

食品质量 与安全实验技术

(食品质量与安全专业用)

汪东风 主编



中国轻工业出版社

ZHONGGUO QINGGONGYE CHUBANSHE

高等学校专业教材

食品质量与安全实验技术

(食品质量与安全专业用)

汪东风 主编



中国轻工业出版社

图书在版编目(CIP)数据

食品质量与安全实验技术/汪东风主编. —北京：
中国轻工业出版社, 2004.7

高等学校专业教材

ISBN 7-5019-4387-7

I . 食… II . 汪… III . 食品加工 - 质量控制 -
实验 - 高等学校 - 教材 IV . TS207.7 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 049143 号

责任编辑：李亦兵 责任终审：滕炎福 封面设计：刘 鹏
版式设计：翰 林 责任校对：郎静瀛 责任监印：吴京一

出版发行：中国轻工业出版社(北京东长安街 6 号, 邮编：100740)

印 刷：北京公大印刷厂

经 销：各地新华书店

版 次：2004 年 7 月第 1 版 2004 年 7 月第 1 次印刷

开 本：787×1092 1/16 印张：17.75

字 数：366 千字

书 号：ISBN 7-5019-4387-7/TS·2600

定 价：36.00 元

读者服务部邮购热线电话：010—65241695 85111729 传真：85111730

发行电话：010—88390721 88390722

网 址：<http://www.chlip.com.cn>

Email：club@chlip.com.cn

如发现图书残缺请直接与我社读者服务部联系调换

40028J1X101ZBW

《食品质量与安全实验技术》编委会

主 编 汪东风(中国海洋大学)

副主编 刘邻渭(西北农林科技大学)

胡秋辉(南京农业大学)

郝 林(山西农业大学)

韩剑众(杭州商学院)

文良娟(广西大学)

编 者 (按拼音顺序排名)

郭 华(湖南农业大学)

李兆杰(中国海洋大学)

刘树青(中国海洋大学)

李建科(南京农业大学)

于 平(杭州商学院)

张 浩(河南职业技术师范学院)

张清安(南京农业大学)

赵 艳(杭州商学院)

前　　言

“民以食为天”。加工精湛、包装精美的食物满足了人们生理和心理的需要；方便快捷的各种制成品满足了人们现代化快节奏生活的需要；食物数量的提高和新食品源的开发满足了人们日益增加的对食物的需求。可以说，现代人的饮食与半个世纪前或一个世纪前的饮食发生了天翻地覆的变化。食物生产者为满足现代人们的上述需要，开发利用了许多新技术，并应用于食物的生产加工。众所周知，化学农药的生产应用为保障食物的数量和质量起着重要的作用。目前全世界实际生产和使用的农药品种约有 500 种，其中大量使用的农药约有 100 种，它们主要是化学农药。这些农药使用不当就会在食物中有大量残留，对人体造成危害。食品添加剂是现代食品生产必不可少的，有些添加剂除具有添加剂的属性外，还具有营养性和保健功能，如抗氧化剂维生素 C 及茶多酚等。但有些添加剂的过多残留则对人体有害。随着食品科学及分析技术的提高，近期人们日益认识到某些食物中毒还与食物中内源性毒素有关。另外，环境的污染对传统食品中内含生化成分的影响及污染残留，均会对食品的安全产生隐患。

随着人们生活水平和保健意识的提高，如何提高食品质量，减少食物中有害物质残留，保障食品的质量与安全是当前食物生产及食品加工行业迫切的任务。正是在这种背景下，国内不少高校纷纷成立了食品质量与安全专业，旨在培养既懂食品科学、生物学及管理学的基础知识，又懂食品质量及安全检测技术的复合型专业人才。为了满足上述需要，全国食品质量与安全专业高校教材研讨会将《食品质量与安全实验技术》列为本专业规划教材。

