

教育部高职高专规划教材



食品卫生检测技术

唐突 主编 陈剑虹 主审



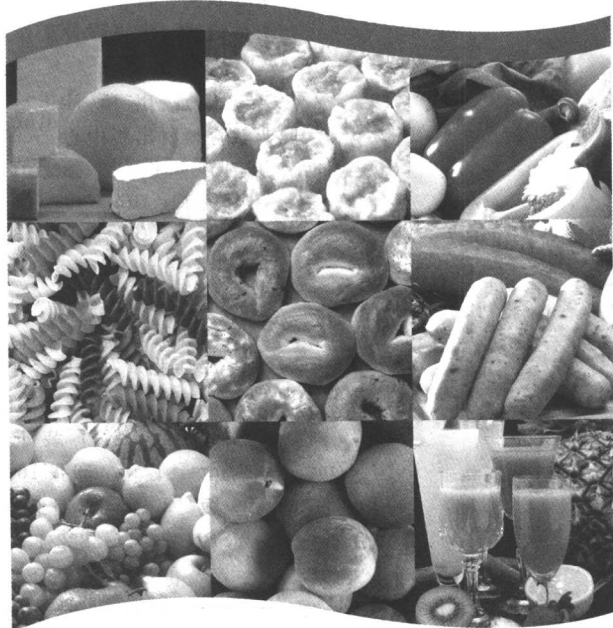
化学工业出版社
职业教育教材出版中心

教育部高职高专规划教材



食品卫生检测技术

唐 突 主编 陈剑虹 主审



化学工业出版社
职业教育教材出版中心
· 北 京 ·

本教材着重从实用的角度介绍食品卫生的检测技术和方法,在内容上由两大部分构成:一是食品卫生的理化检测技术,包括食品中有害元素、农药兽药残留量、微生物毒素以及食品中添加剂的检测技术等;二是食品卫生的微生物检测技术,包括食品卫生细菌的检测、食品中致病菌的检测和食品中霉菌的检测技术等。形成了一个比较完整的食品卫生检测体系,还增添了一些适应现实和未来需求的食品卫生检测新技术。

本教材不仅适合于高等职业院校食品类专业学生使用,同时还可作为食品卫生检验相关企业 and 部门的质检人员和专业技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

食品卫生检测技术/唐突主编. —北京:化学工业出版社, 2006.6

教育部高职高专规划教材

ISBN 7-5025-8822-1

I. 食… II. 唐… III. 食品卫生-食品检验-高等学校:技术学校-教材 IV. TS207.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 061830 号

教育部高职高专规划教材

食品卫生检测技术

唐 突 主编

陈剑虹 主审

责任编辑:陈有华

文字编辑:汲永臻 咎景岩

责任校对:凌亚男

封面设计:九九设计工作室

*

化学工业出版社 出版发行
职业教育教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里3号 邮政编码 100029)

购书咨询:(010)64982530

(010)64918013

购书传真:(010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

大厂聚鑫印刷有限责任公司印刷

三河市延风装订厂装订

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 16 字数 397 千字

2006 年 7 月第 1 版 2006 年 7 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-8822-1

定 价:26.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责退换

高职高专食品类专业规划教材

编审委员会

主 任 金长义

副主任 葛 亮 盛成乐 徐恒山 阎保平 臧大存

张立彬 张 泰 朱 珠

委 员 陈剑虹 陈 志 杜克生 葛 亮 胡永源

姜淑荣 冷士良 李晓华 梁传伟 穆华荣

潘 宁 孙来华 唐 突 王 莉 王亚林

文连奎 熊万斌 杨登想 杨清香 杨士章

杨永杰 叶 敏 于艳琴 展跃平 张晓燕

张 妍 张英富 赵思明 周凤霞 周光理

朱乐敏 朱 珠

(按姓氏汉语拼音排序)

出版说明

高职高专教材建设工作是整个高职高专教学工作中的重要组成部分。改革开放以来,在各级教育行政部门、有关学校和出版社的共同努力下,各地先后出版了一些高职高专教育教材。但从整体上看,具有高职高专教育特色的教材极其匮乏,不少院校尚在借用本科或中专教材,教材建设落后于高职高专教育的发展需要。为此,1999年教育部组织制定了《高职高专教育专门课程基本要求》(以下简称《基本要求》)和《高职高专教育专业人才培养目标及规格》(以下简称《培养规格》),通过推荐、招标及遴选,组织了一批学术水平高、教学经验丰富、实践能力强的教师,成立了“教育部高职高专规划教材”编写队伍,并在有关出版社的积极配合下,推出一批“教育部高职高专规划教材”。

