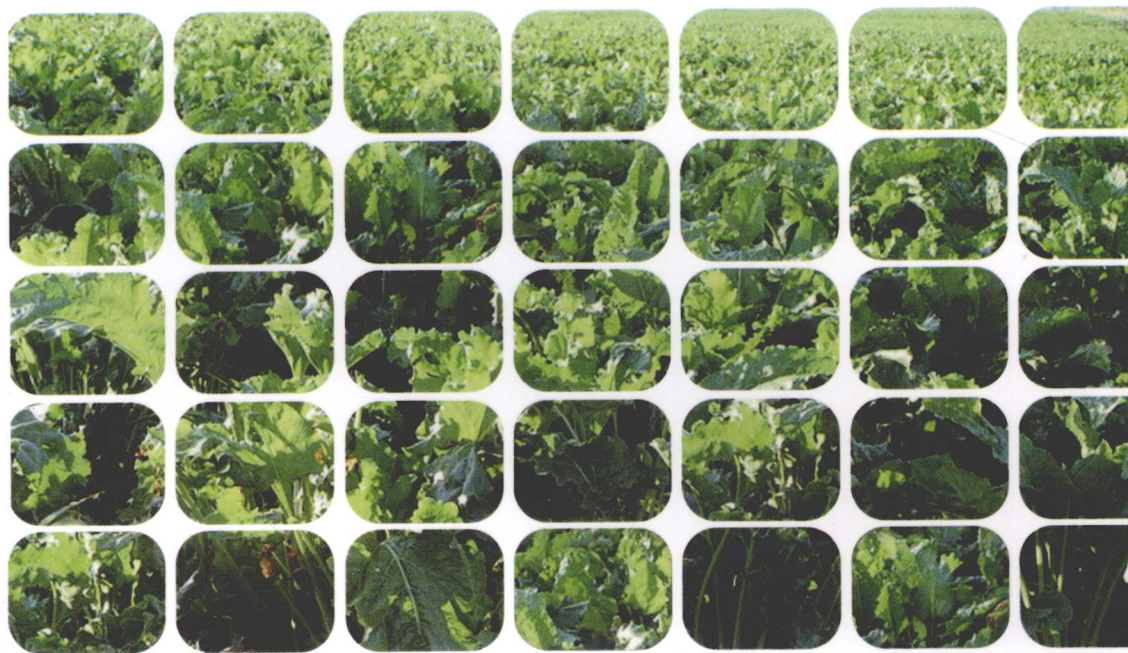




甜菜及其制品

质量安全检测手册(一)

吴玉梅 主编

 中国农业出版社

甜菜及其制品质量 安全检测手册

(一)

吴玉梅 主编

中国农业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

甜菜及其制品质量安全检测手册. 1/吴玉梅主编
—北京: 中国农业出版社, 2010. 7
ISBN 978-7-109-14690-7

I. ①甜… II. ①吴… III. ①甜菜—食品检验—技术手册②甜菜制糖—食品检验—技术手册 IV.
①TS247-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 119393 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区农展馆北路 2 号)

(邮政编码 100125)

策划编辑 张 利

文字编辑 吴丽婷

北京三木印刷有限公司印刷 新华书店北京发行所发行

2010 年 9 月第 1 版 2010 年 9 月北京第 1 次印刷

开本: 720mm×960mm 1/16 印张: 27.75

字数: 484 千字

定价: 88.00 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

主 编 吴玉梅

编写人员（按姓氏笔画排序）

王哲玮 刘乃新 许庆轩

吴玉梅 吴庆峰 张玉霜

张福顺 陈连江 周 芹

胡晓航

主 审 陈连江

编 审 吴庆峰

出 版 说 明

甜菜是我国的重要经济作物之一，其栽培品种有糖用、叶用、根用、饲用之分，其种植面积居世界糖料作物的第一位。以甜菜为原料制取的食糖、颗粒粕等产品及饲用甜菜、食用甜菜均与人类的生活息息相关。我国栽培甜菜品种由单一的制糖原料正呈用途多元化的趋势发展。