本教材在内容上除介绍适合一般设备条件下的食品质量与安全专业实验外，还努力注意介绍一些需要一定的仪器设备的新的食品质量与安全科学的研究技术及最新的食品安全方面的分析技术和要求。因此，本书除作为食品质量与安全、食品科学、园艺等专业本科生及高师生的实验教材外，也可作为这些专业的研究生及专业技术人员的参考书。

本教材共分 6 章。第一章主要介绍实验技术基础知识，这一部分是从事食品质量与安全分析工作者必备的实验技能。第二章为营养成分综合测定技术，主要介绍食品中一些营养成分的测定技术。第三章主要介绍食品添加剂的常规测定方法。第四章为食品中有毒、有害成分测定。第五章为食品安全的生物检测技术，本章是食品质量与安全检测技术研究的热点，进展较快，要有较好的分子生物学基础知识，为此本教材除介绍了一些实验分析技术外，还对其相关的分子生物学基础知识做了简要介绍。第六章是研究性实验设计及实施，本章是适应当前形势及培养学生创新能力的需要而设立，主要介绍自主设计

申报研究性实验的方法及研究性报告的撰写要求,以引导学生的开发创新技能,作为本门课程学习的考察成绩。

本教材除同一般的实验指导书一样,介绍了每个实验的目的及操作步骤外,还将注意事项及思考题列在其后,力图满足初学者或自学者的需要,也为想进一步思考该实验的学生提供了参考及空间,从而有利于学生创新能力的培养。

本教材由汪东风教授主编。各章编写人员分工如下:第一章由西北农林科技大学刘邻渭教授编写;第二章由南京农业大学胡秋辉教授编写;第三章由山西农业大学郝林教授编写;第四章及第六章由中国海洋大学汪东风教授编写;第五章由杭州商学院韩剑众副教授编写。

本教材在编写伊始及出版过程中,全国食品质量与安全专业高校教材研讨会的多位专家对编写大纲提出了宝贵意见,中国轻工业出版社也给予了帮助。在此一并致谢。

本教材涉及的学科较多,内容范围广,加之编者水平有限,难免有不足、错误和不妥之处,敬请广大读者批评指正。

编 者

目 录

第一章 实验技术基础	1
第一节 样品的采集与保存	1
一、样品采集与保存的重要性和要求.....	1
二、样品采集的基本术语和基本程序.....	2
三、样品的采集.....	3
四、样品运输和保存.....	6
第二节 样品的制备和前处理技术	7
一、样品制备和前处理的定义和目的.....	7
二、样品制备.....	7
三、样品的前处理.....	8
第三节 试验方法原理及方法选择	13
一、试验方法概述	13
二、试验方法原理	13
三、试验方法选择	36
第四节 试验误差及消除方法	38
一、误差分类及其减免指南	38
二、误差的表示和传递	40
第五节 试验数据的整理和处理	45
一、原始数据的整理	45
二、可疑数据的取舍——过失误差的判断	45
三、分析方法准确性的检验——系统误差的判断	46
四、有效数字	47
五、回归分析法建立两组数据间的线性关系	49
参考文献	51
第二章 食品成分综合测定技术	52
第一节 食品中营养成分构成	52
一、蛋白质	52
二、脂类	52
三、碳水化合物	53