“教育部高职高专规划教材”计划出版500种,用5年左右时间完成。这500种教材中,专门课(专业基础课、专业理论与专业能力课)教材将占很高的比例。专门课教材建设在很大程度上影响着高职高专教学质量。专门课教材是按照《培养规格》的要求,在对有关专业的人才培养模式和教学内容体系改革进行充分调查研究和论证的基础上,充分汲取高职、高专和成人高等学校在探索培养技术应用型专门人才方面取得的成功经验和教学成果编写而成的。这套教材充分体现了高等职业教育的应用特色和能力本位,调整了新世纪人才必须具备的文化基础和技术基础,突出了人才的创新素质和创新能力的培养。在有关课程开发委员会组织下,专门课教材建设得到了举办高职高专教育的广大院校的积极支持。我们计划先用2~3年的时间,在继承原有高职高专和成人高等学校教材建设成果的基础上,充分汲取近几年来各类学校在探索培养技术应用型专门人才方面取得的成功经验,解决新形势下高职高专教育教材的有无问题;然后再用2~3年的时间,在《新世纪高职高专教育人才培养模式和教学内容体系改革与建设项目计划》立项研究的基础上,通过研究、改革和建设,推出一大批教育部高职高专规划教材,从而形成优化配套的高职高专教育教材体系。

本套教材适用于各级各类举办高职高专教育的院校使用。希望各用书学校积极选用这批经过系统论证、严格审查、正式出版的规划教材,并组织本校教师以对事业的责任感对教材教学开展研究工作,不断推动规划教材建设工作的发展与提高。

教育部高等教育司

2001年4月3日

前 言

近年来,中国高等职业教育事业迅速发展,办学规模不断扩大,办学思路日益明确,坚持以就业为导向,以能力为本位,面向市场,面向社会,为经济结构调整和科技进步服务,为就业和再就业服务,为企业服务,推动职业教育与培训全面发展,大力提高教学质量,取得了显著的社会效益。当今,深化对高职高专课程体系和教学内容体系的改革与创新,是实现人才培养目标的核心内容。

本教材的编写贯彻理论“必需、够用”为度,注重实践和实训的原则。在编写过程中力求体现科学性、先进性、实用性、系统性和通俗性,符合高职高专食品类专业教育的特点。

本教材着重从实用的角度介绍食品卫生的检测技术和方法,加大实践操作力度,注重学生能力的培养。在内容上由两大部分构成:一是食品卫生的理化检测技术,包括食品中有害元素、农药兽药残留量、微生物毒素以及食品中添加剂的检测技术等;二是食品卫生的微生物检测技术,包括食品卫生细菌的检测、食品中致病菌的检测和食品中霉菌的检测技术等。形成了一个比较完整的食品卫生检测体系,还增添了一些适应现实和未来需求的食品卫生新检测技术,不仅方便教师教学和学生学学习,同时还适合于食品卫生企业和部门的质检人员使用。

本书在编写过程中参考了相关书籍,在此谨向有关编著者表示真挚的谢意。

全书凝聚了众多食品专业教师的智慧与经验,同时也得到了有关学校领导的关怀。本书的初稿完成后,承蒙陈剑虹对书稿进行了审读,并提出了许多宝贵的意见。本书第一章、第五章和第七章由唐突编写;第二章、第四章和第六章由刘辉编写;第三章由李炜编写;第八章由牛永霞编写;第九章由高平编写。唐突任主编并统稿。

