



LIANGYOU SHIPIN WEISHENG JIANYAN



# 粮油食品 卫生检验

顾炳刚 主编  
吕聪敏 副主编

中国商业出版社

图书在版编目(CIP)数据

粮油食品卫生检验/顾炳刚主编. —北京:中国商业出版社, 2008. 5

ISBN 978 - 7 - 5044 - 6071 - 4

I. 粮... II. 顾... III. ①粮食 - 食品卫生 - 食品检验 - 高等学校: 技术学校 - 教材 ②食用油 - 食品卫生 - 食品检验 - 高等学校: 技术学校 - 教材 IV. R155. 5

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 011615 号

责任编辑: 刘树林

中国商业出版社出版发行

(100053 北京广安门内报国寺1号)

新华书店总店北京发行所经销

中国石油报社印刷厂印刷

\*

787 × 960 毫米 16 开 16 印张 430 千字

2008 年 5 月第 1 版 2008 年 5 月第 1 次印刷

定价: 25.00 元

\* \* \* \*

(如有印装质量问题可更换)

## 编委会名单

主  
委

任：李 刚

员：(以姓氏笔画为序)

|     |     |     |     |
|-----|-----|-----|-----|
| 于 雷 | 方光罗 | 王兆明 | 王金台 |
| 陈国方 | 杜明汉 | 李 刚 | 李明泉 |
| 李显杰 | 张 峰 | 张大成 | 张友军 |
| 周锦成 | 胡有为 | 俞吉兴 | 钱建文 |
| 曹少华 |     |     |     |



## 编写说明

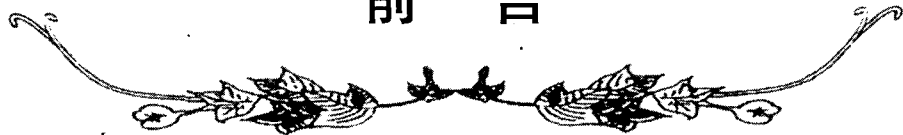
近年来,我国高等职业教育蓬勃发展,为现代化建设培养了大量高素质技能型专门人才,丰富了高等教育体系结构,形成了高等职业教育体系框架。高职教育作为高教发展中的一个类型,肩负着培养一线需要的高技能人才的使命。据此,我会于2004年根据高职院校的定位陆续组织编写了“财务会计”、“市场营销”、“旅游管理”、“电子商务”、“计算机应用”、“粮食工程”等六个专业部分主干课的教材,此后,我会又陆续组织编写了粮油储检等其他商科类各专业主干课教材以及前六个专业的第二批教材。

根据教育部[2006]16号文件(关于全面提高高等职业教育教学质量的若干意见)的精神,我会提出教材建设是课程建设与改革的重要内容,所编教材要充分体现高职教学的特点,参照相关的职业资格标准,改革课程体系与教学内容,建立突出职业能力培养的课程标准,积极与行业、企业合作,融“教、学、做”为一体,努力编出适用于工学结合的优秀教材。

我们殷切希望各院校在使用过程中不断提出宝贵意见,以使这批教材更臻完善,进一步适应高等职业教育人才培养的需要。



# 前言



《粮油食品卫生检验》是粮油储藏与检验专业的重要专业课之一。根据本专业教学计划安排和高职高专《粮油储藏与检验专业》教材编写会议精神,我们以学科教学大纲为依据,组织编写了这本教材,提供给粮油储检专业方向的广大师生和读者。

本书在内容组织方面首先力求与学生的实际情况和就业岗位群的需要相吻合,努力做到专业必需、够用,保证老师在教学过程中有一定的自选余地;其次力求贯彻新标准、新方法,书中采用的标准均系经多方收集并已经施行的最新标准,标准中引用的有关分析技术本书不再重复介绍。本书按教学计划和大纲的要求,采用理论知识和教学实验两大模块的总体结构。书中引用的计量单位为法定计量单位。与以往教材比较,在溶液的配比、稀释、浓度的表示形式等方面均作了统一规范。我们还选编了部分阅读材料和定性测定方法。

本书由顾炳刚担任主编、吕聪敏担任副主编。具体编写分工为:绪论、第一、三章及附录部分由安徽科技贸易学校顾炳刚老师执笔,第六、七章(四、五节)由黑龙江粮食商务科技学院毛秀云老师执笔,第四、七章(一、二、三节)由河北商务科技学校吕聪敏老师执笔,第二、五章由新疆工业经济学校樊丽华老师执笔。最后由顾炳刚老师负责总纂,由江南大学食品学院曹栋老师主审。