四、维生素	53
五、矿物质	53
第二节 食品中营养成分综合分析	54
一、维生素的测定	54
二、必需矿物质元素的测定	63
三、蛋白质总量及必需氨基酸分析	70
四、碳水化合物的测定	78
五、脂肪酸总量及组成分析	87
第三节 不同年龄段正常所需营养及热量测算	95
一、能量需要量的测定	95
二、能量需要量的计算	96
三、膳食营养素参考摄入量	97
参考文献	100
第三章 食品添加剂含量的测定	101
第一节 食品防腐剂含量的测定	101
一、食品中苯甲酸、山梨酸及其盐的测定(气相色谱法)	102
二、食品中脱氢乙酸含量的测定(气相色谱法)	103
三、快速筛选法测定碎牛肉中的防腐剂—— 亚硫酸盐、苯甲酸盐、山梨酸盐及抗坏血酸盐	105
第二节 食品抗氧化剂含量的测定	106
一、食品中BHA与BHT含量的测定(气相色谱法)	106
二、食品中没食子酸丙酯含量的测定	109
三、食品中D-异抗坏血酸钠含量的测定	110
第三节 食品中着色剂含量的测定	111
一、食品中合成着色剂的测定(薄层色谱法)	111
二、食品中合成着色剂的测定(微机极谱法)	115
三、食品中叶绿素铜钠盐的测定	116
第四节 食品发色剂含量的测定	118
一、亚硝酸盐的测定(Griss试剂比色法)	118
二、硝酸盐的测定	120
第五节 食品中漂白剂含量的测定	122
第六节 食品中甜味剂含量的测定	125
一、食品中糖精钠的测定(薄层色谱法)	125
二、食品中环己基氨基磺酸钠的测定(气相色谱法)	127

三、饮料中乙酰磺胺酸钾的测定(高效液相色谱法).....	129
第七节 食品中香料与香精含量的测定.....	131
第八节 其他食品添加剂含量的测定.....	132
一、抗结剂——二氧化硅及其测定.....	132
二、疏松剂——氯及其盐类含量的测定.....	134
三、水分保持剂——聚磷酸盐含量的测定.....	137
参考文献.....	139
第四章 食品中有害成分测定.....	140
第一节 概述.....	140
一、食品中有害物质的概念.....	140
二、食品中有害物质的分类及危害性.....	140
第二节 食品中内源性毒素的测定.....	142
一、食品中棉酚的测定.....	142
二、河豚毒素的测定.....	144
三、贝类中麻痹性毒素的检测.....	145
四、贝类中腹泻性贝类毒素的检测.....	149
五、记忆缺失性贝类毒素的检测.....	153
六、蔬菜中硫代葡萄糖苷的测定.....	154
七、苦杏仁中苦杏仁苷含量的测定.....	156
八、马铃薯中龙葵碱的测定.....	158
九、食品中组胺含量的测定.....	159
第三节 食品中有毒微生物污染物的综合测定.....	160
一、黄曲霉毒素的综合测定技术.....	160
二、赭曲霉毒素(Ochratoxins)的综合测定技术.....	166
三、伏马毒素B的综合测定技术	171
四、呕吐毒素的综合分析及测定技术.....	173
五、杂色曲霉毒素的综合分析及测定技术.....	176
六、玉米赤霉烯酮毒素的综合分析及测定技术.....	179
七、T-2毒素的综合分析及测定技术	181
第四节 食品加工及贮藏过程中产生的有毒、有害物质的测定	184
一、食品中3,4-苯并芘的测定	185
二、食品中多氯联苯类化合物的测定.....	189
三、果蔬和肉制品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定.....	192
四、食品中亚硝胺类化合物的测定.....	196

五、食品中多环芳烃的测定.....	200
第五节 食品中重金属含量的综合测定.....	202
一、食品中灰分的测定方法.....	202
二、食品中铅、铜、锌、镉的原子吸收光谱法综合测定	203
第六节 植物源食品中农药残留量的综合测定.....	207
一、有机磷和氨基甲酸酯类农药的生物化学测定.....	208
二、农药含量的气相色谱法测定.....	210
参考文献.....	213
第五章 食品安全现代生物检测技术.....	217
第一节 免疫学检测技术.....	217
一、概述.....	217
二、酶联免疫吸附试验(ELISA).....	219
三、磺胺二甲嘧啶的间接竞争 ELISA 检测	230
第二节 PCR 检测技术	234
一、概述.....	234
二、实验.....	244
第三节 转基因食品的检测技术.....	249
一、概述.....	249
二、实验.....	258
参考文献.....	261
第六章 研究性实验及实施.....	263
第一节 设立研究性实验的意义及要求.....	263
第二节 研究性实验的实施步骤.....	263
一、选题.....	263
二、实验方案的制定.....	265
三、实验方案的实施.....	265
四、实验结果的表达.....	265
五、论文写作.....	268
六、成绩评定.....	270
第三节 研究性实验的立项申请书格式及要求.....	271
一、研究目的意义、国内外研究现状、主要参考文献.....	272
二、研究内容、预期成果	273
三、研究方法和进度安排.....	273
四、拟利用本实验室设备的名称及试剂需要.....	274
五、审批意见.....	274

