

普通高等教育规划教材

食品理化检验

FOOD PHYSICAL AND CHEMICAL TESTING

张拥军 主编



中国质检出版社
中国标准出版社

普通高等教育规划教材

食品理化检验

FOOD CHEMICAL TESTING

张拥军 主编

中国质检出版社
中国标准出版社

北京

图书在版编目 (CIP) 数据

食品理化检验/张拥军主编. —北京: 中国质检出版社, 2015. 8
ISBN 978-7-5026-4147-4

I. ①食… II. ①张… III. ①食品检验 IV. ①TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 097464 号

内 容 提 要

本书共分七章, 主要介绍了食品理化检验的概念、方法和进展; 检验技术基础知识; 食品理化检验的分析方法; 食品中主要营养成分分析; 食品中添加剂质量标准与检验; 保健食品功效成分的检验; 食品中农药残留、兽药残留、有害元素及有害污染物的检验。本书在参考大量文献和专著的基础上, 采用了我国最新出版的国家标准及标准中的分析方法。

本书可作为高等院校食品科学与工程、食品质量与安全、生物工程等有关专业的师生使用, 也可作为相关领域食品检验人员的参考资料。



中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号 (100029)

北京市西城区三里河北街 16 号 (100045)

网址: www.spc.net.cn

总编室: (010)68533533 发行中心: (010)51780238

读者服务部: (010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 787 × 1092 1/16 印张 29.25 字数 741 千字

2015 年 8 月第一版 2015 年 8 月第一次印刷

*

定价 55.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 68510107

前 言

食品是人类生命活动不可缺少的物质，食品安全是重大的民生问题，关系人民群众身体健康和生命安全，关系社会和谐稳定。近几年随着市场经济的快速发展，食品安全问题层出不穷，几乎涉及人们日常饮食生活的方方面面。劣质奶粉、苏丹红辣酱及鸭蛋、毛发酱油、石蜡火锅底料、毒比目鱼、大便臭豆腐、黑心面粉、注水肉、塑胶珍珠粉圆、膨大水果、瘦肉精、毒大米、毒生姜、地沟油……，“问题食品”之多、涉及范围之广、造成恶果之重，已使众多消费者发出“我们还能吃什么？”的呼吁。

食品安全事件全球范围的发生，使食品安全检测技术被各个国家所重视，很多检测方法被纳入各国的标准方法。目前，我国对食品安全的关注和发展检验食品污染的新技术已提到日程。为规范我国食品安全检验检测工作，在国务院下发的《国务院关于加强食品安全工作的决定》（国发〔2012〕20号）中明确指出：通过不懈努力，使我国食品安全监管体制机制、食品安全法律法规和标准体系、检验检测和风险监测等技术支撑体系更加科学完善，食品安全总体水平得到较大幅度提高。

为了适应新形势的需要，满足轻工类院校食品专业、农产品加工专业及从事食品工业科技人员的需求，在中国质检出版社的大力支持下，我们组织编写了本书。

本书由张拥军主编，孟祥河、肖功年为副主编，参加编写的人员有：张拥军、孟祥河、肖功年、朱丽云。编写分工为：第一、二、五章由张拥军编写，第三、四章由张拥军、孟祥河编写，第六章由肖功年编写，第七章由张拥军、朱丽云编写。几位教师充分利用自己丰富的教学经验，参阅和吸收了国内外大量先进技术和相关知识，并进行了归纳整理。全书由张拥军负责编审统稿。

由于食品理化检验技术和方法异常繁多，且发展迅速，限于作者的专业水平，加之时间仓促，书中错误和遗漏之处在所难免，真诚期待广大读者批评、指正（yjzhang@vip.163.com，0571-87676199）。

张拥军

2015年6月于杭州

目 录

第1章 导论	(1)
1.1 食品理化检验的概念与任务	(1)
1.2 食品理化检验的内容与方法	(3)
1.3 食品理化检验方法的现状与进展	(5)
1.3.1 食品理化检验方法现状	(5)
1.3.2 食品理化检验技术进展	(6)
第2章 检验技术基础知识	(10)
2.1 检验技术基本原则和要求	(10)
2.1.1 基本原则	(10)
2.1.2 检验技术操作的一般要求	(11)
2.2 样品的采集、制备与保存	(13)
2.2.1 采样的目的与要求	(13)
2.2.2 采样数量和方法	(14)
2.2.3 检验样品的制备	(14)
2.2.4 样品的保存	(15)
2.3 样品的前处理方法	(15)
2.3.1 有机质破坏法	(16)
2.3.2 沉淀法	(17)
2.3.3 蒸馏法	(18)
2.3.4 吸附法	(18)
2.3.5 透析法	(18)
2.3.6 提取法	(19)
2.4 样品前处理新技术	(20)
2.4.1 微波萃取技术	(20)
2.4.2 超临界流体萃取技术	(23)
2.4.3 超声波萃取技术	(31)
2.4.4 加速溶剂萃取技术	(33)
2.4.5 膜分离技术	(38)
2.4.6 分子蒸馏技术	(43)
2.4.7 固相萃取技术	(46)
2.4.8 固相微萃取技术	(49)