由于编者水平有限,书中难免会有不当之处,敬请广大师生、同行和读者指正。

编者

2006年3月

目 录

第一章 绪论	1
一、食品卫生检测技术的内容	1
二、食品卫生检测的目的和任务	2
三、食品卫生检测技术的发展趋势	2
四、食品卫生检测技术课程的学习要求	3
思考题	3
第二章 食品卫生检验总则	4
第一节 食品卫生理化检验总则	4
一、理化检验样品的采集、制备和保存	4
二、理化检验样品的预处理	5
三、分析结果的数据处理	11
第二节 食品卫生微生物检验总则	17
一、微生物检验样品的采集	17
二、微生物检验样品的处理	18
三、检验与报告	18
第三节 食品卫生检验实验室操作规程	19
一、理化检验实验室规则	19
二、微生物检验实验室规则	19
思考题	20
第三章 食品中有害元素的测定技术	21
第一节 食品中砷的测定方法	21
一、氢化物原子荧光光度法	22
二、银盐法	24
三、砷斑法（古蔡氏法）	26
四、硼氢化物还原比色法	27
第二节 食品中铅的测定方法	29
一、石墨炉原子吸收光谱法	30
二、火焰原子吸收光谱法	32
三、氢化物原子荧光光谱法	33
四、二硫腈比色法	34
五、单扫描极谱法（SSP法）测定食品中的铅	36
第三节 食品中汞的测定方法	37
一、原子荧光光谱分析法	38
二、冷原子吸收光谱法	39
三、双硫腈法	42
第四节 食品中镉的测定方法	43
一、石墨炉原子吸收光谱法	44

二、火焰原子吸收光谱法	45
三、比色法	48
四、原子荧光法	48
第五节 食品中氟的测定方法	50
一、扩散-氟试剂比色法	50
二、灰化蒸馏-氟试剂比色法	52
三、氟离子选择电极法	53
实验 3-1 豆干制品中砷的测定——银盐法	54
实验 3-2 禽蛋食品中铅含量的测定——火焰原子吸收分光光度法	56
实验 3-3 牛乳制品中汞含量的测定——双硫脲比色法	58
思考题	60
第四章 食品中农药及兽药残留的测定	61
第一节 食品中农药残留的测定	61
一、食品中有机氯农药残留量的测定	61
二、食品中有机磷农药残留量的测定	63
三、食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定	68
四、食品中沙蚕毒素农药的测定	72
五、食品中拟除虫菊酯农药的测定	74
第二节 食品中兽药的测定	76
一、蜂蜜中四环素族抗生素残留量的测定方法	76
二、畜禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量测定方法（高效液相色谱法）	79
三、畜禽肉中己烯雌酚的测定方法	80
实验 4-1 谷物中马拉硫磷残留量的测定	81
实验 4-2 鲜乳中抗生素残留量的检测	83
思考题	84
第五章 食品中微生物毒素的测定技术	86
第一节 食品中黄曲霉毒素的测定方法	86
一、概述	86
二、食品中黄曲霉毒素 B ₁ 的测定	88
三、食品中黄曲霉毒素 B ₁ 、B ₂ 、G ₁ 、G ₂ 总量的测定	96
四、黄曲霉毒素 M ₁ 的测定技术	100
第二节 食品中杂色曲霉毒素的测定方法	109
一、概述	109
二、植物性食品中杂色曲霉毒素的测定	109
第三节 食品中赭曲霉毒素的测定方法	112
一、概述	112
二、谷物和大豆中赭曲霉毒素 A 的测定方法	113
第四节 食品中葡萄球菌肠毒素的测定方法	116
一、双向琼脂扩散法	117
二、酶联免疫法	119
三、反向间接血凝法	122

实验 5-1 大米中黄曲霉毒素 B ₁ 的测定	124
实验 5-2 牛奶中黄曲霉毒素 M ₁ 含量的测定	129
思考题	132
第六章 食品添加剂的测定	133
第一节 概述	133
一、食品添加剂的概念及分类	133
二、食品添加剂的安全使用和管理	133
三、食品添加剂检测方法	135
第二节 甜味剂的测定	135
一、糖精钠的检测	135
二、甜蜜素的测定	140
第三节 防腐剂的测定	142
一、苯甲酸的测定	143
二、山梨酸(钾)的测定	145
第四节 护色剂的测定	146
一、亚硝酸盐的测定——盐酸萘乙二胺法	146
二、硝酸盐的测定——镉柱法	148
第五节 漂白剂的测定	150
一、概述	150
二、亚硫酸盐和二氧化硫的测定	150
第六节 着色剂的测定	153
一、概述	153
二、食用合成着色剂的测定	153
第七节 抗氧化剂的测定	158
一、概述	158
二、叔丁基羟基茴香醚和 2,6-二叔丁基对甲酚的测定	158
实验 6-1 小麦粉中过氧化苯甲酰的测定方法	161
实验 6-2 香肠中亚硝酸盐的测定方法	164
思考题	165
第七章 食品卫生细菌的检测技术	166
第一节 菌落总数的测定	166
一、菌落总数的标准平板培养计数法	166
二、嗜冷菌计数	171
三、嗜热菌(芽孢)计数	171
四、厌氧菌计数	172
五、革兰阴性菌计数	173
第二节 大肠菌群的测定	173
一、乳糖发酵法	174
二、LTSE 快速检验法	181
三、TTC(氯化三苯四氮唑)显色快速法	183
四、DC(去氧胆酸钠)半固体试管快速法	185