近年来，我国食品安全领域出现的一些事件，如工业用酒精对制假酒、苏丹红 1 号、三聚氰胺毒奶粉等，出口食品因安全问题被进口国拒绝、扣留、退货、索赔和终止合同的事件时有发生。存在着质杂、卫生差，农药残留、添加剂和色素超标，标签不清及致病菌污染等各种问题。在造成巨大损失和形成恶劣影响的同时，在一定程度上反映了我国在食品安全法律法规建设、食品检验技术手段等方面与发达国家还存在很大的差距，人们的食品安全意识还比较淡薄。甜菜及其制品的质量安全关乎人类的健康亦应引起足够的重视。

我国政府历来重视食品安全管理，通过加大食品安全的科技投入，强化食品安全管理，实行食品“从土地到餐桌”的全过程控制，制定食品安全的相关标准和法律法规，加强市场监督管理，食品安全问题一定会得以解决。随着科技进步和国民经济快速发展，分析检测技术发生了重大变化，传统的手工或化学分析检验检测方法已逐渐被快速、操作简便的仪器分析方法所取代，检测技术覆盖范围也由单一的质量指标的检测发展到质量与安全指标的检测。为适应新的形势，我们根据多年来从事甜菜质量安全检测与评价工作的经验，组织编写了《甜菜及其制品质量安全检测手册》系列丛书，以满足从事甜菜及其制品质量安全检测工作及科学研究的需要。

《甜菜及其制品质量安全检测手册（一）》内容涉及实验室的一般要求、常规检测、无机元素检测、农药残留检测、微生物等其他项目检测。编写时，我们注重检验检测方法的系统性、多元性、先进性、时效性和代表性，涉及的检测方法适合质量控制、现场快速检测和专业性实验室精确测定。

《甜菜及其制品质量安全检测手册》系列丛书的出版，将对提高我国人民的产品安全意识，提升产品质量安全水平，对促进社会主义新农村建设和构建社会主义和谐社会有着重大的现实意义。

吴玉梅

二〇一〇年二月

前 言

本书是《甜菜及其制品质量安全检测手册》系列丛书之一。

目前，我国食品安全形势依然严峻，食品生产经营整个链条的风险和隐患尚未得到根本解决，发生重大食品安全事故的风险仍然存在。农产品的质量安全问题是我国乃至全球关注的重点之一。甜菜及制品中营养成分、无机元素、农药残留等项目的检测又是评价其质量安全的主要依据，各国都把农产品的检测方法的研究、建立及抽样检测作为加强相关产品质量安全监管、确保消费安全的重要手段。为了配合我国农产品质量安全检验检测体系建设的需要，为有关实验室开展检测工作提供依据，全面提高农产品检测人员的检测水平，在农业部甜菜品质监督检验测试中心和中国农业科学院甜菜研究所的统筹与指导下，由农业部甜菜品质监督检验测试中心组织编写了本书。

《甜菜及其制品质量安全检测手册（一）》以甜菜及制品检测工作的实际需要出发，力求简明、实用、方便。在分析方法上既有先进的仪器分析技术，又有简便快速的方法，在文字上力求深入浅出、通俗易懂、重点突出、条理清晰。力求内容准确、全面、权威，并希望《甜菜及其制品质量安全检测手册》的参考适用范围能包括专业研究单位、综合性大学，以及师范、农、林等大专院校的分析测试工作者和有关专业的高年级学生。

本书是在较短的时间内完成的，还存在许多不足之处。由于编者的水平有限，书中难免有错误及不妥之处，我们诚恳希望读者提供建设性意见，以便在实际操作时予以弥补改进。

编 者

二〇一〇年春

目 录

出版说明

前言

第一章 总论	1
第一节 甜菜及制品检测实验室的一般要求	1
一、实验室环境及布局	1
二、水	3
三、化学试剂	7
四、器皿	14
五、仪器设备	22
第二节 检测过程的质量保证	30
一、检测结果的数据处理	30
二、标准物质与标准溶液	35
三、检测方法的评价与选择原则	40
四、分析质量的监控与评价	46
五、标准操作程序或方法	50
第三节 样品的采集、制备与保存	51
一、采集样品的重要性和注意事项	51
二、甜菜种子的扦样、分样及保存	53
三、甜菜样品的采集、制备及保存	55
四、甜菜糖品的扦样、分取及保存	55
五、甜菜颗粒粕的扦样、分取及保存	58
六、转基因甜菜种子、植株及其根体的样品 采集和保存	60
第二章 常规检测	61
第一节 感官检测	61

