食品理化检验技术

SHIPINLIHUAJIANYANJISHU

主编　金文进

HEUP 哈爾濱工程大學出版社

责任编辑：唐欢欢
封面设计：恒润设计

食品理化检验技术

上架建议：食品·检验
ISBN 978-7-5661-0657-5
9 787566 106575
定价：27.00元

食品理化检验技术

SHIPIN LIHUA JIANYAN JISHU

主　编　金文进
副主编　高小龙　张　燎

HEUP 哈爾濱工程大學出版社

内容简介

“食品理化检验技术”是高职高专院校工业分析专业的一门专业课，为适应当前高职院校人才培养的要求，根据食品行业对食品理化检验的要求和课程标准，结合本校教学实情，通过调研，与行业专家共同探讨的基础上，编写了本书。本书介绍了食品检验前处理，食品感观检验、物理检验、化学检验、仪器检验和综合实训。

本书可作为高职高专工业分析专业、食品类相关专业的学生教材，也可作为食品企业在职人员培训教材及从事食品企业生产、食品质量监督与检验技术人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

食品理化检验技术/金文进主编. —哈尔滨：哈尔滨工程大学出版社，2013.8

ISBN 978-7-5661-0657-5

Ⅰ.①食… Ⅱ.①金… Ⅲ.①食品检验—高等职业教育-教材 Ⅳ.①TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 185924 号

出版发行 哈尔滨工程大学出版社
社　　址 哈尔滨市南岗区东大直街 124 号
邮政编码 150001
发行电话 0451-82519328
传　　真 0451-82519699
经　　销 新华书店
印　　刷 哈尔滨工业大学印刷厂
开　　本 787mm×1092mm　1/16
印　　张 12.75
字　　数 315 千字
版　　次 2013 年 8 月第 1 版
印　　次 2013 年 8 月第 1 次印刷
定　　价 27.00 元

http://press.hrbeu.edu.cn
E-mail:heupress@hrbeu.edu.cn

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com

前　言

“食品理化检验技术”是高职高专院校工业分析专业的一门专业课，为适应当前高职院校人才培养的要求，根据食品行业对食品理化检验的要求和课程标准，结合本校教学实情，通过调研，在与行业专家共同探讨的基础上，编写了本教材。

本教材按照工学结合人才培养模式的要求，以工作过程为导向，以典型而真实的食品检验任务为载体，以常规的理化检验技术为重点，进行工作过程系统化课程设计。教材体系与结构符合高等职业教育教学规律和学生的认知特点，既遵循“来源于岗位，服务于岗位”的循环式设计理念，又注重教材的理论完整性，以使学生具备一定的可持续发展能力。

本教材以食品的测定方法和原理为主线，按分析岗位、分析检验工作和质检人员的能力、知识和素质要求，形成书的知识框架。按照食品检验的工作岗位共设计六个模块，其中第六模块为综合实训，共十三个项目，每个项目通过工作任务来构成，每个工作任务在编排上将基础知识与任务实施相互配套，并有相应的知识拓展供参考，每个模块后有相应的习题，有些习题选用了食品检验中的实际分析数据，理论和技能相结合，适合于教、学、做一体化的教学模式。

教材内容全面跟踪中高级食品检验工职业标准所必需的知识、技能，解构了传统的学科体系课程内容，把知识点任务化。所有任务来源于企业，每个任务按实际工作的完整训练来培养学生的职业素质，目的是使学生尽快将理论知识转化为技能，将工作和学习完美融合。其中，理论以“必需、够用”为度，阐述简明扼要、深入浅出、通俗易懂，重点在于运用基本理论解决岗位中的实际问题，突出各种分析方法在食品检验中的具体应用。编写中体现科学性、先进性、实用性、实践性，理论知识与实训环节紧密结合，有利于教学实施和保证教学效果。编写以最新的国家标准或被认可的方法为依据，主要介绍食品的国家标准分析方法，使学生掌握食品企业检验岗位的实际工作技能，实现与用人单位的零距离对接。

本教材由甘肃工业职业技术学院金文进主编并统稿，由高小龙和张燎任副主编，天水质检局殷守彪工程师参与了教材内容的选取并审阅了全书稿，企业专家姜守君和张全喜在编写中提出了非常宝贵的意见，赵静老师也参加了本教材的编写工作。编写过程中还借鉴了兄弟院校出版的教材以及互联网上的相关信息，也得到了化工学院工业分析教学团队及教务处的大力支持和帮助，在此一并致以诚挚的谢意。