五、纸片快速检验法	186
第三节 微生物数量的快速检测方法 (选学内容)	187
一、活细胞计数的改进方法	187
二、用于估计微生物数量的新方法	191
实验 7-1 饮料饮品中菌落总数的测定	193
实验 7-2 熟肉制品中大肠菌群的测定	196
思考题	200
第八章 食品中致病菌的检测技术	201
第一节 食品中肠道致病菌的检测	201
一、沙门菌的检验	201
二、志贺菌的检验	205
三、致泻大肠埃希菌的检验	207
第二节 食品中致病性球菌的检测	210
一、金黄色葡萄球菌的检验	210
二、溶血性链球菌检验	211
第三节 其他致病菌检验	212
一、副溶血性弧菌的检验	212
二、小肠结肠炎耶尔森菌的检验	214
三、空肠弯曲菌的检验	216
四、变形杆菌的检验	218
五、肉毒梭菌的检验	220
六、产气荚膜梭状芽孢杆菌的检验	222
七、蜡状芽孢杆菌的检验	223
八、单核细胞增生李斯特菌的检验	225
实验 8-1 鲜蛋液中志贺菌的检验	227
实验 8-2 香肠中金黄色葡萄球菌的检验	230
思考题	232
第九章 食品中霉菌的检测技术	233
第一节 食品中霉菌和酵母菌的计数	233
一、概述	233
二、检验方法	233
第二节 常见产毒霉菌的鉴定	235
一、霉菌的培养和分类鉴定	235
二、各种产毒霉菌的形态特征	237
实验 9-1 酱油中霉菌数的测定	246
思考题	247
参考文献	248

第一章 绪 论

【学习目标】

1. 了解食品卫生检测技术的内容、目的、任务和发展趋势。
2. 了解食品卫生检测技术这门课程的学习要求和方法。

食品是人们所必需的最基本的生活资料，食品卫生和质量的好坏直接关系到人们的身体健康，食品安全是当今世界上人们所关注的焦点问题之一。

20 世纪 90 年代以来，由于一系列食品的化学污染、疯牛病的暴发、口蹄疫疾病的出现、自然毒素的影响、畜牧业中抗菌素的应用、基因工程技术的应用以及因 $O_{157} : H_7$ 大肠杆菌等引起的食物中毒，致使数万人患病，许多人死亡。因而，食品安全已成为全球公众健康优先考虑的问题和 21 世纪消费者面临的首要问题。中国的改革开放给中国食品工业带来了巨大的发展，尤其是在 20 世纪的最后 10 年，中国食品工业以年平均 10.4% 的增速，得到了前所未有的快速发展。中国加入 WTO 后，中国食品与国际食品快速接轨，食品安全问题成为我国面临的重要挑战之一，这无论对农民、消费者，还是食品加工、经销企业来说都至关重要。进入 21 世纪，由于社会的发展和科学技术的进步，中国食品工业的外部环境和内部产业结构已经发生了很大的变化，既提高了人们的生活质量，也引发了一些需要进行积极探讨和研究的问题。在诸多问题中，我们首先要面对的就是食品安全这一世界性的问题。随着食品消费方式从个体、家庭向社会化转变，食品安全事件的影响也从个体、家庭向社会扩大。随着世界经济全球化，食品安全性问题也已超越了国界，变成了世界性问题。

中国是世界上最大的发展中国家，人口众多、区域发展不平衡，农产品食品安全的发展与发达国家存在差距，在食品安全的管理方面与发达国家也有一定的差距，无论是检验检疫方法、标准，还是食品安全法规，都有待完善。同国际上重大食品安全事件相比，我国食品安全问题也存在着许多隐患，稍不留意或不加努力就会出现大问题，国内食品安全事件时有发生，出口食品屡遭国外限制，困难重重。食品安全问题主要集中在微生物性污染、化学性污染、生物毒素、食品掺假等安全性问题，这也是国际社会普遍关注的。因此，加强食品卫生检测，就显得尤为迫切。