本书编写过程中得到了编者所在单位的大力支持,在此表示诚挚的谢意!由于时间仓促,水平有限,书中不妥之处在所难免,希望广大同仁和读者批评指正。

编者

2008年2月



# 目 录

|                           |        |
|---------------------------|--------|
| 绪 论 .....                 | ( 1 )  |
| 第一章 粮油食品卫生检验基础知识 .....    | ( 4 )  |
| 第一节 粮油中的毒害物质 .....        | ( 4 )  |
| 第二节 样品的采取与管理 .....        | ( 7 )  |
| 第三节 粮油食品卫生检验工作的统一要求 ..... | ( 9 )  |
| 思考与练习 .....               | ( 15 ) |
| 第二章 粮油样品的预处理技术 .....      | ( 16 ) |
| 第一节 提取 .....              | ( 16 ) |
| 第二节 净化 .....              | ( 24 ) |
| 第三节 浓缩 .....              | ( 31 ) |
| 思考与练习 .....               | ( 34 ) |
| 第三章 粮油熏蒸及残留的检验 .....      | ( 35 ) |
| 第一节 氯化苦 .....             | ( 35 ) |
| 第二节 磷化物 .....             | ( 39 ) |
| 第三节 马拉硫磷 .....            | ( 45 ) |
| 第四节 二硫化碳 .....            | ( 49 ) |
| 第五节 二溴乙烷 .....            | ( 53 ) |
| 第六节 氯化物 .....             | ( 56 ) |
| 思考与练习 .....               | ( 60 ) |
| 第四章 有害元素污染的检验 .....       | ( 62 ) |
| 第一节 总砷的测定 .....           | ( 62 ) |

|                                       |        |
|---------------------------------------|--------|
| 第二节 总汞的测定 .....                       | ( 74 ) |
| 第三节 镉的测定 .....                        | ( 87 ) |
| 第四节 氟的测定 .....                        | ( 98 ) |
| 思考与练习 .....                           | (107)  |
| <br>第五章 食品中农药的测定 .....                | (109)  |
| 第一节 食品中有机磷农药残留量的测定方法 .....            | (109)  |
| 第二节 食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定方法 .....         | (123)  |
| 第三节 拟除虫菊酯 .....                       | (134)  |
| 思考与练习 .....                           | (139)  |
| <br>第六章 其他毒害物质的检验 .....               | (141)  |
| 第一节 食品中 N - 亚硝基化合物的测定 .....           | (141)  |
| 第二节 游离棉酚 .....                        | (148)  |
| 第三节 食品中黄曲霉毒素 B <sub>1</sub> 的测定 ..... | (153)  |
| 第四节 苯并 [a] 芘 .....                    | (168)  |
| 第五节 浸出油中残留溶剂 .....                    | (177)  |
| 思考与练习 .....                           | (180)  |
| <br>第七章 食品添加剂的检验 .....                | (182)  |
| 第一节 防腐剂的检测 .....                      | (182)  |
| 第二节 发色剂的检测 .....                      | (187)  |
| 第三节 着色剂的检测 .....                      | (195)  |
| 第四节 抗氧化剂 .....                        | (207)  |
| 第五节 漂白剂 .....                         | (220)  |
| 思考与练习 .....                           | (225)  |
| <br>附 录 .....                         | (226)  |
| 主要参考文献 .....                          | (243)  |



# 绪 论

## 一、开展粮油食品卫生检验的意义

粮油食品是关系国计民生的重要战略物资，是人类赖以生存和发展的最基本的生活资料。离开粮食，人类就无法生存，社会就无法发展。

然而制约粮食生产的土地资源可变性较小，粮食的生长环境也不再是传统的自然环境，产量的提高主要依靠品种改良、化肥农药等人为措施，粮油保管储藏也大量使用多种有毒有害的化学药剂，粮油食品加工过程中也要使用多种添加剂改良品质。这些做法举措对粮食及以粮油为原料的食品的安全使用必然带来隐患。因此普及粮油食品卫生检验知识，加强粮油食品卫生检验方法、标准的研究就显得尤为迫切和重要。