本教材可作为高职高专工业分析专业、食品类相关专业的学生教材，也可作为食品企业在职人员培训教材及从事食品企业生产、食品质量监督与检验技术人员的参考用书。

由于水平有限，疏漏之处在所难免，敬请专家、同行和读者批评、指正。

编　者

2013 年 5 月

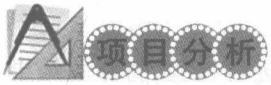
目　录

模块一　检验前的准备 …… 1
项目　食品样品的采集、保存和处理 …… 1
任务 1.1　食品样品采集 …… 1
任务 1.2　样品的前处理 …… 5
想一想,练一练 …… 11
模块二　食品的感官检验 …… 12
项目　食品感官检验 …… 12
任务 2.1　食品的感官检验 …… 12
想一想,练一练 …… 15
模块三　食品的物理检验法 …… 17
项目　食品的物理检验法 …… 17
任务 3.1　食品密度的测定 …… 17
任务 3.2　折射率的测定 …… 22
知识拓展 …… 25
想一想,练一练 …… 27
模块四　食品的化学分析法 …… 28
项目一　食品的质量分析 …… 28
任务 4.1.1　水分的测定 …… 28
任务 4.1.2　灰分的测定 …… 36
任务 4.1.3　脂肪的测定 …… 39
项目二　食品的容量分析法 …… 43
任务 4.2.1　糖的测定 …… 43
知识拓展 …… 48
任务 4.2.2　蛋白质的测定 …… 52
任务 4.2.3　酸度的测定 …… 56
模块五　食品的仪器检验 …… 63
项目一　维生素的测定 …… 63
任务 5.1.1　脂溶性维生素的测定 …… 64
任务 5.1.2　水溶性维生素的测定 …… 70
知识拓展 …… 73
项目二　食品添加剂的检验 …… 78
任务 5.2.1　防腐剂的测定 …… 79
任务 5.2.2　发色剂的测定 …… 84
任务 5.2.3　甜味剂的测定 …… 89
知识拓展 …… 93
项目三　食品中限量元素的测定 …… 97

任务5.3.1　铅的测定 …… 98
任务5.3.2　汞的测定 …… 101
任务5.3.3　砷的测定 …… 105
知识拓展 …… 108
项目四　食品中有害物质的检验 …… 111
任务5.4.1　农药残留量的测定 …… 111
任务5.4.2　黄曲霉毒素的测定 …… 117
想一想,练一练 …… 128
模块六　综合实训 …… 132
项目一　食用油脂的检验 …… 132
任务6.1.1　食用植物油的检验 …… 132
项目二　乳粉及乳制品的检验 …… 140
任务6.2.1　乳粉的检验 …… 142
项目三　酒、茶饮料的检验 …… 144
任务6.3.1　酒精饮料的检验 …… 145
任务6.3.2　茶饮料的检验 …… 148
本项目附录部分　七种组分的测定 …… 156
项目四　肉与肉制品的检验 …… 166
任务6.4.1　鲜肉的检验 …… 167
任务6.4.2　熏煮火腿的检验 …… 175
附录 …… 179
附录一　糖液观测锤度温度改正表(20 ℃) …… 179
附录二　碳酸气吸收系数表 …… 180
附录三　相当于氧化亚铜质量的葡萄糖、果糖、乳糖、转化糖质量表 …… 182
附录四　20 ℃时折光率与可溶性固形物换算表 …… 187
附录五　20 ℃时可溶性固形物含量对温度的校正表 …… 188
附录六　化学试剂标准滴定溶液和制备 …… 189
附录七　国家职业标准对食品检验工的工作要求 …… 194
参考文献 …… 198

模块一　检验前的准备

项目　食品样品的采集、保存和处理



食品理化检验工作必须按一定的程序进行。不管什么样品，食品理化检验的一般程序如下：

(1)进行食品样品的采集、制备和预处理，使其符合检测方法的要求；

(2)选择适当的检验方法进行检测；

(3)处理检测结果；

(4)按检验目的，报告检测结果。

可见任何样品，不管选取任何检测方法，都必须先进行样品的采集和保存，它是食品理化检验成败的关键步骤。如果所采集的食品样品不具有代表性或保存不当，造成待测成分损失或污染，必然会使检验结果不可靠，甚至还可能导致错误的结论。

