



普通高等教育“十二五”规划教材
全国高等院校食品专业规划教材

食品分析



李和生 主编

Food
Analysis



科学出版社



普通高等教育“十二五”规划教材

全国高等院校食品专业规划教材

食品分析

李和生 主编

科学出版社

北京

内 容 简 介

全书共 14 章, 主要内容包括食品分析的基础知识、样品的采集和前处理方法、食品中营养成分分析、食品添加剂分析、食品中有害成分分析、常见食品理化指标的检测、实验数据的处理和分析方法的评价等内容。主要介绍国家标准分析方法和目前国内外先进的食品分析手段, 适当增加了仪器分析的内容。

本书可供食品科学与工程、食品质量与安全 and 食品检验等相关专业的本、专科生使用, 也可作为食品分析检验等相关领域专业人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

食品分析 / 李和生主编. —北京: 科学出版社,
2014. 1

普通高等教育“十二五”规划教材. 全国高等院校食品专业规划教材

ISBN 978 - 7 - 03 - 039048 - 6

I. ①食… II. ①李… III. ①食品分析—高等学校—教材 IV. ①TS207. 3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 260773 号

责任编辑: 陈 露 谭宏宇 张 星
责任印制: 刘 学/封面设计: 殷 靓

科 学 出 版 社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

南京展望文化发展有限公司排版

上海叶大印刷发展有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2014 年 1 月第 一 版 开本: 889×1194 1/16

2014 年 1 月第一次印刷 印张: 14 $\frac{3}{4}$

字数: 453 000

定价: 40.00 元

全国高等院校食品专业规划教材

《食品分析》编辑委员会

主 编 李和生

副主编 黄志勇

编 委 (以姓氏笔画排序)

王春玲 齐鲁师范学院

吴光杰 江西科技师范大学

徐大伦 宁波大学

黄志勇 集美大学

魏海香 济宁学院

李和生 宁波大学

林春梅 淮海工学院

唐 琳 山东师范大学

裘迪红 宁波大学

全国高等院校食品专业规划教材 筹备专家组

- | | | | |
|-----|---------|-----|----------|
| 王锡昌 | 上海海洋大学 | 张兰威 | 哈尔滨工业大学 |
| 刘成梅 | 南昌大学 | 陆启玉 | 河南工业大学 |
| 叶兴乾 | 浙江大学 | 赵国华 | 西南大学 |
| 李和生 | 宁波大学 | 王鸿飞 | 宁波大学 |
| 辛嘉英 | 哈尔滨商业大学 | 李 燕 | 上海海洋大学 |
| 崔 波 | 齐鲁工业大学 | 耿 越 | 山东师范大学 |
| 朱 珠 | 吉林工商学院 | 任丹丹 | 大连海洋大学 |
| 刘光明 | 集美大学 | 蒋小满 | 鲁东大学 |
| 沈 波 | 杭州师范大学 | 郑艺梅 | 闽南师范大学 |
| 白 晨 | 上海商学院 | 赵 利 | 江西科技师范大学 |
| 马汉军 | 河南科技学院 | 姚兴存 | 淮海工学院 |

(以上专家排名不分先后)

前 言

食品分析课程是食品类专业的基础课。食品分析是食品加工行业质量保证的重要手段之一。通过对食品生产中的原料、辅助材料、半成品、成品、副产品、最终产品等进行检验,起到了保证和监督食品质量的重要作用。随着国家和人民群众对食品质量与安全要求的不断提高,食品分析与检测得到了前所未有的重视,国家的食品分析标准每年都在不断地增列和修订。因此,本书在编写过程中重点介绍了国家标准分析方法和国内外先进的食品分析手段,并适当增加了仪器分析的内容,尽可能地体现目前国内外食品分析的发展状况和水平。全书共分14章,主要涉及食品分析的基础知识、样品的采集和前处理方法、食品中营养成分分析、食品添加剂分析、食品中有害成分分析、常见食品理化指标的检测、实验数据的处理和分析方法的评价等内容。

本书在编写过程中得到了科学出版社上海分社、宁波大学教务处的的大力支持。本书由李和生主编,黄志勇副主编。参加编写的人员有(以编写章节前后为序):宁波大学李和生(第一、十四章)、集美大学黄志勇(第二、十二章)、宁波大学裘迪红(第三章)、山东师范大学唐琳(第四、六章)、济宁学院魏海香(第五章)、齐鲁师范学院王春玲(第七章)、江西科技师范大学吴光杰(第八、九章)、宁波大学徐大伦(第十章)、淮海工学院林春梅(第十一、十三章)。感谢宁波大学教材建设项目资助;感谢宁波大学研究生徐祥浩、满正印、刘漫等对本书编写提供的帮助。