食品卫生检测技术是以分析化学、微生物学和免疫学为基础，检测食品中含有可能损坏或威胁人体健康的有毒有害物质或因素是否超标，评定食品卫生品质的一门综合性应用技术。

一、食品卫生检测技术的内容

1. 食品卫生理化检测技术的内容

介绍了食品卫生理化检验样品的采集、制备、保存和预处理以及检验结果的数据处理等，重点介绍了食品中有害元素、农药兽药残留量、微生物毒素、食品中添加剂的检测技术和分析步骤。

2. 食品卫生微生物检测技术的内容

概述了食品细菌学检测指标,详细介绍了食品中菌落总数、大肠菌群、致病菌、霉菌的检测技术和步骤。

此外,还介绍了食品卫生检测实验室操作规程、报告格式等。

二、食品卫生检测的目的和任务

1. 食品卫生检测的目的

为了保持食品的安全性,预防食品变质,防止有害物质经由食品而危害人类,保护人类健康。

2. 食品卫生检测的任务

通过食品卫生检测,判断和鉴定食品的卫生质量,提出书面报告。为生产和销售安全、卫生、符合标准的食品提供可靠的科学依据,确保人体按正常剂量和以正常方式摄入的食品不会导致急、慢性中毒或感染疾病及产生危及摄入者自身及其后代健康的隐患。

三、食品卫生检测技术的发展趋势

随着人们食品卫生意识的不断增强和食品科学技术的不断发展以及对外食品贸易的需要,我国食品卫生检测工作已经提高到一个极其重要的地位。

随着科学技术的发展,食品卫生检测技术得到了不断完善和更新,许多高灵敏度、高分辨率、新型高效的分析仪器越来越多地应用于食品卫生检测,为食品卫生检测提供了更有力的手段。

仪器分析中应用最广泛的分光光度法在食品卫生检测中发挥了重要作用,近十多年来,由于新的显色试剂及流动注射分析技术的发展,多元络合光度、胶束增溶光度、多阶导数光度等新技术的应用,分光光度法在食品卫生检测中又得到新的发展。感应耦合等离子体光谱(ICP)技术灵敏、准确、快速、线性范围宽、干扰小、可同时测定多个元素的优点,在食品有害元素的测定方面表现了巨大威力,今后有可能取代原子吸收法而成为有害元素测定的主要方法。高压液相色谱分析技术在食品添加剂等的测定中具有快速、灵敏等特点,应用日趋广泛。

我国食品卫生检测技术从简单到标准化、规范化,从第一版的中华人民共和国国家标准《食品卫生检验方法》GB 5009 和 GB 4789 到现在不断地修订和完善,检验项目不断增加,检验方法水平与国际标准逐步趋近。目前,最新版食品卫生检验方法标准是经过几次修订后,于2003年8月18日发布,2004年1月1日起实施的GB/T 5009—2003 和 GB/T 4789—2003,共237项,其中包括物理检验部分203项,微生物学检验部分34项。

在食品卫生检测中,样品的前处理是非常重要而往往又是比较繁琐的一步,它已形成了食品卫生检测这门学科的自身体系及特色。近年来,现代科学技术和分析仪器技术的发展,推动了食品卫生检测样品前处理技术的发展,如凝胶色谱(GPC)、固相萃取(SPE)、固相微萃取(SPME)、加速溶剂提取(ASE)、超临界萃取(SFE)、微波萃取(MAE)、基质分散固相萃取(MSPDE)技术和微量化学法技术(MICCM)在飞速发展,并得到了不断提高和应用。而样品前处理技术的发展,推动着食品卫生检测技术朝着微量、快速、简易、经济、有效、自动化的方向发展,新方法、新技术、新试剂不断得到研究和应用。

我国各省(自治区、直辖市)、地(市)、县建立了食品卫生检测实验室,在各口岸建立

了进出口食品卫生检验实验室。有专门的检验队伍进行食品安全监督检测，食物中毒诊断，食品卫生标准、食源性病原菌的监测及研究等工作。

四、食品卫生检测技术课程的学习要求

- ① 要在学好分析化学、仪器分析、食品微生物、食品生物化学、食品营养与卫生等专业基础课的基础上学习这门课。
- ② 要熟悉国家有关食品卫生的法律法规。
- ③ 要以应用能力的提高为主，对课程内容要深刻理解、熟练掌握、准确判断，注重理论联系实际，强化操作技能的实验和实训。