【知识目标】掌握食品样品的采集、保存和处理的方法。

【能力目标】能对常见食品样品进行采集、保存和处理，能按规定格式出具完整的检验报告。

任务1.1　样品准备

食品样品具有如下特点：

(1)食品样品大多具有不均匀性，同种食品由于成熟程度、加工及保存条件、外界环境的影响不同，食品中营养成分和含量以及被污染的程度都会有较大的差异；同一分析对象，不同部位的组成和含量亦会有差别。

(2)食品样品具有较大的易变性，多数食品来自动植物组织，本身就是具有生物活性的细胞，食品又是微生物的天然培养基。在采样、保存、运输、销售过程中，食品的营养成分和污染状况都有可能发生变化。因此，在食品样品的采集、保存和预处理过程中都应考虑到食品样品的特点。

一、食品样品的采集

在食品样品采集前，应该根据食品卫生标准规定的检验项目和检验目的，进行周密的卫生学调查，审查该批食品的有关证件，如标签、说明书、卫生检疫证书、生产日期、生产批号等；了解待检食品的原料、生产、加工、运输、储存等环节和采样现场样品的存放条件以及包装情况等；并对食品样品进行感官检验，对感官性状不同的食品应分别采样、分别检验。在采样的同时应该详细记录现场情况、采样地点、时间、所采集的食品名称（商标）、样品编号、采样单位及采样人等事项。根据检验项目，选用硬质玻璃瓶或聚乙烯制品作为采样容器。

（一）食品样品的采集原则

对于食品理化检验，通常是从一批食品中抽取其中的一部分来进行检验，将检验结果作为这一批食品的检验结论。被检验的“一批食品”称为总体，从总体中抽取的一部分，作为总体的代表，称为样品。样品来自于总体，代表总体进行检验。正确的采样必须遵循两个原则：

（1）所采集的样品对总体应该有充分的代表性，即所采集的食品样品应该反映总体的组成、质量和卫生状况。采样时必须注意食品的生产日期、批号和均匀性，尽量使处于不同方位、不同层次的食品样品采集的机会均等，采样时不应带有选择性。对于掺伪食品和致食物中毒的样品，则应该采集具有典型性的样品。

（2）采样过程中应设法保持食品原有的理化性质，防止待测成分的损失和污染。另外，在保存和运输过程中保证样品中微生物的状态不发生变化，采样标签应完整、清楚。

（二）食品样品的采集方法

食品样品的采集方法有随机采样和代表性采样两种。随机采样是按照随机原则从大批食品中抽取部分样品，抽样时应使所有食品的各个部分都有均等的采集机会。代表性取样是根据食品样品的空间位置和时间变化的规律进行采样，使采集的样品能代表其相应部分的组成和质量。如分层取样、在生产过程的各个环节中采样、定期抽取货架上不同陈列时间的食品等。采样时，一般采用随机采样和代表性抽样相结合的方式，具体的采样方法则随分析对象的性质而异。

1. 固态食品

（1）大包装固态食品　按采样件数的计算公式：采样件数 $=\sqrt{\frac{总件数}{2}}$，确定应该采集的大包装食品件数。在食品堆放的不同部位分别采样，取出选定的大包装，用采样工具在每一个包装的上、中、下三层和五点（周围四点和中心）取出样品。将采集的样品充分混匀，使采样数量缩减到所需的采样量。

对于采集的固体样品，可以用“四分法”进行缩分。即将采集的样品放在清洁的玻璃板或塑料布上，充分混合，铺平，使厚度约为 3 cm，画十字线把样品分成四等份，去除其中对角的两份，取剩余的两份再混合，重复操作至所剩样品量为所需的采样量。

（2）小包装食品（如罐头、袋或听装奶粉、瓶装饮料等）　一般按班次或批号随机取样，同一批号取样件数为包装 250 g 以上的不得少于 6 个，250 g 以下的包装不得少于 10 个。如果除小包装外还有大包装（纸箱等），可在堆放的不同部位抽取一定数量的大包装，打开包装，从每个大包装中按“三层、五点”抽取小包装，再将采样数量缩减到所需的采样量。

(3)散装固态食品　对散装固态食品,如粮食,应自每批食品的上、中、下三层中的不同部位分别采集部分样品,混合后用"四分法"对角取样,经几次混合和缩分,最后取出有代表性的样品。

2. 液态及半固体食品(植物油、鲜乳、酒类、液态调味品和饮料等)