第一章 实验技术基础

第一节 样品的采集与保存

一、样品采集与保存的重要性和要求

采样是从某原料或产品的总体(通常指一个货批)中抽取样品的过程。有时,采样是从怀疑发生污染或易受污染、发生中毒或怀疑有毒和掺假或怀疑掺假的原料和产品中抽取样品的过程。采样是分析检验中最基础的工作。正确的采样方法、合理的保存和及时送检是保证食品质量与安全分析质量的前提。因为试样是采样和制样的结果,它必须很好地代表整个货批的任何一方面待分析的质量。否则,再先进的分析设备、再精确的测试方法、再准确的试样分析结果,都将毫无意义。

原则上,样品的采集和保存要求如下:

(1) 具有充分的代表性 采样对象整体数量往往很大,各个体的物理、化学、生物等性质存在细微差别,个别个体可能与其他差别很大。采样量相比之下则很小,只有采得代表性强的样品,才能在源头保证分析结果的代表性。因此,应该慎重选择取样方案、分样采点和取样方式等。

(2) 方法不得随意 由于食品多种多样、均匀性差、货批量大,采样方法和采样量对采样结果影响很大。对相同的采样对象,若采样人不遵守共同的采样法,采样结果可能差异较大。因此,应该严格按照有关食品采样量和采样的规定方法,均匀、准确、认真地完成采样,从源头上保证分析结果的稳定性和可重复性。

(3) 执行操作规范 采样过程的操作包括样品采集、贮存和运输,采样方式多样、战线长、容易疏忽。食品分析中采样带来的误差,往往大于后续测定带来的误差。因此,根据样品特点科学制定和严格执行规范化的采样操作和记录是保证采样精确性和可信度的关键因素。

(4) 强调真实性 有些样品在采样、运输和保存中易受外界因素影响而变质。因此,必须严格保护样品以减少外界因素对样品原始特性的改变,否则最后的分析结果将难以反映样品的真实特性。对于特别易变化的样品,应强调即时采样,即时分析。另外,样品不得跨货批混采或替代,也不得从破损或泄漏的包装中采集(它们直接属不合格品)。

(5) 把握典型性 在食品安全监测中,对于怀疑被污染的原料、产品和商品,应采集接近污染源和易受污染的典型样品;对于发生中毒或怀疑有毒的原料、产品和商品,应采

集中毒者有关的典型样品(如呕吐物、排泄物、剩余食物和未洗刷餐具等);对于发生掺假或怀疑掺假的原料、产品和商品,应按可能的线索提示,采集有可能揭露掺假的典型样品。

二、样品采集的基本术语和基本程序

(一) 基本术语

(1) 原始样品 指按采样规则和操作要求,从待测原料、产品或商品一个检验批或货批的各个部位采集的分样(又称小样)均匀混合在一起形成的样品。不同食品、不同检验类别的一一个检验批应采集的原始样品量常有规定,采样时应遵守。即使货批很小,原始样品的最低总量一般也不得少于1kg(固体)或4L(液体)。

(2) 平均样品 将原始样品按一定的均匀缩分法分出的作为全面检验用的样品。平均样品量应不少于试验样品量的4倍,通常,它的总量不得少于0.5kg(固体)或2L(液体)。