2.4.9 分子印迹技术	(52)
第3章 食品理化检验的分析方法	(56)
3.1 感官检验法	(56)
3.1.1 感官检验的定义	(56)
3.1.2 食品感官检验	(57)
3.2 物理检查法	(62)
3.2.1 相对密度检验法	(62)
3.2.2 折光法	(67)
3.2.3 旋光法	(68)
3.2.4 压力测定法	(69)
3.2.5 固态食品的比体积	(70)
3.3 化学分析法	(70)
3.3.1 定性分析	(71)
3.3.2 定量分析	(71)
3.4 物理化学分析法	(72)
3.4.1 光学分析法	(73)
3.4.2 层析法	(94)
3.4.3 气相色谱法	(117)
3.4.4 高效液相色谱法	(123)
第4章 食品中主要营养成分分析	(134)
4.1 食品中水分的检验	(135)
4.1.1 直接干燥法 (GB 5009.3—2010)	(135)
4.1.2 减压干燥法 (GB 5009.3—2010)	(137)
4.1.3 蒸馏法 (GB 5009.3—2010)	(138)
4.1.4 红外线干燥法 (参考方法)	(140)
4.1.5 卡尔·费休法 (GB 5009.3—2010)	(140)
4.1.6 食品中水分的其他检验方法	(143)
4.2 食品中灰分的检验	(143)
4.2.1 灰分的测定 (GB 5009.4—2010)	(144)
4.2.2 水不溶性灰分和水溶性灰分的测定	(147)
4.2.3 酸不溶性灰分的测定	(147)
4.3 食品中脂肪的检验	(147)
4.3.1 索氏抽提法 (GB/T 5009.6—2003)	(149)
4.3.2 酸水解法 (GB/T 5009.6—2003)	(151)
4.4 食品中碳水化合物的检验	(152)
4.4.1 可溶性糖类的提取和澄清	(153)

4.4.2	还原糖的测定	(154)
4.4.3	蔗糖的测定 (GB/T 5009.8—2008)	(167)
4.4.4	总糖的测定	(171)
4.4.5	淀粉的测定 (GB/T 5009.9—2008)	(173)
4.4.6	膳食纤维的测定 (GB/T 5009.88—2008)	(178)
4.5	食品中蛋白质的检验	(183)
4.5.1	凯氏定氮法 (GB 5009.5—2010)	(184)
4.5.2	分光光度法 (GB 5009.5—2010)	(187)
4.5.3	蛋白质快速测定法	(190)
4.6	食品中维生素的检验	(196)
4.6.1	脂溶性维生素的测定	(196)
4.6.2	水溶性维生素的测定	(207)
第5章	食品添加剂质量标准与检验	(226)
5.1	食品添加剂概述	(226)
5.1.1	食品添加剂的定义域	(226)
5.1.2	食品添加剂的分类	(227)
5.1.3	食品添加剂的安全性	(229)
5.1.4	食品添加剂的质量指标	(230)
5.1.5	食品添加剂的使用原则 (按 GB 2760—2014)	(230)
5.2	食品防腐剂	(231)
5.2.1	苯甲酸和苯甲酸钠	(233)
5.2.2	山梨酸及其盐	(233)
5.2.3	气相色谱法测定山梨酸、苯甲酸 (GB/T 5009.29—2003)	(234)
5.2.4	高效液相色谱法测定山梨酸、苯甲酸 (GB/T 23495—2009)	(235)
5.2.5	薄层色谱法测定山梨酸、苯甲酸 (GB/T 5009.29—2003)	(238)
5.2.6	食品中对羟基苯甲酸酯类的测定 (GB/T 5009.31—2003)	(240)
5.3	食品抗氧化剂	(241)
5.3.1	抗氧化剂的作用机理	(242)
5.3.2	抗氧化剂使用的注意事项	(242)
5.3.3	丁基羟基茴香醚 (BHA) 和二丁基羟基甲苯 (BHT)	(243)
5.3.4	没食子酸丙酯 (PG)	(250)
5.4	食品发色剂	(252)
5.4.1	发色剂的作用及发色原理	(252)
5.4.2	发色剂的应用	(253)
5.4.3	亚硝酸盐	(253)
5.4.4	硝酸盐	(253)

5.4.5	离子色谱法测定食品中硝酸盐与亚硝酸盐 (GB 5009.33—2010)	(253)
5.4.6	分光光度法测定食品中硝酸盐与亚硝酸盐 (GB 5009.33—2010)	(256)
5.4.7	乳及乳制品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定 (GB 5009.33—2010)	(260)
5.5	食品漂白剂	(265)
5.5.1	亚硫酸盐在食品中的作用	(266)
5.5.2	无水亚硫酸钠产品质量标准	(266)
5.5.3	焦亚硫酸钠产品质量标准	(267)
5.5.4	焦亚硫酸钾产品质量标准	(267)
5.5.5	盐酸副玫瑰苯胺法测定亚硫酸盐 (GB/T 5009.34—2003)	(267)
5.5.6	蒸馏法测定亚硫酸盐 (GB/T 5009.34—2003)	(269)
5.6	食品着色剂	(270)
5.6.1	食用合成色素	(271)
5.6.2	食用天然色素	(273)
5.6.3	高效液相色谱法测定合成色素 (GB/T 5009.35—2003)	(274)
5.6.4	薄层色谱法测定合成色素 (GB/T 5009.35—2003)	(276)
5.6.5	示波极谱法测定合成色素 (GB/T 5009.35—2003)	(279)
5.6.6	食品中红曲色素的测定 (GB/T 5009.150—2003)	(280)
5.7	食品甜味剂	(282)
5.7.1	糖精 (糖精钠)	(282)
5.7.2	环己基氨基磺酸钠	(287)
5.7.3	糖醇类甜味剂	(292)
第6章	保健食品功效成分的检验	(294)
6.1	保健食品概述	(294)
6.1.1	保健食品的概念	(294)
6.1.2	保健食品功效成分	(295)
6.1.3	保健食品营养成分	(300)
6.1.4	保健食品功效成分的检验	(303)
6.1.5	保健食品标识	(304)
6.1.6	保健食品管理办法	(304)
6.1.7	保健食品安全要求	(305)
6.2	保健食品功效成分的测定方法	(307)
6.2.1	食品中低聚糖的测定	(307)
6.2.2	食品中总黄酮的测定	(310)
6.2.3	食品中异黄酮的测定	(311)
6.2.4	食品中褪黑素的测定 (GB/T 5009.170—2003)	(313)
6.2.5	食品中二十碳五烯酸和二十二碳六烯酸的测定	(315)