对储存在大容器(如桶、缸、罐等)内的食品,应先混合再采样。采用虹吸法分上、中、下三层采出部分样品,充分混合后装在干净的容器中,作为检验、复检和备查样品;对于散(池)装的液体食品,可采用虹吸法在储存池的死角以及中心五点分层取样,每层取 500 mL 左右,混合后再缩减到所需的采样量。样品量多时可采用旋转搅拌法混匀,样品量少时可采用反复倾倒法。

3. 组成不均匀的食品(如鱼、肉、水果、蔬菜等)

对于组成不均匀的鱼、肉、水果、蔬菜等食品,由于本身组成或部位极不均匀,个体大小及成熟程度差异很大,取样时更应注意代表性,可按下述方法取样:

(1)肉类、水产品等　应按分析项目的要求,分别采取不同部位的样品,如检测六六六、滴滴涕农药残留,可以在肉类食品中脂肪较多的部位取样或从不同部位取样,混合以后作为样品。对小鱼、小虾等可随机取多个样品,切碎、混匀后,缩分至所需采样量。

(2)果蔬　个体较小的果蔬类食品(如青菜、蒜、葡萄、樱桃等),随机取若干个整体,切碎、混匀,缩分到所需采样量;个体较大的果蔬类食品(如西瓜、苹果、萝卜、大白菜等),可按成熟度及个体大小的组成比例,选取若干个体,按生长轴纵剖分成 4 或 8 份,取对角 2 份,切碎、混匀,缩分至所需的采样量。

采样完毕后,根据检验项目的要求,将所采集的食品样品装在适当的玻璃或聚乙烯塑料容器中,密封,贴好标签,带回实验室分析。对于某些不稳定的待测成分,在不影响检测的条件下,可以在采样后立即加入适当的试剂再密封。

4. 含毒食物和掺伪食品

应该采集具有典型性的食品,尽可能采取含毒物或掺伪最多的部位,不能简单混匀后取样。

通常食品样品的所需采集量应该根据检验项目、分析方法、待测食品样品的均匀程度等确定。一般食品样品采集 1.5 kg,将采集的样品分为 3 份,分别供检验、复查和备查或仲裁用。标准检验方法中对样品数量有规定的,则应按要求采集。

二、食品样品的保存

由于食品中含有丰富的营养物质,有的食品本身就是动植物,在合适的温度、湿度条件下,微生物能迅速生长繁殖,使其组成和性质发生变化。为了保证食品检验结果的正确性,食品样品采集后,在运输、储存过程中应该避免待测组分损失和污染,保持样品原有的性质和性状,尽快分析。样品保存的原则和方法如下:

1. 稳定待测成分

首先应该使食品样品中的待测成分在运输和保存过程中稳定不变。如果食品中含有易挥发、易氧化或易分解的物质,应结合所用的分析方法,在采样后立即加入某些试剂或采取适当的措施,以稳定这些待测成分,避免损失,影响测定结果。例如,β - 胡萝卜素、黄曲霉毒素 B_1、维生素等见光容易分解,因此含这些成分的待检样品,必须在避光条件下保存。对于含氰化物的食品样品,采样后应加入氢氧化钠,避免在酸性条件下,氰化物生成氢氰酸

此为试读,需要完整PDF请访问: www.ertongbook.com

而挥发损失。

2. 防止污染

采集样品的容器以及取用样品的工具应该清洁，无污染。接触样品时应该用一次性手套，避免样品受到污染。

3. 防止腐败变质

所采集的食品样品应放在密封洁净的容器内，并根据食品种类选择适宜的温度保存，尽量使其理化性质不发生变化。特别是对肉类和水产品等样品，应该低温冷藏，这样可以抑制微生物的生长速度，减缓食品样品中可能发生的化学反应，防止食品样品的腐败变质。

4. 稳定水分

食品的水分含量是食品成分的重要指标之一。水分的含量影响到食品中营养成分和有害物质的浓度和比例，直接影响测定结果。对许多食品而言，稳定水分可以保持食品应有的感官性状。对于含水量较高的食品样品，如不能尽快分析，可以先测定水分，将样品烘干后保存，对后续检测项目的结果可以通过水分含量折算原样品中待测物的含量。

综上所述，食品样品的保存应做到净、密、冷、快。所谓“净”是指采集和保存样品的容器和工具必须清洁干净，不得含有待测成分和其他可能污染样品的成分。“密”是指所采集的食品样品包装应该是密闭的，使水分稳定，防止挥发性成分损失，避免样品在运输、保存过程中受到污染。“冷”是指将样品在低温下运输、保存，以抑制酶活性和微生物的生长。“快”是指采样后尽快分析，避免样品变质。

