

杨祖英 主 编 ●
汪国权 常凤启 副主编 ●

食品安全

SHIPIN ANQUAN
JIANYAN SHOUC

检验手册



化学工业出版社

本书是根据《中华人民共和国食品卫生法》、《中华人民共和国产品质量法》、《中华人民共和国进出口商品检验法》、《中华人民共和国标准化法》、《中华人民共和国计量法》、《中华人民共和国认证认可条例》、《中华人民共和国食品安全法》等法律法规，结合我国食品检验工作的实际情况，参照国际食品检验标准，编写而成的。本书可作为食品检验人员、食品生产企业的技术人员、食品检验机构的管理人员、食品检验专业的学生和食品检验专业的教师的教学参考书。

杨祖英 主编
汪国权 常凤启 副主编

食品安全

SHIPIN ANQUAN
JIANYAN SHOUC

检验手册



化学工业出版社

北京·

元 00.88 : 价 宝

2008年1月第1版

本书是一本全面、系统介绍食品安全检验的各种仪器分析方法的手册,全书从基本原理、实验方法、具体应用以及仪器结构、仪器维护和故障排除都作了较详尽的阐述。

全书除了介绍高效液相色谱法、气相色谱法等常见分析方法外,还收集了近年来发展迅速的液相色谱-质谱(LC-MS/MS)分析技术和转基因食品的检测方法。全书介绍的测定项目包括220项,内容丰富、全面。本书可供卫生监督、检疫部门和食品、药品企业的技术人员使用,也可作为食品、卫生相关专业的大专院校师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

食品安全检验手册/杨祖英主编. —北京:化学工业出版社, 2008.12

ISBN 978-7-122-03739-8

I. 食… II. 杨… III. 食品检验-手册 IV. TS207.3-62

中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第147993号

责任编辑:仇志刚

文字编辑:徐雪华

责任校对:李林

装帧设计:韩飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:北京永鑫印刷有限责任公司

装订:三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张32¼ 字数860千字 2009年1月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:89.00元

版权所有 违者必究

京化广临字2008—61号

前言

《食品检验》一书是2001年出版的。由于这本书全面介绍了当代食品检验的各种方法,取材新颖,内容丰富,所以从一出版就受到读者的普遍欢迎和肯定,同时也被众多的技术培训班选作教材。

随着我国经济持续高速发展,人们对食品的安全问题也越来越关注。另一方面,我国作为WTO的成员国,与世界各国间的贸易往来日益增加,食品安全已变得没有国界。世界某一地区的食品安全问题很可能会波及全球,从而对我国食品安全带来巨大影响。

食品检验是食品安全的技术保障。由于考虑本书的内容与食品安全检验有关,所以将本书改名为《食品安全检验手册》,《食品安全检验手册》与《食品检验》相比,增加“液相色谱-质谱(LC-MS/MS)分析技术”和“转基因食品的检测”两章。由于考虑“微机极谱法”目前在食品检验中使用很少,所以删去这一章。

全书共分八章,第一章高效液相色谱法;第二章液相色谱-质谱(LC-MS/MS)分析技术;第三章转基因食品的检测;第四章气相色谱法;第五章原子吸收分光光度法;第六章气态氢化物发生-原子荧光光谱法;第七章高效毛细管电泳;第八章紫外-可见分光光度法。

本书介绍了食品添加剂、农药残留、兽药残留、霉菌毒素、营养强化剂、保健食品功能成分、食品包装材料、食品中金属元素共225个测定项目,这些测定项目与食品安全都有密切关系。参加本书编写的作者都是长期从事食品检验多年的专家,具体分工如下:

杨祖英教授负责本书的组织、统稿、定稿。

第一章 杨祖英 周琛 张晓华 石雯 宋德华 李蔚 陈金东 宋书锋

第二章 卢大胜 汪国权 金玉娥

第三章 郑志明 王蕾 侯晓林

第四章 常凤启 杨大进 冯静 赵扬 宋瑞霞

第五章 刘毅刚 王永芳 李婷婷

第六章 韩宏伟 周雪飞 刘艳君

第七章 马永建 李永刚

第八章 马永建 李永刚 王淑杰

由于作者水平有限,本书遗漏和不足之处在所难免,恳请读者批评指正。

杨祖英

2008年5月

目 录

第一章 高效液相色谱法	1
第一节 高效液相色谱分析原理	1
一、高效液相色谱分析的流程	1
二、高效液相色谱的分离过程	1
第二节 高效液相色谱仪	2
一、高效液相色谱仪的输液系统	2
二、高效液相色谱仪的分离系统	3
（一）进样器	3
（二）色谱柱	3
（三）流动相	5
三、高效液相色谱仪的检测系统	5
（一）检测器	5
（二）数据处理器	7
第三节 高效液相色谱的类型	8
一、吸附色谱	8
二、分配色谱	8
三、离子交换色谱	8
四、凝胶色谱	8
（一）凝胶渗透色谱	9
（二）凝胶过滤色谱	9
第四节 高效液相色谱的有关参数	10
一、保留值	10
二、分辨率 R	11
三、柱塔板数 N	12
第五节 定性定量分析	13
一、定性分析	13
二、定量分析	15
第六节 仪器的维护	16
一、泵故障的预防及解决的方法	16
（一）泵故障的预防	16
（二）泵故障和解决的办法	16
二、进样器的故障和解决办法	17
三、柱故障和解决办法	18
（一）柱的预防性保养	18
（二）柱故障与解决的办法	18
四、检测器故障和解决方法	19
第七节 离子色谱法	20

一、概况	20
二、高效离子(交换)色谱法	21
(一) 阴离子交换色谱法	21
(二) 阳离子交换色谱法	22
三、高效离子排斥色谱法	23
(一) 高效离子排斥色谱法的分离机理	23
(二) HPICE 中的抑制反应	23
四、流动相离子色谱法	23
(一) MPIC 的分离机理	24
(二) MPIC 中的抑制反应	24
五、离子色谱法的检测方式	24
(一) 紫外-可见光度检测法(包括二极管阵列检测法)	25
(二) 荧光检测法	25
(三) 安培检测法	25
(四) 其他检测方法	26
六、离子色谱法的样品前处理	26
第八节 高效液相色谱法在食品分析检测上的应用	26
一、食品添加剂的检测	26
(一) 食品中苯甲酸、山梨酸、糖精钠的测定	26
(二) 食品中对羟基苯甲酸甲酯、丙酯的测定	27
(三) 食品中脱氢乙酸的测定	29
(四) 单柱双检测器同时测定食品中甜蜜素、苯甲酸、山梨酸	29
(五) 食品中乙酰磺胺酸钾、山梨酸、苯甲酸、糖精钠的测定	30
(六) 饮料中乙酰磺胺酸钾、糖精钠、咖啡因的测定	32
(七) 食品中合成着色剂的测定	33
(八) 食品中 β -胡萝卜素的测定	35
(九) 食品中栀子黄的测定	37
(十) 食品中抗氧化剂的测定	38
(十一) 植物油中叔丁基对苯二酚的测定	39
(十二) 食品中乳酸的测定	40
(十三) 食品中柠檬酸及其盐类的测定	41
(十四) 饮料中咖啡因的测定	41
(十五) 四种人工合成甜味剂(糖精钠、甜蜜素、安赛蜜、甜味素)和柠檬酸的 测定	42
(十六) 味精中 5'-肌苷酸二钠和 5'-鸟苷酸二钠的测定	43
(十七) 酵母中海藻糖的测定	44
(十八) F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 的同时测定	45
(十九) 消毒副产物 ClO_2^- 、 ClO_3^- 和 BrO_3^- 的同时测定	46
二、营养强化剂的测定	47
(一) 食品中牛磺酸的测定	47
(二) 食品中维生素 A、维生素 D、维生素 E 和维生素 K 的同时测定	49
(三) 奶制品中维生素 A 和维生素 E 的测定	50
(四) 维生素 B 族的测定	52