思 考 题

1. 食品卫生检测的目的和任务各是什么？
2. 食品卫生检测技术的发展趋势是什么？
3. 食品卫生检测有何意义？你如何学好食品卫生检测技术这门课程？

第二章 食品卫生检验总则

【学习目标】

1. 了解食品卫生检验的一般程序，学会食品样品的采集、制备和保存方法。
2. 掌握有机物破坏法、溶剂提取法及蒸馏法等各种食品样品的预处理方法，以适应不同食品类型的分析需要。
3. 掌握检验结果的数据处理方法。

第一节 食品卫生理化检验总则

一、理化检验样品的采集、制备和保存

食品卫生理化检验的一般程序是：样品的采集、制备和保存；样品的预处理；成分分析；分析数据处理；撰写分析报告。为保证分析结果准确、无误，首先就要正确地采样。因被检测的食品种类繁多、加工储藏条件不同、同一材料的不同部分彼此有别，所以采用正确的采样技术采集样品尤为重要，否则分析结果就不具代表性，甚至得出错误的结论。同样，为使后续的分析工作能顺利实施，对采集到的样品做进一步加工处理是任何检测项目中不可缺少的环节。

（一）样品的采集

样品的采集是从大量的分析对象中抽取有代表性的一部分样品作为分析材料，即分析样品。

1. 采样要求

采样过程中应遵循两个原则：一是采集的样品要均匀具有代表性，能反映全部被检食品的组成、质量及卫生状况；二是采样中避免成分逸散或引入杂质，应保持原有的理化指标。

2. 采样步骤

采样一般分三步。首先是获取检样，从大批物料的各个部分采集少量的物料，称检样；然后将所有获取的检样综合在一起得到原始样品；最后是将原始样品经技术处理后，抽取其中的一部分作为分析检验的样品，称为平均样品。

3. 采样的数量和方法

采样数量应能反映该食品的卫生质量和满足检验项目对试样量的需求，样品应一式三份，分别供检验、复验、备查或仲裁，一般散装样品每份不少于0.5kg。具体采样方法因分析对象的性质而异。

（1）液体、半流体饮食品 如植物油、鲜乳、酒类或其他饮料，若用大桶或大罐包装应先充分混合后采样。样品分别放入三个干净的容器中。

（2）粮食及固体食品 自每批食品的上、中、下三层中的不同部位分别采取部分样品混

合后按四分法对角取样，再进行几次混合，最后取有代表性样品。

(3) 肉类、水产等食品 按分析项目的要求可分别采取不同部位的样品混合后代表一只动物；或从很多只动物的同一部位取样混合后代表某一部位的样品。

(4) 罐头、瓶装食品 可根据批号随机取样。同一批号取样件数，250g 以上的包装不得少于 6 个，250g 以下的包装不得少于 10 个。掺伪食品和食物中毒的样品采集要具有典型性。

采样时使用的工具、容器、包装纸等都应清洁，不应带入任何杂质或被测组分。采样后应迅速检测以免发生变化。最后在盛装样品的容器上要贴上标签，注明样品名称、采样地点、采样日期、样品批号、采样方法、采样数量、分析项目及采样人。

(二) 样品的制备

按采样规程采取的样品一般数量过多、颗粒大、组成不均匀。样品制备是对上述采集的样品进一步粉碎、混匀、缩分，目的是保证样品完全均匀，取任何部分都具代表性。具体制备方法因产品类型不同有如下几种。

(1) 液体、浆体或悬浮液体 样品可摇匀也可以用玻璃棒或电动搅拌器搅拌使其均匀，采取所需要的量。

(2) 互不相溶的液体 如油与水的混合物，应先使不相溶的各成分彼此分离，再分别进行采样。

(3) 固体样品 先将样品制成均匀状态，具体操作可切细（大块样品）、粉碎（硬度大的样品，如谷类）、捣碎（质地软含水量高的样品，如果蔬）、研磨（韧性强的样品，如肉类）。常用工具有粉碎机、组织捣碎机、研钵等。然后用四分法采取制备好的均匀样品。