中华人民共和国宪法第十一条明确规定：“国家保护环境和自然资源，防止污染和其他公害。”加强粮油食品卫生检验工作，对于宣传有关法律法规，增强消费者的健康意识是十分必要的；按照标准对粮油食品开展各项卫生指标的鉴定、检验，有利于判别粮油食品的卫生品质，正确引导安全健康的市场消费，确保人民健康，民族兴旺；经常开展卫生检验方法、试剂的研究，有利于检验技术和方法的不断完善，可以为修订标准提供和积累必要的资料；粮油食品卫生检验在进出口贸易中对于保护国家、民族利益，开展正常有益的国际贸易也是必不可少的。

## 二、粮油食品卫生检验工作者的任务

《粮油食品卫生检验》是以分析化学为基础，检测和评定粮油食品卫生品质的综合性应用技术课程。根据我国食品卫生法的规定：“食品是指各种供人食用或饮用的成品和原料……”因此，粮油食品卫生检验应该是食品卫生检验工作的一个重要组成部分，这项检验工作的对象是粮食、油料及其制品中所含有的污染物、有毒有害成分、致病微生物毒素及添加剂等。我国对粮油污染问题历来十分重视，如国家粮食卫生管理办法中指出，“粮食部门对征购入库以及省间调拨的粮食要坚持卫生质量标准”，“各地在安全保粮防治虫害的同时，要严格限制熏蒸药剂的使用，熏蒸后残留不得超过限量标准”等；“在调

运过程中要注意防止经过车体、装具、存放场所等环节带来的掺杂污染”等。

粮油卫生检验工作者的具体任务就是：通过化学或物理化学检测方法，对于处在购、销、调、存、加工和进出口等业务环节的原粮、油料及其制成品进行分析鉴定，提出书面报告，为被检粮油的正确使用或合理利用提供可靠的科学依据。卫生检验工作是法令性、责任性很强的工作，因此，应按照国家颁布的标准方法展开。对于污染超标粮油食品一定要严格控制，先处理，再利用。

开展粮油食品卫生检验工作，应结合本地区的实际情况和实验条件，有计划有重点地进行。在检验次序上，应先成品粮油，后原粮；先检验当地污染严重的项目，后检验一般粮油卫生项目。

### 三、粮油食品卫生检验工作的进展

我国粮油食品卫生检验工作开始于20世纪60年代后期，由于历史原因，直到1978年党的十一届三中全会以后，才逐步形成了卫生检测网络，各地相继建立了专业队伍，成立了检测机构，仪器设备的配置也发生了很大变化，保证了有关卫生检验项目的正常开展。

改革开放以来，我国在粮油食品卫生标准和法规建设方面也有长足的发展。相继发布实施了诸如《中华人民共和国食品卫生法》、《粮油食品卫生管理办法》、《食用植物油卫生管理办法》、《防止黄曲霉毒素污染食品卫生管理办法》等，保证了卫生检验工作者有章可循，有法可依。自1985年以来，国家还多次组织制订和修订粮油食品卫生标准，对一些新的药剂、材料、运具、包装物等进行规范。截止到2003年修订收入的标准就达二百多项。在原来1985年基础上增加了一倍多。

粮油食品卫生检验是针对粮油食品中毫克/千克级或微克/千克级的污染物或有害物质展开的。因此，分析方法必须具有很高的灵敏度和一定的准确度。

粮油食品卫生检验早期应用得较广的是比色分析法。比色分析法又分目视比色法、光电比色法和分光光度法三种。目视比色法是以日光或白炽灯光作光源比较颜色深浅定量的，仪器和技术都比较简单，误差较大，现已很少使用。光电比色法和分光光度法采用单色光作光源，经光电转换系统检测，消除了人的主观误差，准确性高，重现性好。特别是分光光度法，单色光波长偏差一般不超过5nm，从而使分析测定更灵敏，结果更可靠。

近几十年来，微量分析方法和技术发展极为迅速，从经典的纸色谱、柱色谱发展到了薄层色谱、气相色谱和高效液相色谱，并且与计算机联用进行结果处理，使得检测分析更加快速、准确。原子吸收分光光度法，荧光分析法等应用于检测有害元素和荧光性物质也十分方便，快捷有效。可以预见，粮油食品卫生检验必然会朝着用量少，检测快，结果准，自动化程度高的方向不断推出新的方法，解决新问题。