对于检验后的样品，一般应保存一个月，以备需要时复查，保存时应加封并尽量保持原样，易变质的样品不易保存。

食品样品的采集和保存

参照 GB/T 5009.2—2003 的方法测定。

一、采集方法

根据所选择食品的大小、类型确定采集的样品件数或体积数，再按照五点法在所采样的上、中、下用采样工具采样，最后混合后用四分法对角取样浓缩，取出具有代表性的样品，装入包装容器并密封，按照保存样品的原则选择适当的条件保存样品。

二、仪器

玻璃或聚乙烯塑料容器，取样工具，标签纸，一次性手套。

三、步骤

1. 对包装容器及取样工具进行清洁。

2. 获得样检。

3. 形成原始样品。

根据样品类型确定采样件数，在食品堆放的不同部位，戴上手套分别采样，取出选定的大包装。

4. 获平均样品

用采样工具在每一包装的上、中、下三层和五点取出样品，并按“四分法”进行缩分以得到所需的取样量。

5. 平均样品分成 3 份

将所采集的样品平均分成 3 分，分别供检验、复查和备查或仲裁用。

四、样品的保存

分别将样品装在密封洁净的容器内，确保其待测成分和水分不变，并无污染和腐败变质。

任务 1.2　样品的前处理

由于食品的成分复杂，待测成分的含量相差也很大，许多食品各部位组成成分差异很大，样品的采集量通常较分析所需的多，所以样品在检验之前，必须经过样品的制备、样品的前处理，从而去除干扰成分、浓缩待测成分，使检验样品具有均匀性和代表性，以满足分析方法的检出限和灵敏度的要求，保证分析的顺利进行，并得到可靠的分析结果，具体要求如下。

一、食品样品的制备

食品样品的制备是指对采集的样品进行分取、粉碎、混匀等处理工作。对于不同的食品样品，制备方法也不尽相同。食品样品制备的一般步骤如下：

1. 去除非食用部分

食品理化检验中用于分析的样品一般是食用部分。对其中的非食用部分，应按照食用习惯预先去除。对于植物性食品，根据品种不同去除根、皮、茎、柄、叶、壳、核等非食用部分；对于动物性食品需去除羽毛、鳞爪、骨、胃肠内容物、胆囊、甲状腺、皮脂腺、淋巴结等；对于罐头食品，应注意清除其中的果核、葱和辣椒等调味品。

2. 除去机械杂质

所检验的食品样品应该去除生产和加工过程中可能混入的机械杂质，如植物种子、茎、叶、泥沙、金属碎屑、昆虫等异物。

3. 均匀化处理

食品样品在采集时已经切碎或混匀，但还不能达到分析的要求。通常在实验室检验前，必须进一步均匀化，使检验样品的组成尽可能均匀一致，取出其中任何一部分都能获得无显著性差异的检验结果。

样品的制备方法一般有搅拌、切细、粉碎、研磨或捣碎，使检验样品充分混匀。常用研钵、磨粉机、万能微型粉碎机、球磨机、高速组织捣碎机、绞肉机等进行均匀化处理。制备样

品时应选用惰性材料(如不锈钢),应防止易挥发性成分的逸散及避免样品组成和理化性质的变化。

对于比较干燥的固体样品(如粮食等),为了使样品颗粒度均匀,样品粉碎后应通过标准分样筛,一般应通过20目~40目分样筛,或根据分析方法的要求过筛。过筛时要求样品全部通过规定的筛孔,未通过的部分样品应再粉碎后过筛,不得随意丢弃。

对于液态或半液态样品(如牛奶、饮料、液体调味品等),可用搅拌器充分搅拌均匀。对于含水量较高的水果和蔬菜类,一般先用水洗净泥沙,揩干表面附着的水分,取不同部位的样品,放入高速组织捣碎机中匀浆(可加入等量的蒸馏水或按分析方法的要求加入一定量的溶剂)。对制备好的食品样品应尽可能及时处理或分析。

二、食品样品的前处理

食品样品的前处理是指食品样品在测定前消除干扰成分,浓缩待测组分,使样品能满足分析方法要求的操作过程。由于食品的成分复杂,待测成分的含量差异很大,有时含量甚微,当用某种分析方法对其中某种成分的含量进行测定时,其他共存的成分常常会干扰测定。为了保证检测的顺利进行,得到可靠的分析结果,必须在分析前去除干扰成分。对于食品中含量极低的待测组分,还必须在测定前对其进行富集浓缩,以满足分析方法的检出限和灵敏度的要求。通常可以采用水浴加热、吹氮气或空气、真空减压浓缩等方法将样品处理液进行浓缩。