501	(五) 食品中抗坏血酸的含量的测定	54
502	(六) 食品中维生素 D 的测定	56
503	(七) 食品中叶酸的测定	56
504	(八) 高效液相色谱法测定复合维生素胶囊中叶酸含量	58
505	(九) 食品中烟酸的测定	59
506	(十) 食品中烟酰胺的测定	60
507	(十一) 食品中泛酸的测定	61
508	(十二) 食品中氨基酸的测定 (ACCQ·Tag 法)	61
511	三、保健食品中功能成分的检测	65
512	(一) 保健食品中芦荟苷的测定	65
513	(二) 保健食品中 DHEA 的测定	65
514	(三) 保健食品中异秦皮定的测定	66
515	(四) HPLC 法同时测定保健品中腺苷和虫草素含量	67
516	(五) 高效液相同时测定保健食品中两种结构形式洛伐他汀的含量	69
517	(六) HPLC 法测定保健品中红景天苷	70
518	(七) 绿茶中儿茶素的测定	71
519	(八) 水果蔬菜中酚酸的测定	72
520	(九) HPLC 测定盐酸氨基葡萄糖	74
521	(十) HPLC 测定保健食品中五味子甲素、乙素、醇甲的含量	75
522	(十一) 番茄碱的高效液相色谱分析	76
523	(十二) 保健食品中免疫球蛋白 IgG 的测定	78
524	(十三) 高效液相色谱法测定蜂胶中的黄酮成分	80
525	(十四) 高效液相色谱法测定食品中大豆异黄酮含量	80
526	(十五) 保健食品中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的测定	83
527	(十六) 10-羟基- α -癸烯酸的测定	85
528	(十七) 浆果中花青素的测定	86
529	(十八) 保健食品中吡啶甲酸铬的测定	87
530	(十九) 保健食品中肉碱的测定	88
531	(二十) 保健食品中人参皂苷的测定	89
532	(二十一) 保健食品中核苷酸的测定	90
533	(二十二) 保健食品中羟脯氨酸的测定	91
534	(二十三) 保健食品中金雀异黄酮的测定	92
535	(二十四) 保健品中槲皮素、山奈素、异鼠李素的测定	94
541	四、农药残留量的测定	94
542	(一) 粮、油、菜中西维因的测定	94
543	(二) 水果中单甲脒的测定	95
544	(三) 大豆及谷物中氟磺胺草醚的测定	97
545	(四) 乳品中涕灭威的测定	99
546	(五) 乳品中速灭威的测定	100
547	(六) 乳品中异丙威的测定	100
548	(七) 乳品中呋喃丹威的测定	101
551	五、兽药残留量的测定	101
552	(一) 畜禽肉中土霉素、四环素、金霉素的测定	101

102	(二) 畜禽肉中氯霉素残留量的测定	102
103	(三) 畜禽肌肉中喹乙醇的测定	103
105	(四) 鸡肉中二氯二甲吡啶酚的测定	105
107	(五) 动物组织中己烯雌酚、呋喃唑酮、磺胺类药物残留测定	107
108	(六) 畜禽肉中磺胺类药物残留的检验方法	108
110	(七) 阿维菌素类药物的测定	110
112	(八) 鸡肉、水产品中四种硝基呋喃类药物的测定	112
114	(九) 动物组织中喹诺酮类药物 SPE-HPLC-FLD 检测方法	114
117	(十) 动物组织中莱克多巴胺的测定	117
118	(十一) 高效液相测定虾青素的含量	118
120	六、食品中禁止使用物质的检测	120
120	(一) 畜禽肉中地西洋的测定	120
121	(二) 动物性食品中克伦特罗残留量的测定	121
122	(三) 食品中苏丹红染料的测定	122
125	(四) 禽蛋及其制品中苏丹红的测定	125
126	(五) 同时测定食品中金橙 II 和苏丹 I、II、III、IV	126
128	(六) 食品中激素的测定	128
129	(七) 畜禽肉中己烯雌酚的测定	129
130	(八) 畜禽肉和水产品中呋喃唑酮的测定	130
132	(九) 水产品中的孔雀石绿的测定	132
134	(十) 动物性食品中恩诺沙星和环丙沙星残留的测定	134
135	(十一) 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法	135
138	(十二) 食品中三聚氰胺残留的测定	138
139	(十三) 原料乳中三聚氰胺快速检测	139
141	七、霉菌毒素的测定	141
141	(一) 果茶中展青霉素的测定	141
143	(二) 烟曲霉震颤素 B 的测定	143
144	第二章 液相色谱-质谱 (LC-MS/MS) 分析技术	144
144	第一节 液质接口的历史发展与现状	144
145	一、传送带接口技术 (MBI)	145
145	二、直接液体导入接口 (DLI)	145
146	三、流动 FAB 接口 (F-FAB)	146
147	四、粒子束接口 (PBI)	147
147	五、热喷雾 (TSP)	147
148	六、大气压电离 (API)	148
149	(一) 电喷雾电离技术 (ESI)	149
150	(二) 化学电离技术 (APCI)	150
152	(三) 紫外电离技术 (UI)	152
152	第二节 大气压电离源的操作优化	152
152	一、ESI 源	152
152	(一) 电喷雾稳定性喷雾条件	152
153	(二) 分析物的特征与选择性	153
156	(三) 流动相的选择	156