需要指出的是，国家粮食政策的调整、粮食市场的放开给全国各地的粮油食品卫生检验工作带来了一定程度的影响。我们认为，随着人们生活水平的提高，人们对健康认识的提高，粮油食品卫生检验工作一定会受到全社会的高度重视。

#### 四、《粮油食品卫生检验》课程学习要求

粮油食品卫生检验工作是平凡而又繁重的技术工作，我们不仅要熟练掌握各项卫生检测技术，还要熟悉国家有关法令法规及有关污染物的情况。

学习《粮油食品卫生检验》，应该在具备一般化学分析技能的基础上，进一步掌握好样品的前处理和食品分析的有关技术。对课程内容要做到深刻理解和熟练掌握，准确判断，理论联系实际，理论学习与实验操作同步提高；应具有对专业执着追求，对人民高度负责的精神，以娴熟的技能技术，保证能独立开展有关项目的检测鉴定。



# 第一章

## 粮油食品卫生检验基础知识

粮油食品卫生检验是以分析化学为基础，检测和评定粮油食品卫生品质的一门综合性应用技术学科。它不仅需要丰富的化学知识、分析理论和技术做基础，而且在实际工作中还必须掌握诸如：样品、毒物、规范操作等方面的相关知识。本章将就样品的采取与管理、粮油中的有毒有害物质、粮油食品卫生检验的统一要求展开叙述。

### 第一节 粮油中的毒害物质

#### 一、基本概念

##### (一) 毒物的定义

凡一种物质，仅微量侵入机体，在一定条件下，由于该物质的化学或生物化学性质而引起的机体代谢障碍、功能失调以至疾病或死亡，则这种物质被称为毒物。

由于毒物进入机体，产生毒性作用，使机体功能发生障碍引起疾病或死亡，称为中毒。毒物的概念不是绝对的，在一定条件下有些毒物的作用是可以转化的。比如：生物碱、砷、汞等一些化合物也可以作为药品应用。而某些普通物品（如维生素、食盐等）若使用不当，也会起到毒害作用。因此，毒物是有条件的、相对的概念，不是绝对的。其实，在日常生活中接触到的食物、药物和毒物，从本质上讲都不是绝对的。可因条件不同而相互转换。凡是能维持或继续正常代谢的物质就是食物；可以改善或恢复正常代谢的物质就是药物。毒物、药品和食物的主要区别就在于通常情况下作用于机体的反应和后果。

##### (二) 粮油中的毒物

粮食和食油从来就是人类赖以生存的主要食物，是维持正常生理代谢的必

需品。经验证明,正常的粮油是不含有毒物的,虽然个别品种可能含有某些似毒成分,如大豆中含 $0.09 \sim 0.14\text{mg/kg}$ 的砷,有的玉米含有约 $6\text{mg/kg}$ 的铜、锌等。而这不但没有达到致毒的程度,有时甚至是生理上所需要的。我们所说的粮油中的毒物,实际上是指那些混杂在原粮、成品粮、油料、油品中的非粮油籽实正常生态所含的有毒物质。

## 二、粮油中毒物的来源与分类

### (一) 粮油中毒物的来源

粮油食品中的毒物,绝大部分是由外界因素造成的,根据粮油及食品被污染的原因与途径,可概括为以下几个方面:

#### 1. 农业污染

即农业生产所用化肥农药给粮油食品造成的污染。这类污染主要是农药方面。所谓农药,就是指用来防治农作物、农副产品的病虫害、杂草和其他有害生物的药剂的总称。主要包括杀虫剂、除草剂和杀菌剂等。实践表明,合理施用农药是保证农业获得丰收的一项重要措施。但这些农药大部分本身就是毒物或含有毒成分,由于施用不当,便可通过作物吸收或直接接触造成污染。

#### 2. 储运污染

即在粮油储藏运输过程中因人为因素和外界环境造成的污染。为保证安全储运,经常使用熏蒸杀虫剂、防腐剂、毒鼠剂等,这些药剂对人畜均有不同程度的毒害,若使用不慎或处理不当(如熏蒸后毒气未散尽或残渣混入粮食中等),则发生直接污染。另外,储运场地、运粮工具、机械设备、包装容器等未经处理或清理不彻底,均可带入有害物质对粮油造成污染。