(3) 试验样品 由平均样品分出用于全部项目检验用的样品。它的量不应少于全部检验项目需用量(设计各项目检验需用量时要考虑全部平行试验)。

(4) 复检样品 由平均样品分出用于复检用的样品。它的量与试验样品量相等。

(5) 保留样品 由平均样品分出用于在一定时间内保留,以备再次检验用的样品。它的量与试验样品量相等。

(6) 货批和检验批 同一货批指相同品名、相同物品、相同来源、相同包装、甚至相同生产批次的物品构成的货物群体。商检时常常将大货批分成几个检验批采样,小的货批往往属于一检验批。检验批的货物件数有规定(称为批量),一检验批中应采集的原始样品件数往往也有规定,但这些规定中包含着必要的灵活性。

(7) 缩分 指按一定方法,不改变样品的代表性而缩小样品量的操作。一般在将原始样品转化为平均样品时使用。

原始样品的缩分方法依样品种类和特点而不同。颗粒状样品可采用四分法,即将样品混匀后堆成一圆堆,从正中画十字将其四等分,将对角的两份取出后,重新混匀堆成堆,再从正中画十字将其四等分,将对角的两份取出混匀,这样继续缩分到平均样品之需要量为止。

液体样品的缩分只要将原始样品搅匀或摇匀,直接按平均样品之需要量倒取或吸取平均样品即可。易挥发液体,应始终装在加盖容器内,缩分时可用虹吸法转移液体。

不均匀的大个体生鲜原始样品(例如水果)的缩分比较难。应先将原始样品按个体大小分类,然后将尺寸同类的样品分别缩分,最后把各类缩分样再混合,构成平均样品或直接构成试验、复检和保留样品。这类样品在转变为分析试样时,还得再次缩分,因为只有这时候才能将样品个体破碎。

(二) 基本程序

采样的基本程序见图 1-1。

原始样品应由采样负责人前往货批现场采集,采样工作的大部分时间和工作量多花在原始样品的采集中。由货主自己送达检验单位的受检样品不等同原始样品,这种样品的检验结果在法律上不能作为货批的检验结果。为了减少运输负担,有些缩分工作可在采得原始样品之后,立即在货批所在地进行,但通常是将原始样品带回检验单位后,在制备样品的过程中再缩分为平均样品。将平均样品分为试验样品、复检样品和保留样品的工作应当是在样品送回到分析单位后尽快进行。因为只要有了平均样品,就等于有了试验样品。所以,一旦获得平均样品,应当立即取出一部分开始检验,同时进行复检样品和保留样品的保存工作。如果实际情况不允许立即对试验样品进行检验,这种样品也需按一定方法保留,不使之变质。

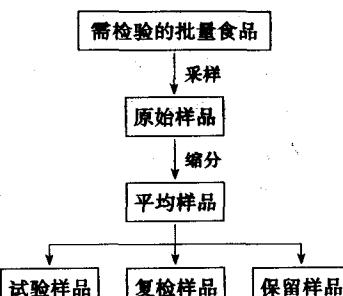


图 1-1 采样的基本程序

三、样品的采集

(一) 液体样品的采集

(1) 散装批量样品的采集 在批量产品的每一大储存容器中,于不同深度、不同部位,分别采集每份约 0.1~0.2L 的 5 份独立样品(小样),将 5 份样品充分混合成约 0.5~1L 的混合样品。如果检验项目规定的检验批量等于几个储存容器内的物量,可将同批量不同储存容器采得的样品再混合,从中取 1~2L 作为一检验批的原始样品。如果检验项目规定的检验批量小于或等于一储存容器内的物量,就以各储存容器采得的样品作为每个检验批的原始样品。如哪一储存容器中采出的样品感官测定异常时,应单独留样。