样品的前处理是食品理化检验中十分重要的环节,其效果的好坏直接关系着分析工作的成败。常用的样品前处理方法很多,应根据食品的种类、分析对象、待测组分的理化性质及所选用的分析方法来确定样品的前处理方法。

(一) 无机化处理

无机化处理通常是指采用高温或高温下加强氧化条件,使食品样品中的有机物分解并呈气态逸出,而待测成分则被保留下来用于分析的一种样品前处理方法,主要用于食品中无机元素的测定。根据具体操作条件的不同,可分为湿消化法和干灰化法两大类。

1. 湿消化法

在适量的样品中,加入氧化性强酸,加热破坏有机物,使待测的无机成分释放出来,形成不挥发的无机化合物,以便进行分析测定。湿消化法是常用的食品样品无机化处理方法之一。

(1)特点

优点:分解有机物速度快、时间短,加热温度较干灰化法低,可以减少待测成分的挥发损失。

缺点:在消化的过程中,会产生大量的有害气体,操作必须在通风橱中进行;试剂用量大,有时空白值较高;消化液反应剧烈产生大量泡沫,可能溢出消化瓶;消化过程中也可能出现炭化,这些都易造成待测成分的损失,所以需要细心操作。

(2)常用的氧化性强酸

常用的有硝酸、高氯酸、硫酸等,有时还可以加入氧化剂,如高锰酸钾、过氧化氢等;或加入催化剂,如硫酸铜、硫酸汞、五氧化二钒等,以加速食品样品的氧化分解。

①硝酸　浓硝酸(65%~68%,14 mol/L)具有较强的氧化能力,能将样品中有机物氧化生成 CO_2 和 H_2O,而本身分解成 O_2 和 NO_2,过量的硝酸容易通过加热除去。硝酸可以以任

何比例与水混合，恒沸点溶液的浓度为69.2%，沸点为121.8 ℃。由于硝酸沸点较低，易挥发，因而氧化能力不持久。在消化液中常常会残存较多的氮氧化物，如对待测成分的测定有干扰时，可以加入一定量的纯水加热，驱赶氮氧化物。在很多情况下，单独使用硝酸不能完全分解有机物，因此常常与其他酸配合使用。几乎所有的硝酸盐都易溶于水，但硝酸与锡和锑易形成难溶的偏锡酸(H_2SnO_3)和偏锑酸(H_2SbO_3)或其盐。

②高氯酸　高氯酸(65%～70%，11 mol/L)能与水形成恒沸溶液，其沸点为203 ℃。冷的高氯酸没有氧化能力。热的高氯酸是一种强氧化剂，其氧化能力较硝酸和硫酸强，几乎所有的有机物都能被它分解，高氯酸在加热条件下能产生氧气和氯气：

$$4HClO_4 \longrightarrow 7O_2 + Cl_2 + 2H_2O$$

除K^+和NH_4^+的高氯酸盐外，一般的高氯酸盐都易溶于水；高氯酸的沸点适中，氧化能力较为持久，用于消化样品的速度快，过量的高氯酸也容易加热除去。

在使用高氯酸时，需要特别注意安全。在高温下高氯酸直接接触某些还原性较强的物质，如酒精、甘油、脂肪、糖类等，因反应剧烈而有发生爆炸的危险。所以使用高氯酸消化时，应在通风橱中进行操作，便于生成的气体和酸雾及时排除。一般不单独使用高氯酸处理食品样品，而是用硝酸和高氯酸的混合酸分解有机物质。在消化过程中注意随时补加硝酸，直到样品消化液无炭化现象，颜色变浅为止。