由于编者水平和时间所限,书中不妥之处在所难免,恳请同行和读者批评指正。

宁波大学

李和生

2013年9月

目 录

前言

第一章 绪 论

1

- 第一节 食品分析的意义 /1
- 第二节 食品分析的内容 /1
 - 一、食品中营养成分分析 /1
 - 二、食品添加剂分析 /2
 - 三、食品中有害成分的分析 /2
- 第三节 食品分析方法的选择与标准 /2
 - 一、分析方法的选择 /2
 - 二、食品分析标准 /2
- 第四节 食品分析的发展趋势 /3
 - 一、食品分析的范围逐渐扩大 /4
 - 二、安全卫生指标限量值的逐步降低 /4
 - 三、分析手段逐步仪器化 /4
 - 四、快速检测技术广泛应用 /4

第二章 样品的采集和前处理方法

5

- 第一节 概述 /5
- 第二节 样品的采集 /5
 - 一、采样 /5
 - 二、采样的一般方法 /6
 - 三、采样的要求 /7
- 第三节 样品的制备与保存 /7
 - 一、样品的制备 /7
 - 二、样品的保存 /8
- 第四节 样品的前处理方法 /9
 - 一、有机物破坏法 /9
 - 二、溶剂抽提法 /10
 - 三、蒸馏法 /11
 - 四、色层分离法 /12
 - 五、化学分离法 /13
 - 六、浓缩法 /13

第三章 水分和水分活度值的测定

15

- 第一节 概述 /15
- 第二节 水分的测定 /16
 - 一、干燥法 /16
 - 二、蒸馏法 /18
 - 三、卡尔-费休法 /19
 - 四、红外吸收光谱法和折光法 /20
- 第三节 水分活度值的测定 /21
 - 一、概述 /21
 - 二、水分活度值的测定 /22
- 第四节 可溶性固形物的测定 /24
 - 一、概述 /24
 - 二、可溶性固形物的测定 /25

第四章 灰分的测定

26

第一节 概述 /26

- 一、灰分的概念 /26
- 二、食品中灰分的含量 /26
- 三、灰分测定条件的选择 /27

第二节 灰分的测定 /28

- 一、总灰分的测定 /28
- 二、水溶性灰分和水不溶性灰分的测定 /29
- 三、酸不溶性灰分的测定 /30

第五章 碳水化合物的测定

31

第一节 概述 /31

- 一、碳水化合物的定义和分类 /31
- 二、碳水化合物的测定方法 /31

第二节 糖的测定 /32

- 一、糖的提取 /32
- 二、提取液的澄清 /33
- 三、提取和澄清实例 /34
- 四、还原糖的测定 /34
- 五、蔗糖的测定 /41
- 六、总糖的测定 /42

第三节 淀粉的测定 /45

- 一、水解法 /45

二、旋光法 /47

三、碘-淀粉比色法 /47

第四节 纤维的测定 /48

- 一、粗纤维的测定——酸碱洗涤法 /49
- 二、粮食中粗纤维含量的测定——介质过滤法 /49
- 三、食品中膳食纤维的测定 /51
- 四、不溶性膳食纤维的测定 /53

第五节 果胶物质的测定 /54

- 一、重量法 /54
- 二、咔唑比色法 /56

第六章 蛋白质和氨基酸的测定

58

第一节 概述 /58

- 一、蛋白质的功能 /58
- 二、食品中蛋白质的含量 /58
- 三、氮与蛋白质的换算系数 /59
- 四、蛋白质的水解 /60

第二节 蛋白质的测定 /60

- 一、凯氏定氮法 /60
- 二、比色法 /64
- 三、其他方法 /66

第三节 氨基酸的测定 /68

- 一、氨基酸总量的测定 /68
- 二、氨基酸的分离分析方法 /71

第七章 脂肪及油脂理化指标的测定

76

第一节 概述 /76

- 一、脂类的分类、组成和性质 /76
- 二、脂肪的测定意义 /78
- 三、提取剂的选择及样品预处理 /79

第二节 脂肪的测定 /80

- 一、索氏抽提法 /80

二、酸水解法 /81

三、罗斯-哥特里(Rose-Gottlieb)法 /82

四、巴布科克(Babcock)法和盖勃(Gerber)法 /83

五、氯仿-甲醇提取法 /84

第三节 油脂中酸价的测定 /85

- 一、概述 /85
- 二、酸价的测定 /85
- 第四节 油脂中碘价的测定 /86
 - 一、概述 /86
 - 二、碘价的测定 /86
- 第五节 油脂中过氧化值的测定 /87
 - 一、概述 /87
 - 二、过氧化值的测定 /88

第八章 维生素的测定

90

- 第一节 概述 /90
- 第二节 脂溶性维生素的测定 /90
 - 一、维生素 A 的测定 /90
 - 二、胡萝卜素的测定 /92
 - 三、维生素 D 的测定 /94
 - 四、维生素 E 的测定 /96
- 第三节 水溶性维生素的测定 /99
 - 一、维生素 B₁ 的测定 /99
 - 二、维生素 B₂ 的测定 /100
 - 三、维生素 B₆ 的测定 /102
 - 四、维生素 C 的测定 /103
 - 五、维生素 K 的测定 /97