6.2.6 食品中肌醇的测定	(317)
6.2.7 食品中超氧化物歧化酶活性的测定	(319)
第7章 食品中化学有害污染物的检验	(324)
7.1 食品中有害元素的检验	(325)
7.1.1 概述	(325)
7.1.2 汞	(326)
7.1.3 铅	(335)
7.1.4 砷	(349)
7.1.5 其他有害元素的检验	(360)
7.2 农药残留量的检验	(362)
7.2.1 概述	(362)
7.2.2 食品中有机磷农药残留与检验	(365)
7.2.3 食品中有机氯农药残留与检验	(373)
7.2.4 食品中其他农药残留的检验	(380)
7.3 兽药残留的检验	(381)
7.3.1 概述	(381)
7.3.2 蜂蜜中四环素族抗生素残留量的测定	(384)
7.3.3 畜禽肉中的己烯雌酚	(388)
7.3.4 动物性食品中克伦特罗残留量	(389)
7.4 有害污染物	(399)
7.4.1 食品中N-亚硝胺类的测定 (GB/T 5009.26—2003)	(399)
7.4.2 食品中苯并[a]芘的测定 (GB/T 5009.27—2003)	(403)
7.4.3 食品中指示性多氯联苯含量的测定 (GB/T 5009.190—2014)	(407)
7.4.4 食品中氯丙醇含量的测定 (GB/T 5009.191—2006)	(415)
附录A 常用酸碱浓度表	(427)
附录B 标准滴定溶液	(429)
附录C 检验方法中技术参数和数据处理	(436)
附录D 色谱法常用词汇	(440)
附录E 淀粉酶、蛋白酶、淀粉葡萄糖苷酶的活性要求、测定方法及判定标准 (规范性附录)	(443)
附录F 食品类别(名称说明)	(445)
附录G 检测的质谱图和质量色谱图	(451)
参考文献	(455)

第1章 导 论

教学目标：本章要求掌握食品、食品理化检验、食品污染的概念，食品理化检验的任务，食品快速检测方法的体现；熟悉食品污染类型，食品理化检验的技术内涵及方法，熟悉 GMP、SSOP 及 HACCP 的内含及三者关系；了解食品检验方法的现状及目前最新的食品检验方法。

1.1 食品理化检验的概念与任务

食品是人类赖以生存的能源和发展的物质基础。《中华人民共和国食品安全法》第九十九条规定：“食品是指各种供人类食用或饮用的成品和原料以及按照传统既是食品又是药品的物品，但是不包括以治疗为目的的物品。”随着现代科学技术的发展和水平的提高，人们对食品中所含营养素的种类、组成、构造、性质、数量以及毒害物质对人体所造成的危害日益重视。食品理化检验是衡量食品品质的重要手段，也是保证和提高食品质量必不可少的关键环节。食品理化检验是依据物理、化学、生物化学等学科的基本理论，运用各种科学技术，按照制定的技术标准，对食品生产过程中的物料（原料、辅料、半成品、成品、副产品等）的主要成分及其含量和有关工艺参数进行检测，从而研究和评定食品品质及其变化，并保障食品安全的一门科学。食品理化检验是一项极为重要的工作，它在保证人类健康和社会进步方面有着重要的意义和作用。

《中华人民共和国食品安全法》规定：“食品应无毒、无害、符合应当有的营养要求，对人体健康不造成任何急性、亚急性或者慢性危害。”无毒无害是指正常人在正常食用情况下摄入可食状态的食品，不会对人体造成危害。但无毒无害也不是绝对的，允许少量含有，但不得超过国家规定的限量标准。食品符合应当有的营养要求，营养要求不但应包括人体代谢所需要的蛋白质、脂肪、碳水化合物、维生素、矿物质等营养素的含量，还应包括该食品的消化吸收率和对人体维持正常的生理功能应发挥的作用。其中食品的安全性是食品必须具备的基本要求。

然而在社会不断进步、科技迅速发展的今天，食品存在着越来越多的不安全的因素。食品安全问题不像一般的急性传染病那样，会随着国家经济的发展、人民生活水平的提高、卫生条件的改善及计划免疫工作的持久开展而得到有效的控制。相反的，随着食物和食品生产的机械化和集中化，以及化学品和新技术的广泛使用，新的食品安全问题会不断涌现。因此，食品安全控制不是一项权宜之计，也不是单独某一个政府部门能搞好的，而是一项需要多个政府部门共同负责的长期任务。