一、甜菜块根	61
二、甜菜种子	62
三、甜菜制品	63
第二节 水分的测定	64
一、干燥失重法	64
二、蒸馏法	67
三、卡尔·费休法	68
第三节 灰分检测	71
一、灼烧法	71
二、高温炭化法	73
三、电导法	74
第四节 固形物检测	75
一、重量法	75
二、手持测糖仪法	77
三、折射仪法	77
第五节 糖分的测定	80
一、蔗糖	80
二、还原糖	85
三、可溶性总糖	102
四、非还原糖	109
五、淀粉	112
第六节 营养成分的测定	116
一、粗蛋白	116
二、粗脂肪	119
三、粗纤维	121
四、甜菜碱	124
五、氨基酸	126
六、维生素 C (抗坏血酸)	135
七、果胶	142
第七节 酶的测定	144
一、硝酸还原酶的测定	144
二、蔗糖酶活性的测定	146
三、蔗糖合成酶、蔗糖磷酸合成酶的测定	148

四、过氧化氢酶的测定——高锰酸钾滴定法	149
五、过氧化物酶的测定	151
六、超氧化物歧化酶的测定	152
第八节 其他	155
一、净度的测定	155
二、发芽率的测定	160
三、活力（发芽速率）测定	163
四、千粒重的测定	164
五、三倍体率的测定	165
六、色值的测定	166
七、脱落酸、赤霉素的测定	168
八、叶绿素的测定	171
九、甜菜品质的测定	172
十、丛根病的检测	174
十一、混浊度	178
十二、不溶于水杂质	179
第三章 无机元素测定	181
第一节 总砷及无机砷测定	181
一、总砷的测定	181
二、无机砷的测定	190
第二节 铅的测定	194
一、石墨炉原子吸收光谱法	194
二、氢化物原子荧光光谱法	196
三、火焰原子吸收光谱法	198
四、二硫腈比色法	200
五、单扫描极谱法	204
第三节 铜的测定	206
一、原子吸收光谱法	206
二、二乙基二硫代氨基甲酸钠法	208
三、光度法	209
第四节 锌的测定	211
一、原子吸收光谱法	211

二、二硫脲比色法	213
第五节 镉的测定	215
一、石墨炉原子吸收法	215
二、原子吸收光谱法	218
三、比色法	221
四、原子荧光法	223
第六节 锡的测定	225
一、氢化物原子荧光光谱法	225
二、苯酚酮比色法	227
第七节 总汞及有机汞的测定	229
一、原子荧光光谱分析法	229
二、冷原子吸收光谱法	231
三、二硫脲比色法	236
四、甲基汞的测定方法	238
第八节 氟的测定	242
一、扩散——氟试剂比色法	242
二、灰化蒸馏——氟试剂比色法	245
三、氟离子选择电极法	247
第九节 磷的测定	249
一、分光光度法	249
二、分子吸收光谱法	250
第十节 铁、镁、锰的测定	252
一、火焰原子吸收分光光度法	252
二、铁含量测定——1,10-菲绕啉光度法	255
第十一节 钾、钠的测定	257
第十二节 钙的测定	259
一、原子吸收分光光度法	259
二、滴定法(EDTA法)	261
三、高锰酸钾法	263
第十三节 硒的测定	265
一、氢化物原子荧光光谱法	265
二、荧光法	267
第十四节 总铬的测定	270

第十五节 镍的测定	272
一、原子吸收分光光度法	272
二、比色法	274
第十六节 钴的测定	275
第十七节 铜、铁、锰、锌、钙、镁、钾、钠的测定 ——电感耦合等离子体发射光谱法	277
第四章 农药残留检测	280
第一节 杀虫剂的检测	280
一、有机氯类杀虫剂	280
二、有机磷类杀虫剂	286
三、氨基甲酸酯类杀虫剂	302
四、拟除虫菊酯类杀虫剂	311
第二节 除草剂的检测	319
一、吡氟禾草灵	319
二、精吡氟禾草灵	320
第三节 杀菌剂的检测	322
一、三唑酮	322
二、多菌灵	324
三、五氯硝基苯	326
四、百菌清	327
第四节 多残留的检测	329
一、54 种有机磷类农药	329
二、有机氯类和拟除虫菊酯类 41 种农药	332
三、六种氨基甲酸酯类农药	334
第五章 其他检验	337
第一节 微生物及卫生指标检验	337
一、菌落总数的测定	337
二、大肠菌群的测定	340
三、沙门氏菌的测定	346
四、志贺氏菌的测定	364
五、金黄色葡萄球菌的测定	372

