	8 只/人
石英比色皿	1cm	2 个/人	烧杯	500ml	1 个/人
移液管	10ml	2 支/人	胶头滴管		1 支/人
玻璃仪器洗涤用具 及其洗涤用试剂		1 套/人	果冻		10g
PH 试纸		1 张	蒸馏瓶		1 个
分液漏斗		2 个	玻璃棒		1 根
滤纸		1 张			

## (二) 试剂材料

表 2 试剂材料

无水乙醚	苯甲酸标液 (1mg/ml)	5%NaHCO <sub>3</sub> 溶 液	5%NaCl 溶液	(1+2v) 盐 酸溶液	10%NaOH 溶 液
------	-------------------	-----------------------------	-----------	-----------------	----------------

## 四、分析过程

### (一) 样品预处理过程

#### 1、果冻预处理过程

打开果冻将果冻，倒入容器里面然后把果冻捣碎，用百分之十的 NaOH 溶液调节至碱性，用 PH 试纸对比是否呈碱性，在定容，放置 30 分钟，离心过滤，拿来过滤，滤液于分液漏斗中，在加入盐酸浓液酸化，然后用乙醚萃取两次，第二次合并乙醚层与另一个干净的分液漏斗中，在用 5%NaCl 溶液洗涤两次，然后用蒸馏瓶回收乙醚用 20ml，5%NaHCO<sub>3</sub> 溶液溶解，再定容至 100ml 备用。



图 1 样品原料喜之郎果冻

## (二) 测定步骤

### 1、工作曲线的绘制

取 50mL 容量瓶 6 个，分别加入山梨酸标液 0.00mL，2.00mL，4.00mL，6.00 mL，8.00 mL，10.00mL，用去离子水定容。以空白为参比，在波长 254nm 测定每个标准溶液的吸光度，以吸光度作为纵坐标，山梨酸浓度 (ug/mL) 作为横坐标绘制工作曲线。

### 2、试样溶液的测定

移取考核样品 5ml，移到到两个 50ml 的容量瓶中，在用去离子水定容到 50ml，按上面的步骤测定这两个样品的吸光度，然后从工作曲线中读出山梨酸的浓度，然后平行测定两次。

## 五、数据记录与处理

### (一) 数据处理

原始未知溶液浓度按下式计算： $C_0 = C_x \times n$ 。式中： $C_0$ —原始未知溶液浓度，g/mL， $C_x$ —查出的未知溶液浓度，g/ mL， $n$  是已知溶液的稀释倍数。

表 1 山梨酸标准溶液工作曲线

容量瓶编号	1	2	3	4	5	6
山梨酸标液体积 (ml)	0.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00
山梨酸含量 (ug/mL)	0.0000	0.8000	1.6000	2.4000	3.2000	4.000
吸光度 A	0.001	0.209	0.415	0.620	0.820	1.019
比色皿校正值 $A_0$	0.001					
校正后吸光度 A	0.000	0.210	0.416	0.621	0.821	1.020

表 2 山梨酸含量结果分析

测定次数	1	2
样液体积 (mL)	5	5
样液吸光度 A	0.522	0.506
比色皿校正值 $A_0$	0.001	
试样校正吸光度 $A_2$	0.521	0.505
试样测定含量 $C_0$ (ug/mL)	2.0341	1.9707
测定结果平均值 (ng/mL)	20.024	
测定结果的相对平均偏差 (%)	0.15	