818	···(四) 取样锥孔、传输毛细管和干燥气流·····	157
818	···(五) 源内碰撞诱导解离 (CID) 技术·····	157
818	···(六) 工作曲线与动态范围·····	157
818	二、APCI 源·····	159
818	第三节 质谱仪质量分析器·····	159
818	一、四极杆质谱分析器·····	159
818	···(一) 基本原理与马绍方程·····	160
818	···(二) 分辨率与灵敏度·····	161
818	二、离子阱质谱分析器·····	162
818	···(一) 共振激发·····	163
818	···(二) 离子阱的分析过程·····	164
818	···(三) MS ⁿ 分析·····	166
818	三、飞行时间质谱分析器·····	166
818	四、串联质谱分析器·····	168
818	第四节 液质联用分析的定性定量技术·····	170
818	一、定性分析·····	170
818	···(一) 保留时间·····	170
818	···(二) 同位素丰度比和氮规则·····	170
818	···(三) (准) 分子离子峰·····	170
818	···(四) 特征裂解·····	171
818	···(五) 精确质量测定法·····	173
818	二、定量分析方法·····	174
818	···(一) 外标法·····	174
818	···(二) 同位素稀释法·····	174
818	···(三) 典型控制软件·····	174
818	第五节 在食品检测分析中的应用·····	175
818	一、天然产物分析·····	175
818	二、天然毒素分析·····	175
818	三、有机危害物控制·····	179
818	···(一) 欧盟控制法规·····	179
818	···(二) 食品中违法添加物分析·····	181
818	第六节 突发公共卫生食品中毒快速分析·····	201
818	一、瘦肉精中毒的检测·····	201
818	二、河豚鱼中毒的检测·····	201
818	三、原料乳及乳制品中三聚氰胺的检测·····	204
818	第三章 转基因食品的检测·····	208
818	第一节 转基因食品发展概述·····	208
818	一、转基因食品的安全问题·····	208
818	二、正确认识转基因食品的安全性问题·····	210
818	第二节 转基因食品的检测技术·····	210
818	一、基于蛋白质水平的检测技术·····	211
818	···(一) 酶联免疫吸附法·····	211
818	···(二) 试纸法·····	211

721	(三) 蛋白质印迹法	212
721	(四) PCR-ELISA 法	212
724	二、基于核酸水平的检测	212
821	(一) PCR 技术	212
921	(二) 转基因食品核酸水平检测技术的基础	217
921	(三) DNA 提取方法	219
1021	(四) 提取核酸 DNA 浓度纯度的测定	221
1121	(五) 定性 PCR 检测方法举例	222
221	三、定量 PCR	223
221	(一) 定量竞争 PCR 法	223
421	(二) 实时荧光定量 PCR	224
601	四、转基因食品检测技术的发展趋势	227
61	第三节 PCR 技术在测定转基因食品中的应用	228
801	一、方法要点	228
101	二、材料	228
101	第四章 气相色谱法	230
101	第一节 气相色谱分析法原理	230
101	一、色谱中有关术语	230
101	二、塔板理论	231
131	三、速率理论	233
81	第二节 气相色谱仪	236
41	一、气体	236
171	二、填充色谱柱	237
13	第三节 检测器	240
171	一、检测器的性能指标	240
271	二、氢火焰离子化检测器	243
271	三、电子捕获检测器	245
271	四、火焰光度检测器	247
971	五、氮磷检测器	248
95	第四节 色谱分离操作条件的选择	249
181	一、柱温	249
108	二、必要的分析时间 t_{ne}	249
108	三、汽化室温度	249
108	四、进样量	249
108	五、柱径的选择	250
808	六、柱长	250
40	第五节 定性及定量分析方法	250
608	一、定性分析	250
118	二、定量分析法	251
11	第六节 毛细管柱气相色谱法	254
118	一、毛细管柱气相色谱简介	254
118	二、毛细管柱的选择原则	254
118	三、毛细管柱的进样技术	257