第九章 酸度的测定

106

- 第一节 概述 /106
 - 一、酸度的种类和概念 /106
 - 二、酸度测定的意义 /106
 - 三、食品中常见的有机酸 /107
- 第二节 总酸度的测定 /108
 - 一、指示剂法 /108
 - 二、电位滴定法 /109
- 第三节 有效酸度的测定 /110
 - 一、电位计法 /110
 - 二、比色法 /111
- 第四节 挥发酸的测定 /111

第十章 食品添加剂的测定

114

- 第一节 概述 /114
- 第二节 漂白剂的测定 /114
 - 一、SO₂ 及亚硫酸盐的测定 /115
 - 二、过氧化氢的测定——钛盐比色法 /117
- 第三节 发色剂的测定 /118
 - 一、亚硝酸盐的测定——盐酸萘乙二胺比色法 /118
 - 二、硝酸盐的测定——镉柱法 /119
 - 三、亚硝酸盐和硝酸盐的测定——离子色谱法 /120
- 第四节 抗氧化剂的测定 /122
 - 一、叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)的测定——气相色谱法 /122
 - 二、BHT 的测定——比色法 /124
 - 三、没食子酸丙酯(PG)的测定——比色法 /124
 - 四、对羟基苯甲酸酯类的测定——气相色谱法 /125
- 第五节 防腐剂的测定 /126
 - 一、苯甲酸和山梨酸的测定 /126
 - 二、丙酸钠、丙酸钙的测定 /128
 - 三、禁用防腐剂定性试验 /128
- 第六节 甜味剂的测定 /129
 - 一、糖精钠的测定 /129
 - 二、甜蜜素的测定 /130
 - 三、乙酰磺氨酸钾的测定——高效液相色谱法 /132
- 第七节 着色剂的测定 /133

- 一、食品合成着色剂的测定——高效液相色谱法 /133
- 二、诱惑红的测定——纸色谱法 /134
- 三、栀子黄的测定——高效液相色谱法 /135
- 四、红曲色素的测定 /136

第十一章 一些重要无机元素的测定

138

- 第一节 概述 /138
- 第二节 钙的测定 /138
- 一、原子吸收光谱法 /139
- 二、EDTA 络合滴定法 /140
- 第三节 铁的测定 /141
- 一、原子吸收光谱法 /141
- 二、邻菲罗啉比色法 /142
- 第四节 磷及磷酸盐的测定 /143
- 一、喹钼柠酮重量法 /143
- 二、钼蓝比色法 /143
- 第五节 碘的测定 /144
- 一、氯仿萃取比色法 /144
- 二、气相色谱法 /145
- 第六节 锌的测定 /146
- 一、原子吸收光谱法 /146
- 二、二硫脲比色法 /147
- 第七节 铜的测定 /148
- 一、原子吸收光谱法 /149
- 二、二乙基二硫代氨基甲酸钠比色法 /150
- 第八节 铝的测定 /151
- 第九节 铅的测定 /152
- 一、石墨炉原子吸收光谱法 /153
- 二、火焰原子吸收光谱法 /154
- 三、二硫脲比色法 /154
- 第十节 汞的测定 /156
- 一、原子荧光光谱法 /156
- 二、二硫脲比色法 /157
- 三、气相色谱法 /158
- 第十一节 铬的测定 /159
- 第十二节 镉的测定 /161
- 一、石墨炉原子吸收光谱法 /161
- 二、比色法 /162
- 第十三节 总砷及无机砷的测定 /163
- 一、总砷的测定 /163
- 二、无机砷的测定-银盐法 /166
- 第十四节 水产品中盐分的测定 /167
- 一、直接滴定法 /167
- 二、电位滴定法 /168

第十二章 水产品鲜度的测定

170

- 第一节 概述 /170
- 第二节 总挥发性盐基氮的测定 /171
- 一、半微量定氮法 /172
- 二、微量扩散法 /173
- 第三节 粗氮的测定 /173
- 第四节 组胺的测定 /174
- 第五节 K 值的测定 /177
- 一、柱层析法 /178
- 二、高效液相色谱法 /179
- 一、分光光度法 /175
- 二、高效液相色谱法 /176