(2) 包装样品的采集 对于铁桶、塑料桶、瓷缸、木桶等大包装液体样品,如果未规定检验批量,可从一货批中随机均匀抽取数个(数量一般为一货批总包装件数的 5% 左右)包装,如果检验项目规定了检验批的大小,应按一检验批规定的抽取件数随机均匀抽取。用采样管在每一抽取的包装内上、中、下部分别吸取 0.1~0.2L 样品,如果感官测定无特殊异常,将各包装抽取的样品充分混合,从中再取 1~2L 的混合样品作为原始样品。如哪一包装采得的样感官测定异常,可单独留样。

对于内部包装为盒、瓶、罐等,外部包装为纸箱、塑料箱等液体样品,通常都规定了检验批和相应的采样量,应遵照规定随机均匀抽取相应的箱数,再按规定从每箱中随机抽出相应的小包装件数,合并为一检验批的原始样品。如果没有规定检验批,一般可随机均匀抽取 $\sqrt{\frac{x}{2}}$ 箱(x 为该货批的总箱数),然后从每箱中随机抽出 1 个小包装,合并为原始样

品。

(二) 固体样品的采集

(1) 散装批量样品的采集 在散装批量颗粒或粉末产品的每一大储存器中,于不同深度、不同部位,分别采取每份约0.1~0.2kg的5~10份样品,将这些样品充分混合成约0.5~2.0kg的混合样品。如果检验项目规定的检验批量等于几个储存容器内的物量,可将同批量不同储存容器采得的样品再混合,从中取1~2kg作为一检验批的原始样品。如哪一储存容器中采出的样品感官测定异常时,应单独留样。如果检验项目规定的检验批量小于或等于一储存容器内的物量,就以各储存容器采得的样品作为各检验批的原始样品。

(2) 包装样品的采集 对于内部包装为盒、袋、包等,外部包装为纸箱、塑料箱等固体样品,通常都规定了检验批量和相应的采样量,应遵照规定随机均匀抽取相应的箱数,再按规定从每箱中随机抽出相应的小包装件数,合并为一检验批的原始样品。如果没有规定检验批,一般可随机均匀抽取 $\sqrt{\frac{x}{2}}$ 箱(x 为该货批的总箱数),然后从每箱中随机抽出1个小包装,合并为一检验批的原始样品。在总货批量相对较小时,常将总货批作为一个检验批,采集的包装数量一般为该货批总包装数的5%,最少为5个,最多为15个。如果总包装数少于5个,则打开每一外包装采集,每箱中抽取的小包装数视小包装的大小而定,最少取一包。将抽出的样品合并作为原始样品。

(三) 流水生产线上的采样

流水作业线上的取样位点一般都设在作业线上的一的位置(如罐头生产线的封盖前点,又如码头散装货输送线上抓斗前),每隔一定时间,从该位置取出流经此位置的一件或一定量的样品作为小样,然后将一定时间范围(例如一个工作班、一个工作时等)内的小样合并,就形成原始样品。