四、保留时间问题	258
五、毛细管柱的维护与保养	260
六、定性与定量	261
第七节 气相色谱法在食品分析中的应用	262
一、食品中农药残留及环境污染物的测定	262
(一) 食品中六六六、滴滴涕的测定	262
(二) 食品中辛硫磷残留量的测定	264
(三) 粮食中对硫磷残留量的测定	265
(四) 稻谷中杀螟硫磷残留量的测定	266
(五) 食品中甲基嘧啶硫磷残留量的测定	266
(六) 稻米中敌百虫残留量的测定	267
(七) 食品中甲胺磷和乙酰甲胺磷残留量的测定	268
(八) 食品中地亚农残留量的测定	269
(九) 食品中马拉硫磷残留量的测定	270
(十) 大米中吡氟氯禾灵的残留量测定	271
(十一) 植物性食品中恶草酮残留量的测定	273
(十二) 稻米中久效磷残留量的测定	273
(十三) 食品中倍硫磷残留量的测定	274
(十四) 食品中甲基异柳磷残留量的测定	275
(十五) 水果中杀扑磷残留量的测定	276
(十六) 稻米中稻丰散残留量的测定	277
(十七) 食品中喹硫磷残留量的测定	279
(十八) 食品中伏杀磷残留量的测定	280
(十九) 柑橘中水胺硫磷残留量的测定	281
(二十) 食品中亚胺硫磷残留量的测定	282
(二十一) 水果、蔬菜、谷类中有机磷农药多残留量的测定	283
(二十二) 食品中氟氯菊酯残留量的测定	284
(二十三) 食品中氯氟氰菊酯残留量的测定	286
(二十四) 食品中氯氰菊酯残留量的测定	287
(二十五) 食品中溴氰菊酯残留量的测定	288
(二十六) 食品中氰戊菊酯残留量的测定	290
(二十七) 食品中甲氰菊酯残留量的测定	291
(二十八) 食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定	292
(二十九) 食品中拟除虫菊酯农药多残留量的测定	293
(三十) 食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留量的测定	295
(三十一) 食品中氨基甲酸酯类农药多残留量的测定	296
(三十二) 食品中百菌清残留量的测定	298
(三十三) 大米中杀虫环残留量的测定	299
(三十四) 大米中杀虫双残留量的测定	300
(三十五) 稻谷中三环唑残留量的测定	301
(三十六) 食品中粉锈宁残留量的测定	302
(三十七) 食品中阿特拉津残留量的测定	304
(三十八) 粮食中绿麦隆残留量的测定	306