六、溶血性链球菌的测定	375
七、霉菌和酵母计数的测定	378
八、亚硝酸盐的测定	380
九、硝酸盐的测定——镉柱法	384
十、二氧化硫的测定	387
十一、氰化物的测定	391
十二、黄曲霉毒素 B ₁ 、B ₂ 、G ₁ 、G ₂ 的测定	393
第二节 转基因产品检测	401
一、核酸提取纯化——CTAB 法	401
二、应用聚合酶链式反应（PCR）检测	404
三、蛋白质检测——酶联免疫吸附法（ELISA）	413
四、转基因植物及其产品中 CP4 EPSPS 蛋白的 ELISA 检测法	415
五、基因芯片检测	420
附表	423
参考文献	427

第一章 总 论

第一节 甜菜及制品检测实验室的一般要求

一、实验室环境及布局

(一) 实验室环境 实验室环境是指实验室温度、湿度、气压、空气中悬浮颗粒的含量,以及污染气体成分等参数的总称。其中,有些参数影响仪器的性能,从而对测定结果产生影响;有些参数则改变了试验条件,直接影响被测药品的分析结果;有时这两种影响兼而有之。例如温度过高,可能会使电子仪器和光学仪器性能变差,甚至不能正常工作,还会促使样品变质,称量不准确等。如果相对湿度低于40%,静电作用变得明显起来,对仪器和样品都可能产生影响。如空气中的悬浮粒容易产生静电荷,处理样品或贮存样品的塑料器皿极易吸附带电微粒,引起样品污染。

甜菜及制品的食品卫生理化检验标准方法大部分属于痕量分析。试验环境、器皿和容器、水和试剂的玷污,将是分析中的主要污染源和误差来源。Gretzinger (1982年)指出,盛有10mL盐酸(1mol/L)的20mL小烧杯,在实验室放置6h,玷污的铁达1~3mg/kg,其中雨天比晴天明显玷污少。放在洁净的工作台内未能观察到铁浓度的增加。表明了实验室环境对玷污的影响。

实验室悬浮颗粒的含量受很多因素的影响,实验室外界空气中的灰尘、烟雾都可以通过各种通道进入实验室;刮风、下雨、降雪均影响空气中的微粒含量;化学反应、化学溅出物和被腐蚀的设备会形成微粒;室内墙、地面、天花板构成材料及其表面光滑程度也会影响室内空气中悬浮颗粒的成分和含量;分析人员的汗液、唾液、头屑、表皮、毛发等都是污染的来源,尤其是女性使用的化妆品含有多种微量元素;人员活动,增加空气的循环,也是污染源之一。

因此对微量、痕量分析,要采取防尘措施,尤其对超痕量分析工作更应采用净化实验室、超净柜或局部防尘的措施。通常测量微量元素的房间应避免使用含微量元素的材料构成墙、地面或天花板,最好使用惰性材料。例如,可在墙和天花板表面涂上含聚氨酯的无色漆,在地上铺乙烯材质的地板革等。美国国家标准局(NBS)分析化学中心曾系统地比较过100级超净室、超净柜与普

通实验室通风柜中微粒的玷污情况，发现采取净化措施后，铅的浓度减少到原来的 0.1%，铁的浓度减少到原来的 0.05%，铜、镉的浓度减少到原来的 10%。

为了确保分析测试质量，甜菜及制品实验室环境应满足以下条件：

（1）满足实验室工作任务的要求，其中化学分析室、仪器室应满足相应的仪器设备使用保管的技术要求。一些精密仪器的一般要求为：电源电压 220V $\pm$ 22V，频率为 50Hz；室温 25℃ $\pm$ 5℃；湿度 40%~70%；不能有振动、电磁干扰、阳光直射；仪器室噪声应小于 55dB，工作间噪声不得大于 70dB。