#### 3. 工业污染

即因工业生产、加工工艺等因素对粮油食品造成的污染。随着国民经济的发展,工业生产(特别是化学工业)中的“三废”(即废水、废气、废渣)以及城市中污水、垃圾、机动车辆的尾气和家庭燃料废气都严重影响农作物的生长环境,如农业用水、土壤和大气等,导致有害物质残留于农作物内或沉积于粮油作物表面等,造成对粮油的污染。

此外,在粮油加工工业中,浸出法制油所用的溶剂,粮油机械上所用的润滑油,粮油烘干过程中的烟道气,某些粮油工业上所用的工艺辅助剂,粮油籽实摊在柏油马路上曝晒等,也都能直接污染粮油。

#### 4. 微生物毒素污染

因微生物在适宜条件下,于粮油上繁衍生长产生的毒素污染。粮油在收获或储存期间,若气温较低,连绵阴雨,未及时脱粒、晒干,许多微生物就会趁虚而入,特别是籽粒饱满程度差的更容易受侵害。导致发热霉变,产生毒素。如黄曲霉毒素和黄天精及粮油自身分解出的毒素等。它们都会严重影响粮油食

品的卫生品质。

### 5. 其他污染

即由于各种偶然的差错或事故而引起的污染。如因操作不慎,误将非食用油桶当作食用油桶使用;超期变质食品投放市场;未经有关部门论证批准添加非常规添加剂;犯罪分子恶意投毒等。这些情况、事例尽管很少,但也应引起我们的高度警惕。

综上所述,粮油中毒害物质的出现大多是人为的,而不是自然的;是可控的,而并非难免的。只要我们高度重视,那么就完全可以防止有毒有害物质的污染,或将其含量控制在国家标准规定值以下。

### (二) 粮油中毒物的分类

从上述有毒物质来源分析可知,粮油中的毒害物质污染来源较广,一般没有必然的规律性。为了研究和叙述方便,通常按来源分类如下:

#### 1. 农药类

如有机氯、有机磷、氨基甲酸酯、溴氰菊酯、除虫菊酯等农业生产中应用的除虫消毒剂。

#### 2. 熏蒸剂类

如氯化苦、磷化铝、二硫化碳、二溴乙烷、溴甲烷、氰化物、马拉硫磷等粮仓常见熏蒸杀虫剂。

#### 3. 工业毒物类

如工业“三废”中的铅、镉、铬、汞等重金属元素、石油化工废水中的酚、醛、砷、苯及烘干工艺和浸出工艺中存在的芳香类污染物等。

#### 4. 生物毒素类

如麦角毒素、赤霉菌毒素、黄曲霉毒素、杂曲霉毒素及固有毒素,如棉酚等。

#### 5. 添加剂类

如粮油食品中的防腐剂、抗氧化剂、漂白剂、发色着色剂等。

## 三、关于毒物的量

### (一) 中毒量

侵入人体的毒物必须达到一定量才能引起中毒。这种能使机体发生代谢障碍的最小剂量称为中毒量。中毒作用是由多种因素相互作用影响而产生的。这些因素包括摄入量、入侵途径、个体差异、体质状态、性别、年龄、体重、敏感性、耐药性和药物拮抗性等。一方面,毒物的浓度及接触时间的长短直接关系到毒物作用的强度和对人体的危害大小。另一方面,每个人的高级神经活动能力不同,而且差异较大。综合上述分析,“量”显然不是其中的惟一因素,但却是非常重要的因素。必须强调指出,有些毒害物质具有积累性,一次机体

吸收后达不到中毒量，但有可能因以后某次吸收积累到一定量而出现中毒症状。

### （二）致死量

毒物能使机体中毒而达到死亡的最低量，称致死量。在一般毒理研究中，常用动物试验所测得的半数致死量——LD<sub>50</sub> 值表示毒物毒性的大小。LD<sub>50</sub> 值的含义是引起试验动物 50% 死亡的剂量，亦称致死中量。LD<sub>50</sub> 愈小，表明毒性愈高；反之，毒性愈低。

任何毒物的中毒量和致死量都不是绝对值，它只表明达到该剂量后，造成中毒或致死可能性的程度。实际上，造成真正危害的量可能小于或大于规定量，这要看如上所述各种影响因素共同作用的结果和具体情况而定。各种文献中所刊载的中毒量和致死量是根据已发生过的实例和实验资料综合推算出来的数值，应看做是有实际评价意义的依据。