325	(三十九) 大米中禾大壮残留量的测定	307
325	(四十) 食品中五氯硝基苯残留量的测定	308
325	(四十一) 海产食品中多氯联苯的测定	310
325	二、食品添加剂含量的测定	311
325	(一) 食品中丁基羟基茴香醚 (BHA)、二丁基羟基甲苯 (BHT) 和叔丁基对苯二酚 (TBHQ) 的测定	311
325	(二) 食品中环己基氨基磺酸钠的测定	312
325	(三) 食品中对羟基苯甲酸酯类的测定方法	313
325	(四) 食品中丙酸钠、丙酸钙的测定方法	314
325	(五) 食品中脱氢乙酸的测定	315
325	(六) 面粉中过氧化苯甲酰含量的测定方法	316
325	三、包装材料检验方法	317
325	(一) 苯乙烯及乙苯等挥发成分的测定方法	317
325	(二) 氯乙烯单体的测定方法	319
325	(三) 乙苯类化合物 (以苯乙烯计) 的测定方法	320
325	(四) 二氟二氯甲烷的测定方法	322
325	(五) 二氨基甲苯的测定方法	323
325	(六) 样品中残留 1,1-二氯乙烷的测定	324
325	(七) 复合食品包装袋中二氨基甲苯的测定	325
325	(八) 聚氯乙烯食品保鲜膜中增塑剂己二酸二 (2-乙基) 己酯 (DEHA) 含量测定	326
325	(九) 鲜猪肉中邻苯二甲酸二异辛酯含量的气相色谱检测方法	327
325	(十) 衍生气相色谱法快速测定食品包装材料中甲醛	329
325	(十一) 塑料袋袋装食品中邻苯二甲酸酯的测定	331
325	(十二) 食品保鲜膜中己二酸二 (2-乙基) 己酯迁移量的测定	332
325	四、食品中有害物质的检测	334
325	(一) 甲醇和高级醇类的测定	334
325	(二) 植物油中残留溶剂的检测	334
325	(三) 面类制品中的游离甲醛的测定	335
325	(四) 谷物中脱氧雪镰刀菌烯醇 (DON) 和雪腐镰刀菌烯醇 (NIV) 的测定	336
325	(五) 柑橘中富马酸二甲酯 (DMF) 残留量的测定	337
325	(六) 海产食品中甲基汞的测定	338
325	(七) 油炸及高温热加工食品中的丙烯酰胺测定	339
325	(八) 原料乳及乳制品中三聚氰胺的检测 (GC-MS 和 GC-MS/MS)	341
325	五、食品中营养成分的测定	345
325	(一) 蜂皇浆及其制品中 10-羟基- α -癸烯酸含量的测定	345
325	(二) 保健食品中肌醇含量测定方法	346
325	(三) 保健食品中的肌醇和葡萄糖毛细血管气相色谱法同时检测	347
325	(四) 食品中胆固醇的测定	348
325	(五) 保健食品中甘露醇的毛细血管气相色谱分析	349
325	(六) 保健食品中 α -生育酚醋酸酯的测定	351
325	(七) 衍生气相色谱法同时检测亚油酸、 α -亚麻酸、 γ -亚麻酸、AA、EPA、DHA	351

第五章 原子吸收分光光度法	355
第一节 原子吸收分析原理及仪器结构性能	355
一、原子吸收分析原理	355
二、仪器结构及性能	356
第二节 仪器最佳条件的选择	358
一、火焰原子吸收分析最佳条件的选择	358
二、石墨炉原子吸收分析最佳条件的选择	360
三、原子吸收分析的干扰及消除	361
四、化学基体改进技术	362
第三节 仪器的安装调试与鉴定维修	363
一、安装调试	363
二、仪器的鉴定与验收	364
三、仪器的维护与故障检修	366
第四节 原子吸收分析方法	367
一、直接测定法	368
二、间接测定法	369
第五节 原子吸收分光光度法在食品分析上的应用	369
一、食品中铅的测定	369
(一) 火焰原子吸收分光光度法	369
(二) 石墨炉原子吸收分光光度法	371
二、食品中镉的测定	372
(一) 火焰原子吸收分光光度法(碘化钾-4-甲基戊酮-2法)	372
(二) 火焰原子吸收分光光度法(二巯脒-乙酸丁酯法)	373
(三) 石墨炉原子吸收分光光度法	374
三、食品中砷的测定——氢化物发生-原子吸收光谱法	376
四、食品中汞的测定——冷原子吸收光谱法	377
五、食品中铜的测定	379
(一) 火焰原子吸收分光光度法	379
(二) 石墨炉原子吸收分光光度法	380
六、食品中铝的测定	381
(一) 火焰原子吸收分光光度法	381
(二) 石墨炉原子吸收分光光度法	382
七、食品中铬的测定——石墨炉原子吸收光谱法	383
八、罐装果汁饮料中锡的测定——火焰原子吸收光谱法	384
九、食品中镍的测定——石墨炉原子吸收光谱法	385
十、食品中锌的测定——火焰原子吸收光谱法	387
十一、食品中镁的测定——火焰原子吸收光谱法	388
十二、食品中铁的测定——火焰原子吸收光谱法	389
十三、食品中锰的测定——火焰原子吸收光谱法	390
十四、食品中钙的测定——火焰原子吸收光谱法	391
十五、食品中钾、钠的测定——火焰发射光谱法	392
十六、食品中锗的测定——石墨炉原子吸收分光光度法	393
十七、食品中硒的测定——石墨炉原子吸收光谱法	394