③硫酸　稀硫酸没有氧化性，而热的浓硫酸(98%，18 mol/L)具有较强的氧化性，对有机物有强烈的脱水作用，并使其炭化，进一步氧化生成二氧化碳。浓硫酸可使食品中的蛋白质氧化脱氨，但不能进一步氧化成氮氧化物。硫酸的沸点高(338 ℃)，不易挥发损失，在与其他酸混合使用，加热蒸发至出现三氧化硫白烟时，可以除去其他低沸点的硝酸、高氯酸、水及氮氧化物。硫酸的氧化能力不如高氯酸和硝酸强；硫酸与碱金属(如钙、镁、钡、铅)所形成的盐类在水中的溶解度较小，难于挥发。硫酸受热分解，反应式为

$$2H_2SO_4 \longrightarrow O_2 + 2SO_2 + 2H_2O$$

(3)常用的消化方法

在实际工作中，除单独使用浓硫酸消化法外，经常采取两种不同的氧化性酸配合使用，以达到加快消化速度、完全破坏有机物的目的。几种常用的消化方法如下：

①硫酸消化法：仅使用浓硫酸加热消化样品，由于硫酸的脱水炭化作用，可以破坏食品样品中的有机物。硫酸氧化能力较弱，消化液炭化后耗时较长。通常可加入硫酸钾或硫酸铜以提高硫酸的沸点，加适量硫酸铜或硫酸汞作为催化剂以缩短消化时间。在分析有些含有机物较少的样品(如饮料)时，也可单独使用硫酸，或加入高锰酸钾和过氧化氢等氧化剂以加速消化进程。

②硝酸－高氯酸消化法：此法可采取以下两种方式进行：一是在食品样品中先加入硝酸进行消化，待大量有机物分解后，再加入高氯酸；二是将食品样品用一定比例混合的硝酸－高氯酸混合液浸泡过夜，次日再加热消化，直至消化完全为止。该法氧化能力强，消化速度快，炭化过程不明显，消化温度较低，挥发损失少。应该注意：这两种酸的沸点不高，当温度过高、消化时间过长时，硝酸可能被耗尽，参与的高氯酸与未消化的有机物剧烈反应，有可能引起燃烧或爆炸，因此也可加入少量硫酸，以防烧干，同时也可以提高消化温度，充分发挥硝酸和高氯酸的氧化作用。某些含有还原性组分(如酒精、甘油、油脂等)较多的食品样品，不宜采用此法。

③硝酸－硫酸消化法：在食品样品中加入硝酸和硫酸的混合液，或先加入硫酸，加热使

有机物分解、炭化，在消化过程中不断补充硝酸直至消化完全。由于此消化法含有硫酸，不宜作食品中碱土金属的分析。此法反应速度适中，对较难消化的食品，如含较大量的脂肪和蛋白质时，可在消化后期加入少量高氯酸或过氧化氢，加快消化的速度。

上述几种湿消化法各有优缺点，根据国家卫生标准方法的要求、检验项目的不同和待检食品样品的不同进行选择，并应同时做试剂空白试验，以消除试剂及操作条件不同所带来的误差。

(4)消化操作的注意事项：

①消化所用的试剂(酸及氧化剂)应采用分析纯或优级纯试剂，并同时做消化试剂的空白试验，以扣除消化试剂对测定的影响。如果空白值较高，应检查试剂的纯度，并选择优质的玻璃器皿并经过稀硝酸浸泡后使用。

②为了防止爆沸，可在消化瓶内加入玻璃珠或瓷片。采用凯氏烧瓶进行消化时，瓶口应倾斜，不能对着自己或别人。加热应集中于烧瓶的底部，使瓶颈部位保持较低的温度，酸雾能冷凝回流，同时也能减少待测成分的挥发损失。如果试样在消化时产生大量泡沫，可以适当降低消化温度，也可以加入少量不影响测定的消泡剂，如辛醇、硅油等。最好将样品和消化试剂在室温下浸泡过夜，次日再进行加热消化，可以达到事半功倍的效果。

③在消化过程中需要补加酸或加入氧化剂时，首先要停止加热，待消化液冷却后，再沿消化瓶壁缓缓加入，切记不能在高温下补加酸液，以免因反应剧烈致使消化液溅出，造成对操作者的危害和样品的损失。

2. 干灰化法

将食品放在瓷坩埚中，先在电炉上使样品脱水、炭化，再置于500～600 ℃的高温电炉中灼烧灰化，使样品中的有机物氧化分解成二氧化碳、水和其他气体而挥发，留下的无机物供测定用。干灰化法也是破坏食品样品中有机物质的常规方法之一。

(1)特点

优点：操作简便，试剂用量少，有机物破坏彻底；由于基本上不加或加入很少的试剂，因而空白值较低；能同时处理多个样品，适合批量样品的前处理；可加大称样量，在检验方法灵敏度相同的情况下能够提高检出率；灰化过程中不需要一直看守，省时省事；适用范围广，可用于多种痕量元素的分析。