### （三）允许量

允许量是根据动物毒理试验，结合可能摄入量等因素计算出来的相对安全量。它是按照每一种毒物试验后证实是安全的最大量，乘以一定安全系数后用法定的形式规定的允许含有界限。

根据世界卫生组织公布的资料显示，毒物的允许量分为以下两项：

#### 1. 人体每日允许摄入量。

即日许量。其含义是：人体每千克体重终生每日摄取这种物质，对健康没有任何已知的急性、慢性毒害作用等不良影响的最多允许剂量。常用毫克/千克·日表示，亦即 mg/kg·d（代号为 ADI）。

#### 2. 食品（粮油）中允许残留量。

这种表示形式是指每千克粮油食品中的最多允许残留有毒物质的质量。用毫克/千克表示，亦即 mg/kg。它的意义在于超过这一指标即有可能发生中毒。我国食品卫生法规就是采用这一指标来区分食品是否符合卫生标准的。现行粮油中毒害物质的允许量可参阅书后附录的国家标准。

## 第二节 样品的采取与管理

采样是卫生检验工作的首要环节，一般常认为这项工作简单易行而没有给予足够的重视，然而事实上往往只凭几十克、几克，甚至几微克的小样的分析结果去说明数以万公斤计的粮油卫生品质。因此原始样品的采取是整个卫生检验项目十分重要的环节之一。若不能按既定的目的、要求正确采样，那么即使以后各项分析操作做得非常严格，也毫无实际意义。

### 一、采样的目的要求

从一批粮油食品中按照要求扦取极小一部分实物供作检验使用,以说明原批量粮油品质的情况,这一过程称作采样。这极小一部分实物即为样品。样品的采取,应根据检验工作的目的而有所要求。一般的粮油卫生食品检验,都是以预防性卫生监督为目的的常规检验。因此对处于购、销、调、存、加工等各个环节的粮油食品应分别采样。具体做法是:

1. 为加强对粮油、食品加工厂、仓库、销售网点的监督,必要时可定期或临时采样。
2. 检查原粮、成品粮、食品原料与成品是否符合卫生指标可及时采样。
3. 检查粮油食品添加剂(含进出口粮油食品)是否符合我国食品卫生质量标准可及时采样。
4. 检查粮油食品有无被细菌、真菌毒素或害虫污染可及时采样。
5. 检查粮油食品储存、运输、销售环境条件是否影响粮油食品的卫生品质可及时采样。

采样工作要注重代表性,反映客观性,保持经常性,以达到把关的目的。

采样设点要求分布均匀合理,以使各部分被检出几乎均等,在每个点上应不加挑选地扦取普通品为样品。对明显变质的部分,应单独采样,另行处理。

采样数量应能反映该粮油食品的卫生质量和满足检验项目对试样量的需要,一式三份供检验、复验和备查或仲裁用。每一份不少于0.5千克。

### 二、采样的用具和容器

为了保证卫生检验工作高质量顺利进行,其采样用具和盛样容器应符合下列要求:

1. 采样用具要洁净、干燥和牢固,不含任何污染物和可溶于样品中的任何化学物质。
2. 盛样容器要能防潮,密闭,便于包装和携带容积适宜。常用硬质玻璃瓶或聚乙烯制品。一般固体物质,用扦样器按规定扦取部分样品混匀后,置于广口瓶或铁质罐内;液体物质,必须充分混匀后,用虹吸管或玻璃管分层取样,装入棕色瓶中。容器不得含有待测物质及干扰物质。
3. 气体样品,常用各种气体吸收管或气体采样器,在现场直接取样。
4. 所采样品,若需做微生物检验,则采样用具和样品盛放容器,应经高温灭菌处理后方可使用。

### 三、扦样与分样方法

以常规卫生检验为目的扦样及分层设点方法,采样数量和平均样品(分样)的制备方法,在未做出专门规定前,一般沿用粮食、薯类、油料和油品检验操作规程中的有关规定。

#### 四、样品的管理

##### (一) 送验与受验

供卫生检验用样品要专人负责及时送验,以免发生变化。若需中途转送时,应将详情交代清楚。

另外,样品包装标签要完好无损,特别要防止外界污染和样品间相互混淆感染。卫生检验样品,一经送到接收后,应立即着手进行检验,不宜拖延。感官已明显变质的样品可不必再进行理化检验,直接判为不合格。