十八、食品中硼的测定——石墨炉原子吸收分光光度法	395
第六章 氢化物发生-原子荧光光谱法	397
第一节 概述	397
第二节 氢化物发生-原子荧光光谱法的原理	397
一、原子荧光光谱法的原理	397
二、HG-AFS 法的分析性能与特点	398
三、HG-AFS 分析技术发展简况	400
第三节 氢化物发生-原子荧光光谱法的仪器装置	400
一、激发光源	400
二、原子化器	401
三、色散系统与非色散系统	401
四、检测系统	401
第四节 氢化物发生-原子荧光光谱法的实验技术与方法	401
一、氢化物的发生	401
二、HG-AFS 仪器的参数设置	404
三、最佳氢化反应的条件	406
四、用 HG-AFS 测定氢化元素的推荐分析条件	406
五、提高测定灵敏度、降低检测限的方法	407
六、提高测量精密度和准确度的方法	408
七、扩大测量范围的方法	412
八、HG-AFS 分析方法的建立	412
九、氢化物发生原子荧光光度计的原理及仪器介绍	414
第五节 氢化物发生原子荧光光谱法在食品分析中的应用	416
一、总论	416
二、氢化物发生原子荧光光谱法在食品分析中的应用	420
(一) 食品中砷的测定	420
(二) 食品中汞的测定	422
(三) 食品中铅的测定	425
(四) 食品中硒的测定	426
(五) 食品中锡的测定	428
(六) 食品中锑的测定	429
(七) 食品中锆的测定	431
(八) 食品中镉的测定	432
(九) 食品中铋的测定	434
第七章 高效毛细管电泳	436
第一节 高效毛细管电泳仪	437
第二节 高效毛细管电泳基本原理	437
一、电泳力和电泳流	437
二、电渗力和电渗流	438
三、电渗流的控制	439
四、分析参数	439
第三节 毛细管区带电泳	441
一、操作电压的选择	442

二、缓冲液种类的选择	442
三、缓冲溶液的添加剂	443
四、毛细管电泳柱	446
五、温度	448
六、毛细管区带电泳操作要点	448
第四节 胶束电动毛细管色谱	448
一、MECC 基本原理	449
二、假固定相的类型	451
三、影响选择性的因素	452
第五节 其他分离模式简介	453
一、毛细管凝胶电泳	453
二、毛细管等电聚焦	453
三、毛细管等速电泳	453
四、毛细管电泳联用技术	454
五、几种操作方式的比较	454
第六节 CE 的检测方法和检测器	454
一、紫外-可见光检测器	455
二、荧光检测器	455
三、电化学检测法	456
四、质谱测定法	457
第七节 高效毛细管电泳在食品检测中的应用	457
一、芹菜和面包中金属元素的测定	457
二、水中无机阳离子的测定	458
三、水中无机阴离子及有机酸的测定	459
四、食品防腐剂的测定	460
五、食品中有机酸的测定	461
六、食品中氨基酸的测定	462
七、乳清中马尿酸和乳酸酸(4-羧基尿嘧啶)的测定	463
八、单糖测定(衍生化法)	464
九、单糖测定(间接紫外法)	465
第八章 紫外-可见分光光度法	467
第一节 紫外-可见分光光度法基础	467
一、光的性质	467
二、物质的颜色	468
三、分子能级与吸收光谱	468
第二节 吸收光谱特性	470
一、电子跃迁的类型	470
二、有关术语	471
三、吸收带	471
四、影响波长位移的因素	473
第三节 物质吸收光的定量关系	474
一、Beer-Lambert 定律(比尔-朗伯定律)	474
二、吸收系数	475