(四) 微生物检验采样方法

1. 采样用具、容器灭菌方法

(1) 玻璃吸管、长柄勺、长柄匙、采样容器(贴好标签)和盖子,要单个分别用纸包好,0.1MPa高压蒸汽灭菌30min,之后干燥密闭保存待用。

(2) 采样用的棉拭子、规板、适宜容量的瓶装生理盐水、适宜规格的滤纸等,要分别用纸包好,0.1MPa高压蒸汽灭菌30min,之后干燥密闭保存待用。

(3) 镊子、剪子、小刀等金属用具,用前在酒精灯上直接用火焰灭菌。

2. 采样时的无菌操作

(1) 按样品采集(一)~(三)抽选欲采的具体样品。

(2) 采样前,操作人员先用75%酒精棉球消毒手。

(3) 对于包装食品,采取原始样品时,至少小包装暂时不要打开。必须打开包装进一

步完成采样时,包装的采样开口处及周围用 75% 酒精棉球消毒。

(4) 对于散装样品,采样口处(如塞子、坛口)及周围也需用 75% 酒精棉球消毒。

(5) 固体、半固体、粉末状样品可用灭菌勺或刀采样,液体样品用灭菌玻璃吸管采样,将其转入灭菌样品容器后,容器口经火焰灭菌加盖密封或酒精消毒后用其他方法密封。

(6) 食品加工用具、餐具、工人手指等样品的采集,在抽选好具体被采对象后,可用灭菌生理盐水浸湿的滤纸片、棉拭子贴在样品表面。1min 后,将其转移到采样容器中封存,筷子则可直接浸入含灭菌生理盐水的样品瓶中,用洗脱法采样。

(7) 采的样品必须在 4h 以内进行检验,否则,必须冷藏或冻藏保存。

(五) 采样注意事项

(1) 一切采样工具、容器、塑料袋、包装纸等都应清洁、干燥、无异味、无污染。若要分析微量元素,样品的容器更应讲究,例如分析 Cr、Zn 含量时不应用镀 Cr、镀 Zn 工具采样,有些采样工具有计量刻度,应注意其校准。

(2) 采样后,对每件样品都要做好记录,采样时,所采样品应及时贴上标签,标签上应注明货主、品名、检验批编号或货批编号、样品编号、采样日期、地点、堆位、生产日期、班次、采样负责人等。

(3) 如果发现货品有污染的迹象或属于感官异常样品,应将污染或异常的货品单独抽样,装入另外的容器内,贴上特别的标签,详细记录污染货品的堆位及大约数量,以便分别化验。

(4) 生鲜、易腐的样品在采集后 4h 内迅速送到实验室进行分析或处理,应尽量避免样品在分析前发生变化。

(5) 盛装样品的容器应当是隔绝空气、防潮的玻璃容器或其他适宜和结实的容器。

(六) 采样记录

1. 现场采样记录

采样前,采样负责人必须了解受检食品的原料来源、加工方法、运输保藏条件、生产和销售中各环节的卫生状况。如为外地进入的食品,应审查该批食品的有关证件,包括商标、送货单、质量检验证书、卫生检疫证书、监督机构的检验报告等。随后对受检食品的品名、数量、包装类型及规格、样品状态、现场环境等进行了解,并对该批食品总体进行初步感官检查。然后按实际样品的适宜采样方法和采样规则,正式开始采样。整个过程要及时做好现场记录,内容包括:

- (1) 物主(被采样单位或法人);
- (2) 品名、数量、商标、包装类型及规格、样品状态;
- (3) 物品产地、生产厂家、生产日期、生产批号;
- (4) 送货单、质检合格单、卫检合格单等证件编号;
- (5) 采样地点、现场环境条件;

- (6) 初步的总体感官检查结果(如包装有无破损、变形和受污染,散装品外观有无霉变、生虫、受污染等异常现象);
- (7) 采样目的、采样方式和方法;
- (8) 各检验批或货批的编号、原始样品编号、特殊或异常样品编号及其观察现象;
- (9) 采样单位(盖章)、采样负责人(签字)、采样日期;
- (10) 物主负责人(签字)。

2. 样品封签和编号

每件样品采好后,立即由采样人封签,并在包装外贴好标签,明确标明样品编号、品名、来源、数量、采样地点、采样人和采样日期,采样全部完毕并整理好现场后,将同一检验批或货批的每件样品统一装在牢固的包装内,由采样人再次封签,并贴好标签,注明品名、来源、采样地点,检验批编号、采样人和采样日期。异常和特殊样品应独立封签和独立贴标(标签特征最好与其他的不同)。

3. 采样单

采样单一式两份,一份交被采样单位或法人;一份由采样单位保存。采样单内容包括:

- (1) 物主名称;
- (2) 品名、数量、编号;
- (3) 物品产地、生产厂家、生产日期、生产批号;
- (4) 检验批数量和每一检验批采得样品数量;
- (5) 采样单位(盖章)、采样人(签字)、采样日期;
- (6) 物主负责人(签字)。