第十三章 有害物质的测定

180

- 第一节 概述 /180
- 第二节 食品中农药的残留及检测 /180
- 一、概述 /180
- 二、食品中农药残留的检测 /180

- 三、食品中有机氯农药的残留及检测 /181
- 四、食品中有机磷农药的残留及检测 /183
- 五、食品中氨基甲酸酯类农药的残留及检测 /184
- 六、食品中菊酯类农药的残留及检测 /184
- 第三节 食品中兽药的残留及检测 /185
 - 一、兽药残留定义及兽药残留分类 /185
 - 二、食品中兽药残留产生的原因、危害及检测 /186
- 第四节 食品中渔药的残留及检测 /189
 - 一、渔药的发展现状 /189
 - 二、渔药残留的定义及来源 /189
 - 三、渔药残留的检测 /189
- 第五节 食品中生物毒素及其检测 /190
 - 一、生物毒素的定义及分类 /190
 - 二、霉菌毒素及其检测 /190
 - 三、海洋生物毒素及其检测 /192
 - 四、其他生物毒素及其检测 /192
- 第六节 食品中其他有害物质的残留及检测 /193
 - 一、食品中苯并[a]芘及其检测 /193
 - 二、食品中二噁英及其检测 /195
 - 三、原料乳与乳制品中三聚氰胺及其检测 /197

第十四章 实验数据的处理和分析方法的评价

200

- 第一节 实验数据的处理 /200
 - 一、有效数字 /200
 - 二、可疑数据的检验和取舍 /200
 - 三、分析数据的表达和回归分析 /203
 - 四、分析结果的表述 /204
- 第二节 分析方法的评价 /205
 - 一、评价指标 /205
 - 二、误差分析 /208
 - 三、误差的检验 /209

参考文献 /211

附 录

213

- 附录1 20℃时折射率(折光率)与可溶性固形物换算表 /213
- 附录2 用折射仪测定固形物时的温度校正表 /214
- 附录3 葡萄糖、果糖因数表(蓝-爱农法) /215
- 附录4 麦芽糖、乳糖因数表(蓝-爱农法) /216
- 附录5 转化糖因数表(蓝-爱农法) /217
- 附录6 相当于氧化亚铜质量的葡萄糖、果糖、乳糖、转化糖质量表 /218
- 附录7 F 表 /223
- 附录8 t 值表 /224

第一章

绪论

本章主要阐述食品分析的意义,介绍食品分析的内容、食品分析方法的选择以及相关的食品标准,并对食品分析的发展趋势进行展望。

第一节 食品分析的意义

我国食品工业承担着为 13 亿人口提供安全放心、营养健康食品的重任,一直是国民经济的支柱产业和保障民生的基础产业。近年来,我国食品工业快速发展,相关研究表明,2010 年我国食品工业的产值已经突破 4 万亿元。就目前来讲,我国市场上食品货源充足,品种多样,消费者在购买食品时有着很大的选择性,也正因为如此,消费者比以往任何时候都关注食品的质量与安全,质量高、安全性好的食品成为广大消费者的首选。在这种背景下,我国各级政府机构,特别是有关食品质量监督、卫生防疫等部门投入了大量的人力、物力进行食品的监控及管理,食品企业也将保证食品质量作为自己最大的责任并进行着不懈的努力。随着人民生活水平的提高,食品质量与安全问题越来越引起全社会的关注。食品加工可以提高食品的质量,但可能会增加不安全的因素。因此,建立从原料生产、采购、储运、加工到成品包装、销售等各环节的食品安全体系,是食品工业发展面临的重大课题。对食品质量与安全方面的分析和评价是食品分析的重要内容。

食品分析是专门研究各种食品组成成分的检测方法及有关理论,进而评价食品品质的一门技术性学科。它运用物理、化学、生物化学等学科的基本理论及各种科技手段,对食品工业生产中物料(原料、辅助材料、半成品、成品、副产品等)的主要成分及其含量和有关工艺参数进行检测。

食品分析是食品质量管理过程中的一个重要环节,在确保原材料供应方面起着质量保障的作用、在生产过程中起着“眼睛”的作用、在最终产品检验方面起着监督和标示的作用。食品分析贯穿于产品开发、研制、生产和销售的全过程。其分析内容涉及食品的营养性、安全性和可接受性。在食品安全面临重要问题的关键时期,人们需要更清楚地了解食品中所包含的成分以及哪些成分可为人类提供特殊的生物或生理功能,从而不断改善和提高各类食品的产品质量。

第二节 食品分析的内容

食品分析课程的主要内容涉及以下三个方面。

一、食品中营养成分分析

食品营养成分是指食品中对人体具有营养学意义的成分,主要有蛋白质、脂肪、碳水化合物、维生素、矿物质(也称为无机盐)和水,被称为人体所需的六大营养物质。其中,蛋白质、脂肪和碳水化合物是动植物食品中的主要组成成分,能供给机体能量。无机盐和维生素则不能给人体提供热量,但它们是人体多种酶和生理活性物质的重要组成部分。水则是维持人体生存的重要物质。此外,营养成分分析还包括食品营养标签所要求的所用项目的分析,根据 2013 年 1 月 1 日开始执行的强制性国家标准《食品安全国家标准预包装食品营养标签通则》,直接提供给消费者的预包装食品都必须标注营养成分表后才能上市销售。所有预包装食品营养标签必须标示蛋白质、脂肪、碳水化合物、钠 4 种核心营养素以及能量(简称“4+1”)的含量值及其占营养素参考值(NRV)的百分比。对于保健食品或功能食品,还应包括保健成分或功能成分的分析。