（2）实验室应有良好的工作环境，保持清洁、整齐，有书面的规章制度可遵循。应确保实验场所内外环境的粉尘、烟雾、噪声、振动、电磁干扰、基因转移等因素不影响检测结果。

（3）实验室应有通风设施，配备必要的安全防护用具，灭火器材。当发生任何因素可能危及人身安全或影响检测结果时，应中止检测，记录现象和过程，及时报告或处理。

（4）有应对措施保证检测对环境不产生污染。因检测室布局和检测内容的不同，可能存在污染发生的潜在隐患。实验室任何两相邻区域的工作（活动），在相互之间有不利影响时应采取有效的隔离措施，以防止交叉污染。

（5）废气、废水、废渣等废弃物的处理应符合国家有关规定。为符合有关健康、安全、环保要求，应制定检测废弃物处理规章制度。检测过程中的各种废渣、废液以及废包装容器，应按其属性分类，无毒无害的按通常方法处理。有毒有害并经简单物理、化学方法处理就可转化改变的，应按其性质进行无害化处理（如培养基经高压灭活、强酸强碱废液中和等），不能转化改变的，应由实验室集中安全存放，后勤保障部门使用深埋、焚烧等安全环保方式处理。

（二）实验室布局 实验室布局是指功能区的设置、仪器设备安放位置、水电气管道的布置等。它与检测结果的可靠性、准确性，工作人员的安全保健等直接相关。总的原则是要保障安全、方便工作、防止交叉污染、布局整齐。实验室布局应注意以下几方面问题：

（1）应有措施保护人身健康和安全。配备与检测工作相适应的消防设施，消防器材应完好且在有效期内，放置地点固定、便于取用；化学检测实验室最好安装有洗眼器、紧急喷淋装置，以便当酸碱等溶液溅入眼睛内和身体上时使用；准备烧、烫伤等的应急药品及其他安全防护措施和设施。

（2）实验室的电器线路和电源等应保障安全，便于检测工作的持续进行。检测工作区域的能源、照明（采光）、供暖、制冷、通风等设施应保证质量，

符合安全要求；对有耐久或寿命试验项目的实验室应配备备用电源。对大型仪器设备和时间持续长的检测项目应配置停电、停水等情况下应急的处理办法。

(3) 有专用的检测工作场所，仪器设备应相对集中放置，相互影响的检测区域应设置有效隔离，互不干扰。实验室的工作环境条件应能确保测试结果的有效性和测量准确性。检测用仪器设备相对集中放置便于使用和管理，也有利于检测室水电、通风系统等的合理布局。为保证检测工作的顺利进行和检测结果的真实可靠，对检测过程有影响或有交叉污染（如农药产品检测与农药残留检测）和对人体健康安全有潜在影响的区域应有隔离措施。

(4) 化学试剂、毒品和易燃易爆品应有符合要求的保存场所，并有专人监督管理。一般化学试剂的保存贮存场所应有通风设施和灭火器材，应将备用化学品按不同性质分类集中存放，并防止交叉污染。易燃易爆品要单独存放，毒品最好存放在保险柜中。

(5) 高压气瓶应有固定存放场所或有安全防护措施。应有放置易燃易爆气体的场所，地点必须与仪器室隔离并有防爆通风设施。如果对检测结果不造成影响时，普通气体（如氧气、氩气等）可以置于仪器室，但放置地点应有通风设施。高压气瓶的安放应符合安全要求，既要有固定措施防止其倒下，又要在发生危险时便于取下、搬走。

(6) 对农业转基因检测实验室应有专人管理，其生物安全等级管理、废弃物的排放和隔离等均应符合国家有关规定。农业转基因及动植物检疫等生物安全检测是一类特殊的检验，管理不严，对环境和人的安全可能造成严重的不利影响。

二、水

（一）实验室用水的级别和规格 我国国家标准 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》将适用于化学分析和无机痕量分析试验等试验用水分为三个等级：一级水、二级水、三级水。

一级水用于有严格要求的分析试验，包括对颗粒有要求的实验。如高效液相分析用水。一级水可用二级水经石英设备蒸馏或离子交换混合处理后，再经 $0.2\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤制备。

二级水用于无机痕量分析试验，如原子吸收光谱分析用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制备。

三级水用于一般分析试验。三级水可用蒸馏或离子交换等方法制备。