(4) 罐头 水果或肉禽罐头在捣碎之前应清除果核、骨头及葱、姜、辣椒等调料。可用高速组织捣碎机。

上述样品制备过程中，还应注意防止易挥发成分的逸散及有可能造成的样品理化性质的改变，尤其是作微生物检验的样品，必须根据微生物学的要求，严格按照无菌操作规程制备。

(三) 样品的保存

制备好的样品应尽快分析，如不能马上分析，则需妥善保存。保存的目的是防止样品发生受潮、挥发、风干、变质等现象，确保其成分不发生任何变化。保存的方法是将制备好的样品装入具磨口塞的玻璃瓶中，置于暗处；易腐败变质的样品应保存在 0~5℃ 的冰箱中；易失水的样品应先测定水分。

一般检验后的样品还需保留一个月，以备复查。保留期限从签发报告单算起，易变质食品不予保留。对感官不合格样品可直接定为不合格产品，不必进行理化检验。最后，存放的样品应按日期、批号、编号摆放，以便查找。

二、理化检验样品的预处理

食品的成分复杂，既含有如糖、蛋白质、脂肪、维生素、农药等有机大分子化合物，也有许多如钾、钠、钙、铁、镁等无机元素。它们以复杂的形式结合在一起，当以选定的方法对其中某种成分进行分析时，其他组分的存在常会产生干扰而影响被测组分的正确检出。为

此在分析检测之前,必须采取相应的措施排除干扰。另外,有些样品(特别是有毒、有害污染物)在食品中的含量极低,但危害很大,完成这些组分的测定,有时会因为所选方法的灵敏度不够而难于检出,这种情形下往往需对样品中的相应组分进行浓缩,以满足分析方法的要求。样品预处理就可解决上述问题。根据食品的种类、性质不同以及不同分析方法的要求,预处理的手段有如下几种。

(一) 有机物破坏法

当测定食品中无机物含量时,常采用有机物破坏法来消除有机物的干扰。因为食品中的无机元素会与有机质结合,形成难溶、难离解的化合物,使无机元素失去原有的特性而不能检出。有机物破坏法是将有机物在强氧化剂的作用下经长时间的高温处理,破坏其分子结构,有机质分解呈气态逸散,而被测无机元素得以释放。该法除常用于测定食品中微量元素之外,还可用于检测硫、氮、氯、磷等非金属元素。根据具体操作不同,又分为干法和湿法两大类。

1. 干法(又称灰化)

通过高温灼烧将有机物破坏,除汞外的大多数金属元素和部分非金属元素的测定均可采用此法。具体操作是将一定量的样品置于坩埚中加热,使有机物脱水、炭化、分解、氧化,再于高温电炉中($500\sim 550^{\circ}\text{C}$)灼烧灰化,残灰应为白色或浅灰色,否则应继续灼烧,得到的残渣即为无机成分,可供测定用。

干法特点是破坏彻底,操作简便,使用试剂少,空白值低;但破坏时间长、温度高,尤其对汞、砷、锑、铅易造成挥发损失。对有些元素的测定必要时可加助灰化剂。

2. 湿法(又称消化)

湿法是在酸性溶液中,向样品中加入硫酸、硝酸、高氯酸、过氧化氢、高锰酸钾等氧化剂,并加热消煮,使有机质完全分解、氧化,呈气态逸出,待测组分转化成无机状态存在于消化液中,供测试用。

湿法是一种常用的样品无机化法。其优点是分解速度快、时间短,因加热温度低,可减少金属的挥发逸散损失。缺点是消化时易产生大量有害气体,需在通风橱中操作;另外消化初期会产生大量泡沫外溢,需随时照看;因试剂用量较大,空白值偏高。

湿法破坏根据所用氧化剂的不同,可分如下几类。

(1) 硫酸-硝酸法 将粉碎好的样品放入 $250\sim 500\text{mL}$ 凯氏瓶中(样品量可称 $10\sim 20\text{g}$),如图 2-1 所示。

加入浓硝酸 20mL ,小心混匀后,先用小火使样品溶解,再加浓硫酸 10mL ,渐渐加强火力,保持微沸状态并不断滴加浓硝酸,至溶液透明不再转黑为止。每当溶液变深时,立即添加硝酸,否则会消化不完全。待溶液不再转黑后,继续加热数分钟至冒出浓白烟,此时消化液应澄清透明。消化液放冷后,小心用水稀释,转入容量瓶,同时用水洗涤凯氏瓶,洗液并入容量瓶,调至刻度后混匀供测试用。