食品营养成分的摄入是否合理直接关系到人体的健康,但是没有一种天然的食物能供给人体所需的全部营养素。因此,对食品进行营养成分分析,掌握食品中营养素的质和量,对指导人们合理营养与膳食有重要意义。

二、食品添加剂分析

食品添加剂是指为改善食品品质和色、香、味,以及为防腐和加工工艺的需要而加入食品中的化学合成或者天然物质。食品添加剂本身不作为食用目的,也不一定具有营养价值。食品添加剂起着改善食品感官性状及食品品质,提高食品保藏性能的作用。目前,所使用的食品添加剂多为化学合成物质,有些对人体具有一定的毒副作用,国家食品安全卫生标准对食品添加剂的使用范围及用量均作了严格的规定。但目前,食品添加剂存在着超范围使用和超剂量使用的问题。因此,为监督生产企业合理使用食品添加剂,保证食品的安全性,对食品中的添加剂进行分析检测是食品分析的一项重要内容。

三、食品中有害成分的分析

食品中有害成分的分析主要包括食品中的有害元素、农药和兽药残留、环境污染物、来自包装材料的有毒有害成分、加工过程中产生的有毒有害成分等。我国为了加强对食品中有害物质的控制,已建立了一系列食品中有害物质的限量标准。借助各种食品分析手段,对食品中有害物质进行分析控制,已经成为食品分析的主要内容之一。

第三节 食品分析方法的选择与标准

对食品的分析应根据分析目的、待测样品的性质和分析项目的特殊要求选择合适的分析方法,分析结果的准确度取决于分析方法的合理选择、样品的制备、分析操作的准确,以及对分析数据的正确处理和合理解释。用于生产过程指导或企业内部的质量评估,可选用分析速度快、操作简单、费用低的快速分析方法,而对于成品质量鉴定或营养标签的产品分析,则应采用法定分析方法。采用标准的分析方法,利用统一的技术手段,对于比较与鉴别产品质量,在各种贸易往来中提供统一的技术依据,提高分析结果的权威性有重要的意义。

一、分析方法的选择

样品中待测成分的分析方法往往很多,如何选择最恰当的分析方法?一般地说,应该综合考虑下列各因素。

1. 分析要求的准确度和精密度 不同分析方法的准确度和精密度各不相同。要根据生产和科研工作对分析结果要求的准确度和精密度选择适当的分析方法。

2. 分析方法的繁简和速度 不同分析方法操作步骤的繁简程度和所需时间及劳力各不相同,每样次分析的费用也不同。要根据待测样品的数目和要求取得分析结果的时间等来选择适当的分析方法,同一样品需要测定几种成分时,应尽可能选用同一份样品处理液同时测定该几种成分的方法。

3. 样品的特性 各类样品中待测成分的形态和含量不同,可能存在的干扰物质及其含量不同,样品的溶解和待测成分提取的难易程度也不相同。要根据样品的这些特征来选择待测液的制备方法、待测成分的测定方法和干扰物质的消除方法。

4. 现有条件 分析工作一般在实验室进行,各级实验室的设备条件和技术条件也不相同,应根据具体条件来选择适当的分析方法。在具体情况下究竟选用哪一种方法,必须综合考虑上述各项因素,但首先必须了解各类方法的特点,如方法的精密度、准确度、灵敏度等,以便加以比较。在满足分析所要求的准确度和精密度的前提下,应尽量选择简单、快捷的分析方法,以有效地节约分析费用,降低检验成本。

二、食品分析标准

随着社会的发展和人们生活质量的不断提高,人们对食品质量的要求越来越高。食品安全不仅为我国

人民所关注,也是当今世界上人们所关注的焦点问题之一。据不完全统计,每年因食用不安全的食品而致使数以万计的人患病,造成许多人死亡。因而,食品安全已成为全球公众健康优先考虑的问题。食品标准作为食品安全、生产、储存的依据,它的水平直接关系到人们的身体健康,更应引起我们的重视。

我国的法定食品分析标准有中华人民共和国国家标准(GB)、行业标准和地方标准等。其中国家标准为仲裁法。目前,我国已有各类食品及食品相关产品的国家标准和行业标准 6 000 余项。其中,国家标准 2 000 余项,行业标准 2 900 余项,地方标准 1 200 余项。在行业标准中,由国家各行业部委批准发布的有 NY(农业)、SC(水产)、SB(商业)、LS(粮食)等行业标准,另外还有 SN(商检)、QB(轻工)、LY(林业)、CH(供销)等。覆盖了蔬菜、水果、大米、小麦粉、食用油、水产品、白酒等 67 类食品,涵盖了产品标准、卫生与安全限量、检验方法与规程、通用标准等。