缺点：灰化时间长，温度高，故易造成待测成分的挥发损失；高温灼烧时，可能使坩埚材料的结构改变形成微小空穴，对待测组分有吸留作用而难于溶出，致使回收率低。

(2)提高干灰化法回收率的措施

①采用适宜的温度　在尽可能低的温度下进行灰化，但温度过低会延长灰化时间，通常选用550 ± 25 ℃灰化4 h，一般不超过600 ℃。

②加入助灰化剂　为了加速有机物的氧化，防止某些组分的挥发损失和坩埚吸留，在干灰化时可以加入适量的助灰化剂。例如，测定食品中碘含量时，加氢氧化钾使碘元素转变成难挥发的碘化钾，减少挥发损失；在测定食品中总砷时，加入氧化镁，能使砷转变成不挥发的焦砷酸镁($Mg_2As_2O_7$)，减少砷的挥发损失，同时氧化镁还能起到衬垫坩埚的作用，减少坩埚吸留。

③其他措施　在规定的灰化温度和时间内，如样品仍不能完全灰化，可以待坩埚冷却后，加入适量酸或水，改变盐的组成或帮助灰分溶解，解除对碳粒的包裹。例如加入硫酸可使易挥发的氯化铅、氯化镉转变成难挥发的硫酸盐；加硝酸可提高灰分的溶解度。但酸不

能加得太多，否则产生的酸雾会造成对高温炉的损害。

（二）干扰成分的去除

测定食品中的各种有机成分时，可采用多种前处理办法，将待测的有机成分与样品基体和其他干扰成分分离后进行检测。常用的前处理方法有下列几种：

1. 溶剂提取法

依据相似相溶的原则，用适当的溶剂将某种待测成分从固体样品或样品浸提液中提取出来，而与其他基体成分分离，是食品理化检验中最常用的提取分离方法之一。溶剂提取法一般可分为浸提法和液－液萃取法。

2. 挥发法和蒸馏法

利用待测成分的挥发性或通过化学反应将其转变成为具有挥发性的气体，而与样品基体分离，经吸收液或吸附剂收集后用于测定，也可直接导入检测仪测定。这种分离富集方法可以排出大量非挥发性基体成分对测定的干扰。

3. 色谱分离法

利用物质在流动相与固定相两相间的分配系数差异，当两相作相对运动时，在两相间进行多次分配，分配系数大的组分迁移速度慢，反之则迁移速度快，从而实现各组分的分离。这种分离方法的最大特点是分离效率高，能使多种性质相似的组分彼此分离，是食品理化检验中一类重要的分离方法。根据操作方式不同，可以分为柱色谱法、纸色谱法和薄层色谱法等。

4. 固相萃取法

该法是一类基于液相色谱分离原理的样品制备技术，实际上就是柱色谱分离方法。在小柱中填充适当的固定相制成固相萃取柱，当样品液通过 SPE 小柱时，待测成分被吸留，用适当的溶剂洗涤除去样品基体或杂质，然后用一种选择性的溶剂将待测组分洗脱，从而达到分离、净化和浓缩的目的。该方法简便快速，使用有机溶剂少，在痕量分离中应用广泛。

5. 固相微萃取法

该法是根据有机物与溶剂之间“相似者相溶”的原理，利用石英纤维表面的色谱固定液对待测组分的吸附作用，使试样中的待测组分被萃取和浓缩，然后利用气相色谱仪进样器的高温、高效液相色谱或毛细管电泳的流动相将萃取的组分从固相涂层上解吸下来进行分析的一种样品前处理方法。与传统分离富集方法相比，固相微萃取法具有几乎不使用溶剂、操作简单、成本低、效率高、选择性好等优点，是一种比较理想的新型样品预处理技术。可与 GC，HPLC 或 CE 等仪器联用，使样品萃取、富集和进样合二为一，从而大大提高样品前处理、分析速度和方法的灵敏度。

6. 超临界流体萃取法

该法是近年来发展的一种样品前处理技术，超临界流体萃取与普通液－液萃取或液－固萃取相似，也是在两相之间进行的一种萃取方法，不同之处在于所用的萃取剂为超临界流体。超临界流体的密度较大，与液体相近，故可用作溶剂溶解其他物质；另一方面，超临界流体的黏度较小，与气态相近，传质速度很快，而且表面张力小，很容易渗透进入固体样品内。由于超临界流体特殊的物理性质，使超临界流体萃取具有高效、快速等特点。

7. 透析法

该方法是利用高分子物质不能透过半透膜，而小分子或离子能通过半透膜的性质，实现大分子与小分子物质的分离。

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com