1996年世界卫生组织（World Health Organization, WHO）在其发表的《加强国家级食品安全性计划指南》中将食品卫生与食品安全两个概念加以区别。食品安全被解释为“对

食品按其原定用途进行生产和/或食用时不会对消费者造成损害的一种担保”，它主要是指在食品的生产 and 消费过程中加入的有毒、有害物质或因素还不足以对人体造成危害，从而保证人体按正常剂量和以正确方式摄入这样的食品时，在会造急性可慢性的危害，这种危害包括对摄入者本身及其后代的不良影响。食品卫生是指“为确保食品安全性和适合性在食物链的所有阶段必须创造的一切条件和采取的措施”。前者是目标，后者是达到目标的保障。在评价一种食品是否安全时，依靠一定的检测手段提供科学的依据，确定食品中的有害物质的含量和毒性，通过风险评估来考虑其是否造成对人体的实际危害。

食品中的有害因素大多数并非食品的正常成分，而是通过一定的途径进入食品，也即食品污染，它是指食物受到有害物质的侵袭，造成食品安全性、营养性或感官性状发生改变的过程。一般来说，食品污染主要有生物性污染、化学性污染和物理性三大类，如图 1-1 所示，其中以生物性污染（通常指食品被有害的细菌、病毒、寄生虫和真菌污染）引起食源性疾病的现象较为普遍，但近些年化学性污染（如甲醇、甲醛、亚硝酸盐重金属、有机磷农药及化学防腐剂等）也急剧增加，食物中毒事件时有发生。当人们拎着菜篮子走进家门的时候，菜篮子里的各种农副产品已经通过了生产（种植、养殖）、加工、物流（贮存、运输）、销售等多道环节。可以说，从农田到餐桌整个过程中的任何环节都有可能受到有害物质的污染。食品卫生学的任务之一就是研究环境中的有害物质污染食品的途径，以采取有效的预防措施，保障食品的安全，保护消费者的健康。

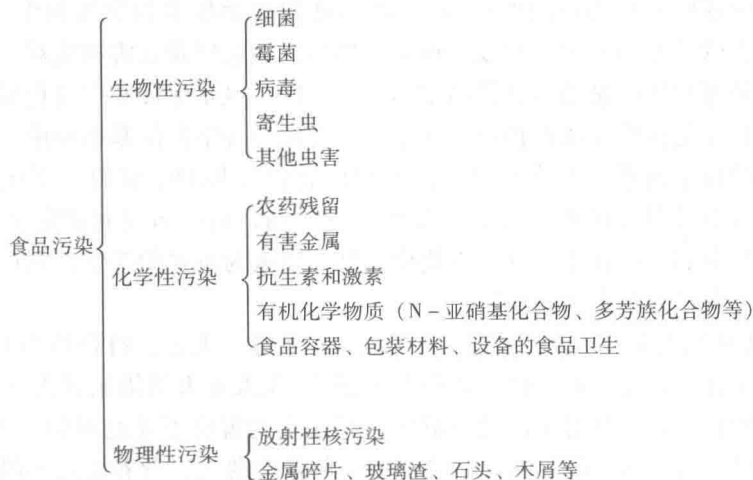


图 1-1 食品污染的分类

生物性污染是指食品在生产、加工、包装、储藏、运输、经营、烹饪等过程中受到寄生虫或微生物的污染。食品的生物性污染包括细菌、病毒、寄生虫和其他虫害等，它们通过各种途径污染食品，并由于食物存在细菌、病毒和寄生虫生长发育所需要的营养成分，所以可以在食品中生存甚至增殖。食品的生物污染中最常见的是细菌性污染，它不仅会造成食品的腐烂变质，引起食品的食用价值和营养价值的降低，而且细菌或其毒素可以经由消化道进入人体引起机体损伤。致病性细菌、病毒和寄生虫的污染还可引起介食品传播的传染病和寄生虫病，对人体健康造成伤害。

食品的化学性污染指外来化学物质对食品的污染，这些污染物包括环境污染物、无意添加和有意添加的污染物以及在食品生产过程中产生的有毒有害物质。环境污染物主要来源于

工业“三废”和生活污染,工业“三废”即废气、废水和废物。废气通过沉降作用可以直接降落到食品上,也可以降落到水体与土壤中,并通过作物根系吸收进入食品或由水产养殖进入食品。环境污染物污染食品的特点是有时尽管污染物的浓度很低,但通过生物链的生物放大作用使食品中的浓度大大提高,造成机体的伤害。无意添加和有意添加的污染物指添加剂、食品的掺杂掺假等。化学性污染具体指农药残留,有害金属,有机化学物质如N-亚硝基化合物污染(N-亚硝胺和N-亚硝酰胺)、多芳族化合物污染(苯并芘[B(a)P]、杂环胺类化合物)等,抗生素和激素等对食品的污染,食品容器、包装材料、设备的食品卫生。

食品的物理性污染主要指放射性污染、金属碎片、玻璃渣、石头、木屑等。其中放射性污染包括食品中的天然放射性核素(由于生物体和其所处的外环境之间固有的物质交换过程,在绝大多数动植物性食品中都不同程度的含有天然放射性物质,亦即食品的放射性本底);环境中人为的放射性核素污染主要来源于核爆炸、核废物的排放及意外事故等几个方面。