随着《食品安全法》的实施,食品安全标准将作为食品领域唯一强制执行的标准体系。根据《食品安全法》及国务院颁布的《食品安全法实施细则》的要求,国务院卫生行政部门应当对现行的食用农产品质量安全标准、食品卫生标准、食品质量标准和有关食品的行业标准中强制执行的标准予以整合,统一公布为食品安全国家标准。截至 2008 年 10 月,食品安全国家标准 454 项,其中,食品污染物、食品添加剂、真菌毒素、农药残留、包装材料用添加剂使用卫生标准等基础标准 8 项,涉及动物性食品、植物性食品、辐照食物、食饮具消毒产品、包装等相关产品标准 128 项,检验方法标准 275 项,食品企业卫生规范类标准 22 项,食物中毒诊断标准 19 项。目前,国家相关机构根据《食品安全国家标准“十二五”规划》正在进行食品标准清理整合,并制定、修订食品安全国家标准。

对于国际间的贸易,采用国际标准则更具有有效性和普遍性。目前,食品国际标准和食品分析方法的公布主要由国际食品法典委员会(CAC)、国际标准化组织(ISO)、国际卫生组织(WHO)等组织决定。

1. 国际食品法典委员会(CAC) CAC 是由联合国粮农组织(FAO)和世界卫生组织(WHO)联合组建的政府间组织协调食品标准的国际组织,是全球性农业标准化组织。食品法典包括针对要出售给消费者的所有主要食品制定的标准,无论是加工的、半加工,还是未加工的原料都包括在内。食品法典标准包括食品卫生、食品添加剂、农药和兽药残留量、污染物、标签及其描述、分析与采样方法以及进出口查验方面的规定等对食品的各种要求。截至 2009 年,CAC 已经制定了 8 000 多个国际食品标准,建立了 237 种食品的检测标准,3 274 个农药残留限量、1 005 个食品添加剂及 25 个食品污染物的安全评估。食品法典是国际公认的食品安全基准标准,目前发达国家已普遍采用。

2. 国际标准化组织(ISO) ISO 是世界上最大、最具权威的非政府间标准化机构。在平等、自愿和一致的原则下,各成员通过协商制定符合市场需求和适合世界各国的国际标准,以保护消费者利益和促进国际间公平贸易。每一个国家只能有一个最有代表性的标准化团体作为 ISO 成员,我国以国家标准化管理委员会(SAC)的名义参加 ISO 的工作。ISO 标准主要由 ISO 的各技术委员会(TC)制定和修订。从 TC 角度看,与食品加工有关的 TC 为 TC34。

ISO 标准体系涉及原料、工厂设施、生产加工过程、包装标识、产品、产品检验、产品储藏运输等过程;ISO 标准先进、科学,每个方法标准都经精密度实验,在多个实验室进行了重复性和再现性的检验;ISO 标准以方法标准为主。

3. 国际 AOAC(AOAC International) 国际 AOAC 不属于标准化组织,但它所记载的分析方法在国际上有很大的参考价值。国际 AOAC 是世界性的会员组织,其宗旨在于促进分析方法及相关实验室品质保证的发展及规范化。其前身是始创于 1885 年的美国官方农业化学家协会(Association of Official Agricultural Chemists, AOAC)。美国官方农业化学家协会于 1965 年更名为美国官方分析化学家协会(Association of Official Analytical Chemists),1991 年又更名为 AOAC INTERNATIONAL,而此处的 AOAC 代表的是“分析团体协会”(Association of Analytical Communities)。目前,AOAC 是为行业、政府机构和学术机构提供经过验证的方法、能力测试样品、认证标准和科学信息的领导者。

第四节 食品分析的发展趋势

食品分析水平的提高,取决于食品工业对食品分析提出的要求,各学科的发展为食品分析提供理论和技

术保证。农业生产和食品工业的发展,人民物质生活水平的提高,使食品分析面临许多迫切需要解决的问题;分析化学、仪器分析、有机化学、物理化学、结构化学、生物学、电子技术、计算机科学等的发展,为食品分析提供了极好的条件。因此,食品分析正面临着重要的变革和突破。它的发展趋势及主要特点表现在以下几个方面:

一、食品分析的范围逐渐扩大

过去,食品分析的范围主要涉及六大营养成分分析或是各类成分的总量,随着生产和科学研究的发展,这种宏观的分析已不能满足需要。人们需要了解氨基酸、糖类、脂肪酸的总量中各种氨基酸、各种糖、各种脂肪酸的组成和分布。此外,在各个国家的食品安全标准中,增加了越来越多的新检测项目。例如,2008年,我国发生了含有“三聚氰胺”奶粉导致婴幼儿中毒的重大食品安全事故,随后,三聚氰胺被列为奶粉的检测项目。又如2004年,欧盟对我国茶叶的农残检测项目也由29项增至62项,而日本则多达77项。