##### (二) 保管与废弃

一时不能检验的样品或检后剩余备检样品,都要放置在冰箱或低温处妥善保存。专供卫生检验的样品,在常温下保存备查样,一般应酌情保留一个月以备复验和追查责任。凡保留样品一定要包装完好,密封贴签编号,专门登记,保存在适当地方。易变质食品样品不予保留。

对失去保留意义的样品,应及时处理,以免交差污染造成混乱。处理时要妥善慎重,不能随意直意供人、畜食用。一般应集中销毁或供非食品工业用。

#### 五、采样记录与手续制度

##### (一) 采样记录

卫生检验采样,要及时做出采样情况记录。送验样品应在送样单上注明:样品存放处所;需检验和怀疑被污染的因由。具体有:品名;代表被采样物质的总数量;来源(或地点),储存场地及包装形态;采样点编号;送验原因、目的;要求检验项目;送样单位,采送样者,采样时间等。

凡卫生检验样品,其包装外应加贴封签。

##### (二) 手续制度

准备进行卫生检验的样品,往往事关重大,涉及面广,必须严肃对待,在采样、送检、检验三方面都要建立一定的手续制度。采样时要填写采样单,交付采样收据;送验时要填写送验单(一式两份),由收验人员签收。对于记录不完全或不符合卫生检验的样品,收验人员可说明理由,要求补充重采或拒收。

凡被接收检验的样品必须签收登记,编号保存。

### 第三节 粮油食品卫生检验工作的统一要求

粮油食品卫生检验工作一般步骤分为样品采集、样品预处理、根据标准方法进行测定、数据处理和结果表示等方面。为了保证检验结果有良好的准确性,实验操作应该按照统一的基本的要求进行。

### 一、对检验方法的要求

粮油食品卫生标准中规定的各项指标,限量其微,检测要求精确,用不同检测方法得到的结果会有很大出入。在具体贯彻执行标准限量时往往涉及多方面的利害关系。甚至造成经济或责任上的争议。因此,选择公认的理论成熟的检测方法就显得尤为重要。一般地讲,公认检测方法即标准检测方法,它应具有理论成熟,操作简捷,结果准确,易行通用的特点。国家标准规定:同一检测项目如有两个或两个以上检测方法时,各地可根据不同的条件,选择使用,但以第一法为仲裁法。

标准方法中根据适用范围设几个并列方法时,要依据适用范围选择适宜的方法。在 GB/T5009.20 (测有机磷)、GB/T5009.26 (测 N-亚硝酸胺)、GB/T5009.34 (测亚硫酸盐) 中由于方法的适用范围不同,第一法与其他方法属并列关系(不是仲裁方法)。此外,未指明第一法的标准方法与其他方法也属并列关系。

### 二、对计量的要求

粮油食品卫生检验工作中所使用的度量衡,应根据国家标准计量要求,统一采用国际单位制基本单位及辅助单位、国家选定的非国际单位制单位以及由国际单位制导出的度量衡单位。

检验方法中所使用的砝码、滴定管、移液管、容量瓶等均应按国家计量局的规定校正后再使用,刻度吸管如需分刻度使用,则除进行全量校正外,还应分刻度校正。实验时的条件必须与校正时规定的条件相同。

#### (一) 称量精度的要求

1. 凡操作方法中指出需“精密称取”或“准确称取”时,则需用万分之一感量以上的分析天平称量;标定或配制任何标准溶液用的基准物质应称量至四位有效数字。

2. 方法中未加“精密称取”或“准确称取”字样的称量,不论试剂与样品,都以有效数字的表达方式为准。如“称取 10.0g”即表示要用感量为十分之一克的的天平,保持称量精度至小数点后一位;又如“称取 3.400g”即表示要用感量为千分之一克的的天平,保持称量精度至小数点后三位。

3. 没有精度标志的称量,一般在 1g 以下时用千分之一天平,1~10g,用百分之一天平,10g 以上可用托盘天平。

#### (二) 量取溶液的要求

1. 凡注明精密(准确)吸收或精密(准确)量取时,要用移液管吸取,或用滴定管量取,或用刻度吸管吸取。

2. 实验操作中所讲的“滴”是指每滴为 0.05ml 的标准“滴”。即在 20℃ 时蒸馏水由标准滴管流下的“滴”,20“滴”为 1ml。