四、样品运输和保存

(一) 样品运输

不论是将样品送回实验室,还是要将样品送到别处去分析,都要考虑和防止样品变质,某些生鲜样品要先冻结后再用冰壶运送,易挥发样品要密封运送,水分较多的样品要装在几层塑料食品袋内封好,干燥而挥发性很小的样品(如粮食)可用牛皮纸袋盛装,但牛皮纸袋不防潮,还需有防潮的外包装,所有样品的外包装要结实而不易变形和损坏。此外,运送过程中要注意车辆等运输工具的清洁,注意车站、码头有无污染源,避免样品污染。

(二) 样品保存

采回的样品应尽快进行分析,但有时不能这样做时(特别是复检样品和保留样品),就要保质保存。根据不同的样品,保存的方法也不同。干燥的农产品只要放在干燥的室内就可保存1~2周;易腐的样品应在冷藏或冷冻的条件下存放,冷藏或冷冻时要把样品密

封在加厚塑料袋中以防水分渗进或逸出；见光变质的样品可装入棕色瓶或用黑纸外包装；对含水多的样品，也可先分析其水分后将剩余样品干燥保存；如果向样品中加入某些有助于样品保藏的防腐剂、稳定剂等纯度较高的试剂并不会干扰要进行的分析，可以采用这种方法，以利延长样品保存期。

保存样品时同样要严格注意卫生、防止污染。

长期保存样品的标签最好为双标签，一个贴在最外层包装外，另一个贴在内层包装外。如果样品在冷冻中外包装的标签脱落，应及时重新贴标。

第二节 样品的制备和前处理技术

一、样品制备和前处理的定义和目的

样品的制备和前处理，两者间没有本质上的区别，有时统称为样品的前处理，是指样品经一些准备性处理转化为最终分析试样的技术过程。其目的是去掉试验样品中不值得分析的部分和一部分杂质，保证分析试样十分均匀和试样中的待检物含量至少高于分析方法的检出限。样品的制备和前处理常常是整个分析或检验工作中最麻烦和变异颇大的一部分，由于前处理方法不同和操作水平的差异导致分析结果出现较大差异的现象已屡见不鲜。分析工作中，完整的分析方法多包括对样品前处理的介绍，即使这样，由于食品样品的多样性，前处理方法还需操作者灵活掌握。因此，充分理解和掌握主要的前处理技术具重要意义。从处理技术的复杂性来看，样品制备是一些简单的处理，包括样品整理、清洗、匀化和缩分等。有些分析试样只需经过样品制备就已准备停当，那些还未就此准备停当的分析试样则需经过进一步样品前处理才能作为最终分析试样，这些进一步的处理就是狭义的前处理，例如灰化、消解、提取分离、层析纯化、浓缩、富集等。

二、样品制备

(1) 面粉、淀粉、砂糖、奶粉、咖啡等粉末状和较细的颗粒状样品只需充分搅拌均匀就可作为最终分析样品。茶叶、烟叶、饼干等样品只需简单粉碎并充分混匀也就可作为最终分析样品。

(2) 谷物、豆子、坚果、花椒等天然颗粒状样品的制备包括去杂和去壳，有些检验项目还要求去麸、皮、籽、小梗等。大的固体杂质一般凭手工或分选器检出，尘土、小梗等细粒和粉末状杂质可经筛分法去除，硬壳一般凭手工破碎后剥去，麸皮的去除则需磨粉和筛分，这些过程中，去掉的物质要计量，加入的水分也要计量，以备分析结果计算时可能应用。

(3) 饮料、油脂、炼乳、蜂蜜、酱油、糖浆等液态食品的样品制备方法主要是充分混匀，如果这些样品中有结晶、结块或很稠时，可在不高于 50℃ 的水浴中边加温边搅拌使充分