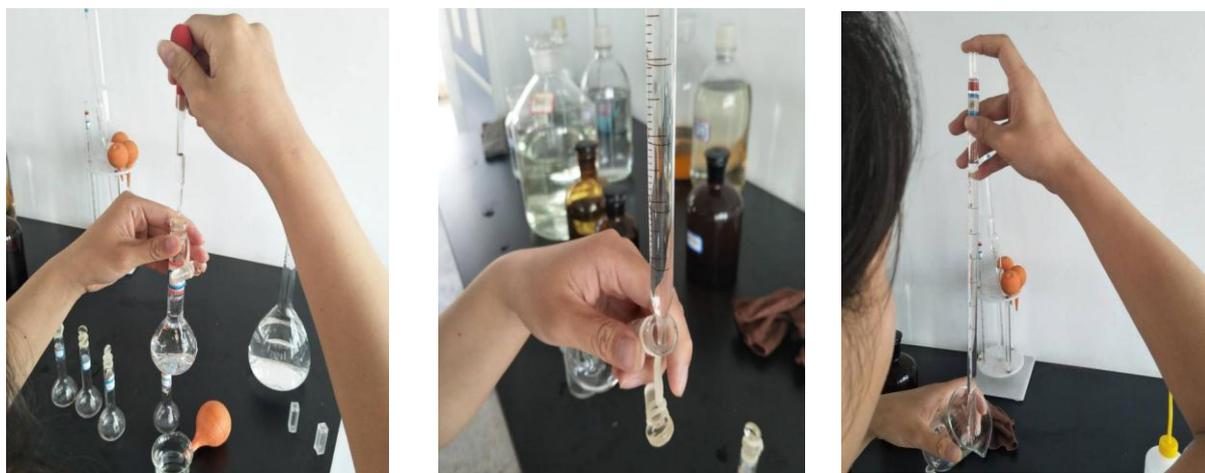
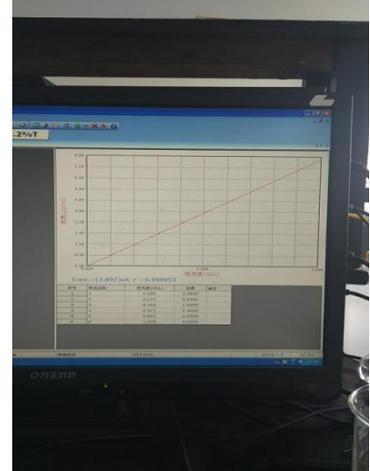
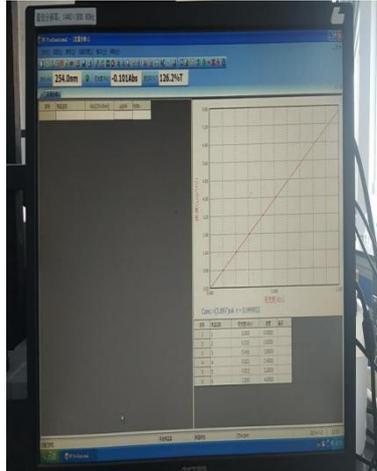
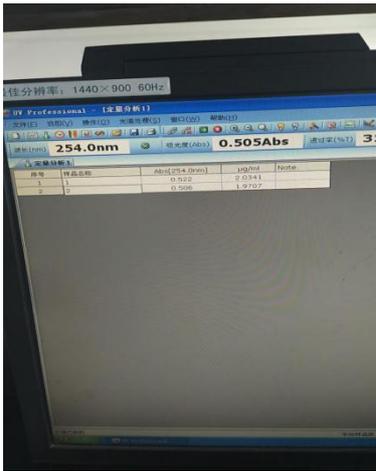


图 2 将液体移到 50ml 容量瓶中



## 六、结果评价

1、校正后吸光度  $A = \text{吸光度} A - \text{比色皿校正值} A_0$

2、山梨酸测定含量为  $C_1$ 、 $C_2$

山梨酸测定平均值为  $C = (C_1 + C_2) \times 10 / 2 = 20.024 \text{ ng/mL}$

3、最终运用平均偏差和相对平均偏差来评价本次测定

## 七、问题讨论

(一) 紫外分光光度法实验中所需要注意的问题？

- 1、连接该台仪器的电源，确保仪器有良好的接地性能。
- 2、仪器开机后需要预热 30 分钟。
- 3、注意自己所使用的比色皿是石英的还是玻璃的。
- 4、比色皿放入仪器内一定要擦干。

(二) 为什么有时候产生的吸光度数值很大导致实验失败？

- 1、因为移液过程中气泡的产生会影响移液管的读数。
- 2、测的的比色皿的吸光度会出现误差。

(三) 该测定过程的原理

以空白为参比，在波长 254nm 测定每个标准溶液的吸光度，以吸光度作为纵坐标，山梨酸浓度 (ug/ml) 作为纵坐标曲线。

(四) 为什么仪器要校正？

校准是在规定条件下，为确定测量仪器、测量系统的示值、实物量具或标准物质所代表的值与相对应的由参考标准确定的量值之间关系的一组操作。而检定是为评定计量器具校准的计量特性，确定其是否符合法定要求所进行的全部工作。

## 参考文献

- [1] 栾崇林主编《仪器分析》北京:化学工业出版社, 2015.8 (2018.7) 重印
- [2] 李继睿, 王织云, 石慧等编著《工业分析技术》长沙:湖南大学出版社 2016
- [3] 吴菊英主编《仪器分析与实训》北京 工业出版社 2012
- [4] GB1886186-2016 食品安全国家标准 食品添加剂 山梨酸

### 致谢:

经过一个多月的毕业设计过程, 很感谢老师的细心指导, 面对专业知识在这一个月里面真的学到了很多, 发现很多以前不懂的专业知识逐渐产生了一种熟悉感。毕业设计即将接近尾声, 这也意味着我的大学生活就要结束了, 学校时光一晃而过, 回首走过的岁月, 心中倍感充实, 当我做完毕业设计的时候, 有一种如释重负的感觉, 感慨良多。

首先, 我要感谢带我做毕业设计给予我专业指导的老师陈媛老师和彭欢老师。老师平时工作繁忙, 但在我们做毕业设计的每个阶段, 从查阅资料到设计草案的确定和修改, 中期检查, 后期详细设计, 山梨酸含量不会求溶液配置不确定老师们细心指导直到我们懂要怎么去完成这个测定过程使我们能够充满热情的投入到毕业设计中去, 我还要感谢我的同学们, 遇到问题都是互帮互助。

感谢老师以及同学们的帮助, 才能使毕业设计顺利完成!