二、安全卫生指标限量值的逐步降低

由于科学工作者对食品中有害成分研究的深入,以及人们食品安全意识的提高,一些以前未知的成分将会被列入分析范围。同时,食品安全卫生指标限量值将逐步降低,并出现了诸如二噁英等污染物的超痕量指标。因此,要求逐步提高分析方法的检测灵敏度。

三、分析手段逐步仪器化

近年来,食品仪器分析方法的发展十分迅速,一些学科的先进技术不断渗透到食品分析领域中,使仪器分析方法在食品分析中所占的比例不断增长,并成为现代食品分析的重要技术手段。对于脂肪酸、蛋白质、糖类、维生素等人体必需营养成分的分析已不再停留在测定其总量上,而已从资源开发、营养评价、综合利用等全局考虑进入了分子水平的研究。由于使用了大型精密仪器如气相色谱仪、高效液相色谱仪、氨基酸自动分析仪、荧光分光光度仪等,对各类维生素、各种脂肪酸及不同的氨基酸均能进行组成成分的定量分析。

四、快速检测技术广泛应用

国际上特别是美国、欧盟等发达国家和地区通行的做法是,按一定的规范对受检产品取样进行快速检验。这种快速筛选的方法,如酶联免疫法、放射免疫法、受体传感器法、金(荧光素)标记法、cDNA标记探针法等一般是在非实验室的条件下在现场对样品进行筛检,只要检验结果为阳性,受检食品就不允许上市。当需要确切知道所检测项目的确实存在和定量结果时(如国内外贸易纠纷及仲裁、政府行为的监督检查),再把阳性样品送到实验室内,需用大型精密仪器(甚至超精密仪器)进行进一步的确证和定量分析。

因此,食品快速检测技术可以及时控制、减轻、消除食品突发事故及有毒有害物质对人体潜在的危害,降低食品中毒发生率,提高工作效率。从这个层面讲,大力发展食品安全快速检测技术是一项利国利民的大事。

思考题

1. 简述食品分析的作用和食品分析的主要内容。
2. 作为食品分析工作者应具备哪些方面的知识?
3. 食品分析发展的主要趋势体现在哪些方面?
4. 选用合适的分析方法需要考虑哪些因素?比较国家标准、国际标准和国际先进标准之间的关系与有效性。

样品的采集和前处理方法

样品采集及其前处理方法是食品分析的重要步骤和环节,直接关系到分析结果的准确性和可靠性。所谓采样就是从大量的被分析对象中抽取一部分有代表性的样品,供分析检测用。样品采集后,需要对其进行制备和前处理,选择合适的制备和前处理方法是得到正确和可靠的分析结果的重要步骤。本章主要介绍样品的采集、制备与保存及几种样品前处理方法。

第一节 概 述

多数食品具有不均匀性,同种食品由于成熟度、加工与保存方法及受外界环境影响等不同,食品中营养成分和含量都有较大差异。此外,食品具有较大的易变性,大多数食品来自动植物组织,由于其自身的组成及所携带的微生物,易导致在食品采摘、加工、保存、运输和销售过程中发生成分变化。

尽管食品和食品原料的种类繁多,成分和来源各异,分析检测的项目和要求也各不相同,但食品分析一般都要经过以下程序:①样品的采集与制备,使所采集的样品具有代表性;②样品的前处理,使其符合分析方法的要求;③选择适当的分析方法对样品进行检测,使检测结果准确可靠;④数据处理及检测报告的撰写。

不管是成品还是原材料,即使是同一种食品样品,其所含成分的分布也不会完全一致。如果采样方法不正确,所采集的样品不具有代表性,即使检测设备先进,操作仔细,其分析结果也毫无意义,甚至可能得到错误的结果。因此,样品采集的正确与否,是检验工作成败的关键。样品采集后,应当立即进行分析,以防被测组分及其含量发生变化。如果样品不能马上进行分析检测,则应该妥善保存,不能使样品出现受潮、挥发、风干、变质等现象,以保证其成分测定的准确性。

在整个食品分析过程中,样品前处理所需时间最长,约占整个分析时间的三分之二。因此,样品的前处理是分析过程中的一个重要步骤,其方法选择的适当与否、处理过程的先进与否,直接关系到分析结果的准确性。随着科学技术的不断进步,样品前处理技术围绕着以下几个方向发展:①微量化,随着检测技术及仪器的迅速发展,用于检测的样品量越来越少,与之相对应的样品前处理技术也随之向微量化方向发展;②新方法和新技术,即对传统技术和方法的改进,并引入新的原理和技术;③在线分析,是指样品前处理过程与检测装置结合在一起实现自动化的一种分析技术,今后样品分析检测的发展趋势就是将这两个过程紧密结合起来,不但可以减轻劳动强度,更主要的是可以防止由于个体差异所产生的操作误差,提高分析检测的灵敏度、准确度与重现性。

第二节 样品的采集

一、采样

从大量的被分析对象中抽取一部分有代表性的样品作为分析材料,这一过程称为样品的采集,简称采样。

采样是食品分析的第一个步骤,它需要从一大批被检测对象中,采集到能代表整批被测产品质量的小份样品,这是一个困难而且需要非常谨慎的操作过程。因此,样品的采集必须遵守一定的原则,掌握适当的方