原则上食品应当安全、无毒,但我们生存的环境充满了各种各样的有毒有害物质,因此追求食品的绝对安全是不可能的,也无此必要。因为那样我们将无法求得足够的食物以维持人类的生存,我们只能尽量减少其危害或消除某些可能消除的危害因素。食品理化检验的主要任务包括:①依据物理、化学、生物学的一些基本理论,运用各种技术手段,按照制定的各类食品的技术标准,对加工过程的原料、辅料、半成品和成品进行质量检验,以保证生产出质量合格的产品。②指导生产和研发部门改革生产工艺、改进产品质量以及研发新一代食品,提供其原料和添加剂等物料准确含量,研究它们对研发产品加工性能、品质、安全性的影响,确保新产品的优质和食用安全。③对产品贮藏、运输、销售过程中,食品的品质、安全及其变化进行全程监控,以保证产品质量,避免产品产后可能产生对人类食用的危害。

1.2 食品理化检验的内容与方法

在第二次世界大战后,全球经济的复苏使现代工业有了飞速发展,使人类生活水平有了很大提高。但同时由于盲目发展生产,造成的环境污染问题日益突出,引起了几次震惊世界的“公害事件”,如日本稻米引起的“痛痛病”事件,多氯联苯污染造成的“米糠油”事件,甲基汞污染鱼导致的“水俣病”事件等都是由于环境污染物通过食品进入机体后所引起的,都曾对受害人群的生命和健康造成了极其严重的后果。为保证食品安全,人类在食品污染方面进行了大量研究,包括食品污染物的种类来源、性质、危害风险调查、含量水平的检测、预防措施以及监督管理措施等。

这一时期,由于现代食品的出现和环境污染的日趋严重,发生或发现了各种来源不同、种类各异的食物污染因素,如黄曲霉毒素、单端孢霉烯族化合物、酵米面黄杆菌等几种食物中毒病原菌;化学农药广泛应用所造成的污染、残留;多环芳烃化合物、N-亚硝基化合物、蛋白质热聚产物等多种污染食品的诱变物和致癌物;食品容器包装材料中污染物有毒金属和塑料、橡胶、涂料等高分子物质的单体及加工中所用的助剂;食品添加剂的使用也陆续发现一些毒性可疑及有害禁用的品种。另一类食品污染因素是食品的放射性污染。对这些污染因素的性质和作用的认知以及它们在食品中的含量水平的检测,制订有害化学物质在食品中的残留限量,使食品理化检验方法得到进一步发展。

食品理化检验是运用现代分析技术,以准确的结果来评价食品的品质,分析项目也由于对食品价值的侧重不同而有所差异。有的重点放在营养方面,有的重点放在毒害物质的检测上。因此食品理化检验的范围很广,主要包括下面一些内容:

(1) 营养成分分析

食品的营养素按照目前新的分类方法包括三大类:宏量营养素(如蛋白质、脂类、碳水化合物);微量营养素(如维生素,包括脂溶性维生素和水溶性维生素;矿物质,包括常量元素和微量元素);其他膳食成分(如膳食纤维、水及植物源食物中的非营养素类物质)。衡量食品品质的重要标准之一是食品必须含有适量的营养素,根据这些物质的含量,就可以用营养学和生物化学的知识来确定食品的主要营养价值。这些物质的分析是食品理化检验的主要内容。近年来,人们日益重视在食品中含量低而对营养价值有重要作用的微量成分,例如维生素及一些维持生命所必需的微量矿物质元素。此类物质的分析在食品理化检验中所占地位越来越重要。除此之外,氨基酸分析在食品理化检验中占有相当大的比重。食品中一般有20种氨基酸,其中8种是必需氨基酸。这些氨基酸是人类生命过程所不可缺少的。随着人们文化知识的普及和提高,人们对氨基酸在人类生命活动中的作用日益重视,从而导致对食物中氨基酸种类及其数量分析日渐增多,尤其对于一些新开发的食品资源,已成为必检项目。

(2) 毒害物质测定

提高食品的卫生质量标准,防止有毒有害物质对食品的污染,是关系到国计民生的大事。世界各国及联合国食品及农业组织和世界卫生组织(FAO/WHO)对此问题高度重视,相继制定很多法规。对食品中有毒有害物质的测定已成为日常对食品的物理、化学分析的重要内容之一。食品中毒害物质主要包括以下几种:①农药污染。这类毒害物质通过食物链作用,最后富集到人体组织中,大部分贮存在脂肪中,如BHC、DDT等,毒性较强,严重损害人体健康。②重金属污染。这类污染主要来自于工业“三废”和食品的生产、包装和贮运过程,如汞、铅、锡、铜、砷等。③来源于包装材料的有毒有害物质。如聚氯乙烯及某些添加剂、印刷油墨中的多氯联苯、包装纸中的荧光增白剂等。④其他化学物质污染。如食品在熏烤等加工过程中产生的3,4-苯并芘、亚硝胺化合物等,这些物质具有较强的致癌作用。对于毒害物质开展物理和化学分析工作,有利于找出污染根源,便于找出有效的治理措施,防止食品污染,确保食品质量,保证人民身体健康。

(3) 食品的辅助材料及添加剂分析

食品添加剂种类繁多,按其来源不同可划分为天然食品添加剂和化学合成食品添加剂两大类。目前所使用的多为化学合成食品添加剂,其品种和质量规格及使用量由国家规定。食品添加剂是为改进食品的色、香、味或为防止食品变质,延长食品贮藏期而加入的。但若品种和数量使用不当,反而使食品质量变差甚至造成人体中毒。本世纪以来,随着食品工业和化工技术的发展,世界各国大量使用食品添加剂,因此对食品添加剂的分析和监督日益重要和必须。