814	三、应用 Beer-Lambert 定律时应注意的问题	475
814	第四节 紫外-可见分光光度计	475
814	一、主要部件	476
814	(一) 光源	476
814	(二) 单色器	476
814	(三) 吸收池	477
814	(四) 检测器	477
181	(五) 指示器	478
824	二、分光光度计类型	478
824	第五节 定性定量分析	479
824	一、定性分析	479
824	二、定量分析	479
824	(一) 紫外分光光度法定量分析	480
184	(二) 可见分光光度法定量分析	482
42	第六节 计算分光光度法	484
424	一、双波长分光光度法	484
374	(一) 等吸收点法测定原理	485
234	(二) 系数倍率法用于二组分混合液测定时的原理	485
874	(三) 系数倍率法用于三组分混合液测定时的原理	485
424	二、三波长分光光度法基本原理	487
374	三、多波长直线回归法	488
424	(一) 两组分测定原理	488
824	(二) 三组分测定原理	489
934	四、导数分光光度法	489
424	五、正交函数分光光度法	491
104	第七节 紫外-可见分光光度法在食品检测上的应用	493
824	一、食用油中游离棉酚的测定方法(紫外法)	493
824	二、食用油中游离棉酚的测定方法(可见分光光度法-苯胺法)	494
424	三、食品中总砷的测定方法	494
324	四、蔬菜、水果中甲基托布津、多菌灵的残留测定(三波长法)	496
424	参考文献	498

第一章 高效液相色谱法

高效液相色谱是以经典的液相色谱为基础,以高压下的液体为流动相的色谱过程。通常所说的柱层析、薄层层析或纸层析就是经典的液相色谱。传统的液相色谱所用的固定相粒度大($>100\mu\text{m}$),传质扩散慢,因而柱效低,分离能力差,只能进行简单混合物的分离。而高效液相所用的固定相粒度小($5\sim10\mu\text{m}$)、传质快、柱效高。

高效液相色谱法(HPLC法)是20世纪60年代后期发展起来的一种分析方法。在食品分析上的应用是从80年代才开始,中华人民共和国国家标准“食品卫生检验方法、理化部分”(GB 5009—1985)一书中无HPLC法,在GB/T 5009—1996中才增加了HPLC方法。目前,在保健食品功效成分、营养强化剂、维生素类、蛋白质的分离测定等方面应用广泛。世界上约有80%的有机化合物可以用HPLC来分析测定。

第一节 高效液相色谱分析原理

一、高效液相色谱分析的流程

贮液瓶中的溶剂由泵吸入色谱系统,然后输出,经流量与压力测量后,导入进样器。被测物由进样器注入,并随流动相通过色谱柱,在柱上进行分离后进入检测器,检测信号由数据处理设备采集与处理,并记录色谱图,废液流入废液瓶。遇到复杂的混合物分离(极性范围比较宽)还可用梯度控制器作梯度洗脱。这和气相色谱的程序升温类似,不同的是气相色谱改变温度,而HPLC改变的是流动相极性,使样品各组分在最佳条件下得以分离。

二、高效液相色谱的分离过程

同其他色谱过程一样,HPLC也是溶质在固定相和流动相之间进行的一种连续多次交换过程。它借溶质在两相间分配系数、亲和力、吸附力或分子大小不同引起的排阻作用的差别使不同溶质得以分离。见图1-1。

开始样品加在柱头上,假设样品中含有3个组分,A、B和C,随流动相一起进入色谱柱,开始在固定相和流动相之间进行分配。分配系数小的组分A不易被固定相阻留,较早地流出色谱柱。分配系数大的组分C在固定相上滞留时间长,较晚流出色谱柱。组分B的分配系数介于A、C之间,第二个流出色谱柱。若一个含有多个组分的混合物进入系统,则混合物中各组分按其两相间分配系数的不同先后流出色谱柱,达到分离的目的。

不同组分在色谱过程中的分离情况,首先取决于各组分在两相间的分配系数、吸附能力、亲和力等是否有差异,这是因为热力学平衡问题也是分离的首要条件。其次,当不同组分在色谱柱中运动时,谱带随柱长展宽,分离情况与两相之间的扩散系数、固定相粒度的大小、柱的填充情况及流动相的流速等有关。所以分离最终效果则是热力学与动力学两方面的综合效益。