(2) 高氯酸-硝酸-硫酸法 称取粉碎好的样品 $5\sim 10\text{g}$ 放入 $250\sim 500\text{mL}$ 凯氏烧瓶中,用少许水湿润,加数粒玻璃珠,加 $3:1$ 的硝酸-高氯酸混合液 $10\sim 15\text{mL}$,放置片刻,小火缓缓加热,反应稳定后放冷,沿瓶壁加入 $5\sim 10\text{mL}$ 浓硫酸,继续加热至瓶中液体开始变成棕色时,不断滴加

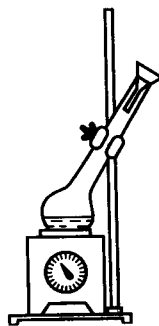


图 2-1 消化装置

硝酸-高氯酸混合液 (3:1) 至有机物分解完全。加大火力至产生白烟, 溶液应澄清, 无色或微黄色。操作中注意防爆。放冷后, 转入容量瓶定容。

(3) 高氯酸 (过氧化氢)-硫酸法 适量样品于凯氏瓶中, 加适量浓硫酸, 加热消化至呈淡棕色, 放冷, 加数毫升高氯酸 (或过氧化氢), 再加热消化, 重复操作至破坏完全, 放冷后以适量水稀释, 小心转入容量瓶定容。

(4) 硝酸-高氯酸法 适量样品于凯氏瓶中, 加数毫升浓硝酸, 小心加热至剧烈反应停止后, 再加热煮沸至近干, 加入 20mL 硝酸-高氯酸 (1:1) 混合液。缓缓加热, 反复添加硝酸-高氯酸混合液至破坏完全, 小心蒸发至近干, 加入适量稀盐酸溶解残渣。若有不溶物, 过滤, 滤液于容量瓶中定容。

消化过程中注意维持一定量的硝酸或其他氧化剂, 破坏样品时做空白, 校正消化试剂引入的误差。

(二) 溶剂提取法

同一溶剂中, 不同的物质有不同的溶解度; 同一物质在不同的溶剂中溶解度也不同。利用样品中各组分在特定溶剂中溶解度的差异, 使其完全或部分分离即为溶剂提取法。常用的无机溶剂有水、稀酸、稀碱; 有机溶剂有乙醇、乙醚、三氯甲烷、丙酮、石油醚等。可用于从样品中提取被测物质或除去干扰物质。在食品分析中常用于维生素、重金属、农药及黄曲霉毒素的测定。

溶剂提取法可用于提取固体、液体及半流体, 根据提取对象不同可分为浸取和萃取。

1. 浸取法

用适当的溶剂将固体样品中的某种被测组分浸取出来称浸取, 也即液-固萃取法。该法应用广泛, 如测定固体食品中脂肪的含量, 用乙醚反复浸取样品中的脂肪, 而杂质不溶于乙醚, 再使乙醚挥发掉, 称出脂肪的质量。

(1) 提取剂的选择 提取剂应根据被提取物的性质来选择, 对被测组分的溶解度应最大, 对杂质的溶解度最小, 提取效果遵从相似相溶原则。通常对极性较弱的成分 (如有机氯农药) 可用极性小的溶剂 (如正己烷、石油醚) 提取; 对极性强的成分 (如黄曲霉毒素 B₁) 可用极性大的溶剂 (如甲醇与水的混合液) 提取。所选择的溶剂的沸点应适当, 太低易挥发, 过高又不易浓缩。

(2) 提取方法

① 振荡浸渍法 将切碎的样品放入选择好的溶剂系统中, 浸渍、振荡一定时间使被测组分被溶剂提取。该法操作简单但回收率低。

② 捣碎法 将切碎的样品放入捣碎机中, 加入溶剂, 捣碎一定时间, 被测成分被溶剂提取。该法回收率高, 但选择性差, 干扰杂质溶出较多。

③ 索氏提取法 将一定量样品放入索氏提取器中, 加入溶剂, 加热回流一定时间, 被测组分被溶剂提取。该法溶剂用量少, 提取完全, 回收率高, 但操作麻烦, 需专用索氏提取器。

2. 溶剂萃取法

利用适当的溶剂 (常为有机溶剂) 将液体样品中的被测组分 (或杂质) 提取出来称为萃取。其原理是被提取的组分在两互不相溶的溶剂中分配系数不同, 从一相转移到另一相中而与其他组分分离。本法操作简单、快速, 分离效果好, 使用广泛。缺点是萃取剂易燃, 有