食品理化检验方法主要有物理分析法、化学分析法、仪器分析法和食品感官鉴定等。①物理分析法,是食品理化检验中的重要组成部分。它是利用食品的某些物理特性,如比重法、折光法、旋光法等方法,来评定食品品质及其变化的一门科学。食品物理分析法具有操作简单,方便快捷,适用于生产现场等特点。②化学分析法,是以物质的化学反应为基础的分析方法。它是一种历史悠久的分析方法,在国家颁布的很多食品标准测定方法或推荐的方

法中,都采用化学分析法。有时为了保证仪器分析方法的准确度和精密度,往往用化学分析方法的测定结果进行对照。因此,化学分析法仍然是食品分析的最基本、最重要的分析方法。③仪器分析法,是目前发展较快的分析技术,它是以物质的物理、化学性质为基础的分析方法。它具有分析速度快、一次可测定多种组分、减少人为误差、自动化程度高等特点。目前已有多种专用的自动测定仪。如对蛋白质、脂肪、糖、纤维、水分等的测定有专用的红外自动测定仪;用于牛奶中脂肪、蛋白质、乳糖等多组分测定的全自动牛奶分析仪;氨基酸自动分析仪;用于金属元素测定的原子吸收分光光度计;用于农药残留量测定的气相色谱仪;用于多氯联苯测定的气相色谱—质谱联用仪;对黄曲霉毒素测定的薄层扫描仪;用于多种维生素测定的高效液相色谱仪等。④食品的感官评定,人们选择食品往往是从个人的喜爱出发,凭感官印象来决定取舍。研究不同人群对味觉、嗅觉、视觉、听觉和口感等感觉,对消费者和生产者都是极其重要的。因此,食品的色、香、味、形态特征是食品的重要技术指标,是不可忽视的鉴定项目。此外,在实际分析工作中,样品的预处理技术和方法,如样品溶液的制备技术、被测组分的分离纯化、干扰物质的消除方法以及分析方法的选择等,都与分析结果的准确度和精密度有关,这些技术都是研究方法的内容,都是不可忽略的重要问题。

食品理化检验的分析方法尽管多种多样,但其完整的分析过程一般分为:①确定分析项目、内容。②科学取样与样品存储。③选择合适的分析技术,建立适当的分析方法。④样品制备。⑤根据选择的分析方法,进行分析测定,取得分析数据。⑥分析数据与标准样比较,以校正分析结果。⑦经数学统计处理,从分析数据中提取有用信息。⑧将分析结果表达为分析工作者需要的形式。⑨对分析结果进行解释、研究和应用。从上述分析过程的流程可见,对于食品理化检验首先必须了解待分析样品的性质和分析的目的,明确分析需要取得的信息,以确定采用何种分析技术,制定相应的分析方法(上述①~③项)。然后通过分析,取得分析样品需要的原始分析信息(上述④~⑤项)。根据原始分析数据,提取有价值的信息,进行数学处理,提供分析结果以及对分析结果进行解释、研究和利用(上述⑥~⑨项)。

此外,随着食品污染认识的不断深入,食品质量控制技术也得到了不断的完善和进步,ISO 22000:2005是由ISO/TC34农产食品技术委员会制定的一套专用于食品链内的食品安全管理体系、食品的良好操作规范(Good Manufacture Practice, GMP)、卫生标准操作程序(Sanitation Standard Operation Procedure, SSOP)、食品危害分析和关键控制点(Hazard Analysis and Critical Control Point, HACCP),成为食品安全生产的有利控制手段。

1.3 食品理化检验方法的现状与进展

1.3.1 食品理化检验方法现状

食品安全要得到保障,必须要有质量监督。质量监督离不开标准,通过食品标准来衡量食品质量。食品质量是指食品的食用性能及特征符合有关标准的规定和满足消费者要求的程度。食品的食用性能是指食品的营养价值、感官性状、卫生安全性。食品质量的体现要通过由有关权威部门发布的食品质量要求或食品质量的主要指标检测确定,即食品质量标准。食品质量必须满足消费者在心理、生理和经济上的要求,主要包括卫生安全、营养保健、感官

享受、物美价廉等的需要，特别是安全与营养。要全面、正确评价食品质量必须获得食品中有害成分的种类和含量、营养成分的种类和含量、物理特性、感官指标。食品安全质量是食品质量的重要组成部分。食品安全是食品应具备的首要条件，其安全指标是构成食品质量的基础。食品安全的一项重要研究内容是如何采用最快捷、最经济、最准确的检验方法。就目前的发展趋势看食品安全检测方法首先要体现快速，因为食品在生产、储存、运输及销售等各个环节，都有可能受到污染，都需要控制安全质量。食品生产经营企业、质控人员、质检人员、进出口商检、政府管理部门都希望能够得到准确而又及时的监控结果。总之，准确、省时、省力和省成本的快速检验方法是多方面都迫切需要的。