法,并防止在采样过程中,造成某种被测组分的损失或外来成分的污染。

正确采样必须要遵守的原则:①采集的样品要均匀、有代表性,能反映出全部被检食品或原材料的组成、质量和卫生状况;②采样方法必须要与分析的目的相一致;③采样过程中要设法保持样品的原有理化特征,避免成分发生化学变化或者逸散;④防止和避免将杂质或污染物引入样品中;⑤采样方法要简便易行,采样装置的尺寸要适当。

采样时,样品可分为检样、原始样品和平均样品三种。

检样:按照规定的方法,使用适当的工具,从整批被检测对象中所抽取的样品称为检样。

原始样品:将许多份按照规定的方法所取的检样综合在一起称为原始样品(性质不相同的检样不能混成一种原始样品,而应分成相应的几种原始样品)。

平均样品:将原始样品混合均匀,再从混匀的样品中按适当的方法均匀地分出一部分作检测用,这部分样品称为平均样品。通常将平均样品分为3份,一份用于分析全部检测项目指标,称为检验样品;一份作为复检样品,当对检测结果存有争议或者分歧时使用;还有一份样品需封存保留一段时间(一般是1个月),供以后需要时进行备查,称为保留样品,但是易变质的食品一般不作保留。

二、采样的一般方法

样品采集的方法一般分为随机采样和代表性采样两种。

随机采样是按照随机的原则,从被分析的大批物料中抽取部分样品。随机采样时,要求使整批物料的各个部分都有被抽到的机会。

代表性采样则是按照系统抽样法进行采集,即已经掌握了样品随空间(位置)和时间变化的规律,按此规律采取样品,从而使采集到的样品能代表其相应部分的组成和质量,如对整批物料进行分层取样、在生产过程的各个环节取样、定期从货架上进行陈列不同时间的取样等。

随机采样可以避免人为的倾向性,但是,在有些情况下,对难以混匀的样品,如黏稠液体、蔬菜等,仅采用随机采样的方法是不够的,往往要结合代表性采样,从有代表性的各个部分分别取样,才能保证样品的代表性。因此,采样通常采用随机采样与代表性采样相结合的方式。

具体的取样方法因分析对象的不同而异。

1. 固态食品

(1) 大包装固态食品:首先按照采样件数的计算公式:采样件数 $=\sqrt{N/2}$ (N 为总件数)确定样品的采集件数。然后按照采样的件数,从样品堆放的不同部位,取出所选定的大包装样品。再将双套回转取样管(图2-1)插入包装中,回转 180° 取出样品,每一包装须从上、中、下三层和五点(周围四点和中心点)取样。将采集的样品混合均匀,利用“四分法”(图2-2)将所采集的样品缩减到所需要的样品量。

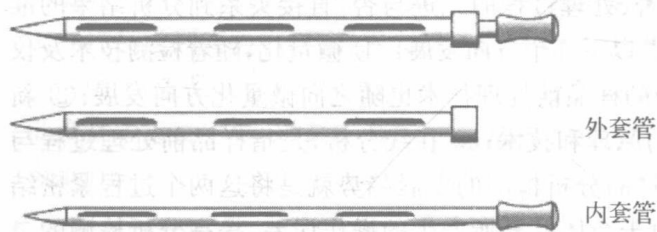


图2-1 双套回转取样管示意图

(2) 小包装食品(如罐头、袋或听装奶粉、瓶装饮料等):一般按照班次或批号连同包装一起采样。如果小包装外还有大包装,可在不同的堆放部位抽取一定数量(如 $\sqrt{N/2}$, N 为总件数)的大包装,打开包装,从中抽取小包装,再缩减到所需要的样品量。

一定数量(如 $\sqrt{N/2}$, N 为总件数)的大包装,打开包装,从中抽取小包装,再缩减到所需要的样品量。

(3) 散装固态食品:对于散装样品,应该从每批样品的上、中、下三层和五点,分别取出一部分样品,然后将样品混合均匀,按照“四分法”将样品缩减到所需要的数量。

2. 液态及半固态食品(奶油、果酱、酒类、液态调味品等) 对于包装体积不大的液体样品,应该先按照上述方法抽取一定的样品件数,开启包装,充分混匀,然后从每个包装中取一定量样品再缩减到所需要的样品量。样品量较多时可以采用旋转搅拌法混匀,样品量较少时可以采用反复倾倒法混匀。对于储存在大容器中的样品,由于不方便混匀,可采用虹吸法在容器的四角及中心五点分别取样,每点取样500 mL左右,充分混匀后再缩减到所需要的样品量。

3. 组成不均匀的固体食品(如鱼、肉、果品、蔬菜等) 对于这类样品,由于其本身组成极不均匀,个体