什么样的方法算是快速呢？快速检验方法首先是能缩短检测时间，以及在样品制备、实验准备、操作过程简化和自动化上简化方法。可以从三个方面来体现：①实验准备简化，使用的试剂较少，容易得到，配好后的试剂保存期较长，能够制成稳定的混合试剂或辅基，如干燥纸片、试粉等是快速分析的较佳选择。②样品经简单前处理后即可测试，或采用先进快速的样品处理方式，如重金属检测中的微波消解、快速先进的滤膜或滤柱技术等。③简单、快速和准确的分析方法，能对处理好的样品在很短的时间内测试出结果，如硝酸盐试纸、酶联免疫试剂盒等。总之，当试剂采购备齐后，从试剂配制开始，包括样品处理时间在内，能够在几分钟或十几分钟内得到检验结果是最理想的，但这种方法目前还很少。作为理化检验，能够在2h内得出检验结果即可认为是较快的方法。随着高科技发展和研究的深入，大量快速和采用现代技术的检验方法不断出现，这些新的方法，一般都缩短了传统检验方法的时间，能够较快地得到检验结果，并且操作相对简单。

1.3.2 食品理化检验技术进展

食品安全事件全球范围的发生，使食品安全检验技术被各个国家所重视，很多检验方法被纳入各个国家的标准方法。随着近代科学技术的进步，尤其是电子技术、计算机技术和激光技术的应用，理化分析的理论和测试技术也有了飞跃的发展，应用机械、光学和电子技术的新物理分析方法也不断涌现，从而在理化分析范畴内形成了一个较完整的领域。同时由于分析技术正向智能化数字化方向发展，使理化分析的快速、灵敏、准确等特点更加明显，多种技术的结合与联用使仪器分析应用更加广泛。如基于微电子技术和计算机技术的应用实现分析仪器的自动化，通过计算机控制器和数字模型进行数据采集、运算、统计、分析、处理，提高分析仪器数据处理能力，数字图像处理系统实现分析仪器数字图像处理功能的发展；分析仪器的联用技术向测试速度超高速化、分析试样超微量化、分析仪器超小型化的方向发展。这些进展有力推动了理化分析的发展，使得食品理化分析正处在一个崭新的发展时代。这些新技术的特点是：①高通量分析，在单位时间内分析大量样品。②极端条件分析，实现单分子单细胞分析。③在线、实时、现场或原位分析。④联用技术，将两种以上分析技术联接，完成更复杂的分析任务。⑤阵列技术，阵列方法大幅度提高分析速度或样品处理量，将并行阵列技术与集成和芯片制作相结合。食品理化分析技术将向新的领域进发，主要有以下几个方面。

(1) 研究并建立一系列样品预处理技术平台

预处理技术平台以解决农产品、食品样品所特有的多杂质、多组分、多干扰条件下的多残留分析。在这方面发展最有前途的有：①超临界流体提取（SFE）。它是当前发展最快的分析技术之一，国外很多实验室已经用来作为液体和固体样品的前处理技术。②固相微萃取

技术 (SPME) 和固相萃取技术 (SPE)。这两项技术已被广泛应用于农药残留检测工作中, 它克服了一般柱层析的缺点, 具有高效、简便、快速、安全、重复性好和便于前处理自动化等特点。③基质固相分散萃取技术 (MSPDE)。这项技术由 Staren Barker 首次提出, 其优点是不需要进行组织匀浆、沉淀、离心、pH 调节和样品转移等步骤, 适用于农药的多残留分析。

(2) 研究并建立新的质谱联用技术

气相色谱 - 嗅闻 (Gas Chromatographic - Olfactory, GC - O) 技术是将气相色谱 (GC) 结合嗅闻仪 (Olfactory Port) 对样品中挥发性组分进行分析的一项技术, 是从复杂混合物中筛选出香味活性组分有效的方法。它的原理是一种基于色谱洗出液的感官评价方法, 即在 GC/MS 基础上在气相色谱柱末端安装分流, 使分离的挥发性物质进入嗅闻端, 将人的鼻子作为检测器, 通过描述香味特征, 记录香气物质强度、持续时间来辨别对总体香气的贡献。此技术中, 经过培训的闻香员类似于检测器, 直接对色谱分离的物质进行感官分析。此外, 全新的超高效液相色谱 - 质谱 (UPLC - MS) 联用技术的问世推动了色谱分离分析技术的发展, 也带来了食品科学的进步。超高效液相色谱 (UPLC) 与质谱 (MS) 分别基于物质在两相之间的分配差异和带电粒子质荷比的差异而达到分离。两者联用可组成正交二维分离分析系统。UPLC 是当前质谱检测器的最佳液相色谱入口, 除 UPLC 本身带来的速度、灵敏度和分离度的改善外, UPLC 超强的分离能力也有助于目标化合物和与之竞争电离的杂质更好的分离, 从而可以使质谱检测器的灵敏度因离子抑制现象的减弱或克服而得到进一步的提高。同传统的高效液相色谱和质谱联用 (HPLC - MS) 相比, UPLC - MS 系统显著提高了定量分析的重复性和可靠性以及定性分析的准确性。UPLC 与 MS 联用, 可以最大限度的发挥两者的优势, 具有卓越的分离性能和高通量的检测水平, 可以成为复杂体系分离分析以及化合物结构鉴定的良好平台, 为研究测试分析工作带来了便利, 因此也受到了食品安全分析检测工作者的重视, 开始应用于食品安全分析检测各个领域。

(3) 电感耦合等离子体 - 质谱法 (Inductively Coupled Plasma - Mass Spectrometry, ICP - MS)

该技术是将供试品以水溶液的气溶胶形式引入氧气流中, 然后进入由射频能量激发的处于大气压下的氧离子体中心区, 等离子体的高温使样品去溶剂化、气化、原子化和电离。部分等离子体经过压力区进入真空系统, 在真空系统内, 使所形成的正离子在电场作用下, 按其质荷比 m/e , 其相对丰度显示在质谱图上。自然界中的每种元素都存在一个或几个同位素, 每个特定同位素离子给出的信号与该元素在样品中的浓度呈线性关系。多数化合物能产生特征的质谱图, 可由此对物质进行鉴定和结构分析的方法。ICP - MS 具有多元素同时分析、检出限低、精密度高、干扰少、简便快捷等特点, 已广泛应用食品安全领域, 尤其是重金属元素 Sb、As、Cd、Pb 和 Cr 等及微量元素 Al、Ba、K、Fe 和 Mg 的测定。ICP - MS 作为一种灵敏度非常高的元素分析仪器, 可以同时测量溶液中含有在万亿分之几 (ppt) 至百万分之几 (ppm) 内的微量元素, 尤其是重金属元素。

(4) X 射线荧光光谱分析技术

该技术利用初级 X 射线光子或其他微观离子激发待测物质中的原子, 使之产生荧光 (次级 X 射线) 而进行物质成分分析和化学态研究的方法。当原子受到 X 射线光子 (原级 X 射线) 或其他微观粒子的激发使原子内层电子电离而出现空位, 原子内层电子重新配位, 较外层的电子跃迁到内层电子空位, 并同时放射出次级 X 射线光子, 此即 X 射线荧光。较

外层电子跃迁到内层电子空位所释放的能量等于两电子能级的能量差,因此,X射线荧光的波长对不同元素是特征的。按激发、色散和探测方法的不同,分为X射线光谱法(波长色散)和X射线能谱法(能量色散)。X射线荧光分析法用于物质成分分析,检出限一般可达 3^{-10} g/g~ 10^{-6} g/g,对许多元素可测到 10^{-9} g/g~ 10^{-7} g/g,用质子激发时,检出可达 10^{-12} g/g。该技术具有检出限小,可检测元素范围大、辐射少、背景低、信噪比高、强度测量的再现性好、便于进行无损分析、分析速度快、应用范围广(分析范围包括原子序数 $Z \geq 3$ 的所有元素)等特点。除用于物质成分分析外,还可用于原子的基本性质如氧化数、离子电荷、电负性和化学键等的研究。

(5) 核磁共振(Nuclear Magnetic Resonance, NMR)

核磁共振技术是基于原子核磁性的一种波谱技术,20世纪中期由荷兰物理学家 Goveter 最先发现,后由美国物理学家 Bloch 和 Purell 加以完成。NMR 技术最初只应用于物理科学领域,随着超导技术、计算机技术和脉冲傅立叶变换波谱仪的迅速发展,NMR 技术已成为当今鉴定有机化合物结构和研究化学动力学等的极为重要的方法,其功能及应用领域正在逐渐扩大。NMR 技术在食品科学领域中的研究应用始于20世纪70年代初期,它可在不侵入和破坏样品的前提下,对样品进行快速、实时、全方位和定量的测定分析,因此 NMR 技术在食品中的应用和发展也越来越广泛。食品组成成分的物理、化学状态及其三维结构决定了食品的多汁性、松脆度、质感稳定性等,通常无法用常规分析方法对其进行研究。而对大多数食品来说水分、油脂和碳水化合物等组分可以反映食品在组织结构、分子结合程度,以及在加工储藏过程中内部变化等方面的重要信息。NMR 技术可通过食品的组分来研究食品的物理、化学状态及其三维结构,食品的冷冻、干燥凝胶、再水化等过程。运用非破坏性的核磁共振波谱技术研究食品的物理、化学性质已成为食品研究的一种趋势。目前,NMR 技术在食品污染物的分析和农药残留、氨基酸的测定、食品中的 pH 及氧化还原反应以及乳制品中微生物的测定等方面的研究都开始迅速发展。但是,NMR 技术也存在仪器造价昂贵和讯号分析具有专门性与复杂性等缺点,且在实际应用中也还存在一些问题,有待于进一步深入研究,这些都限制了此种仪器在食品检验领域中的普及和新仪器的开发。因此,在今后的相关研究中,应该集中解决这些限制条件,进一步完善 NMR 技术,不断开发仪器新功能,并进一步降低成本,NMR 技术将在食品分析检测研究中得到更为广泛的应用。

(6) 生物传感器技术

生物传感器是一类以生物材料为敏感识别元件,将化学量转化为其他可测定的物理量(如电流、电压、光、热等)的装置,是现代生物技术与微电子学、化学等多学科交叉结合的产物。最早由英国学者 Clark 和 Lyons 在1962年提出,1967年,Updike 和 Hicks 成功地研制出葡萄糖酶传感器,到20世纪70年代不断有新的生物传感器被研制出来,如微生物传感器、免疫传感器、组织传感器和基因传感器等。生物传感器技术在检测农产品中激素、农药等残留时具有精确度和灵敏度高、特异性强、响应和检测迅速、操作简单、携带方便等优点。目前国内外已成功研制和开发了检测激素、抗生素、农药的多种生物传感器,有的已经普及。

(7) 建立良好的实验室规范和标准化操作规程

中国不仅在新技术应用方面同国外存在较大差距,而且尚没有被国际认可的 GLP 实验室和标准操作规程。在此领域国外发展很快,美国 FDA、EPA 率先制定并实行了安全性评价良好实验室规范(GLP),英、日、德和经济合作与发展组织(OECD)等国家和组织也