



王金花 张朝晖 主编

# 食品安全检测培训教材

## 理化检测



 中国标准出版社

# 食品安全检测培训教材

## 理化检测

王金花 张朝晖 主编

中国标准出版社

北京

**图书在版编目(CIP)数据**

食品安全检测培训教材·理化检测/王金花,  
张朝晖主编. —北京:中国标准出版社,2010

ISBN 978-7-5066-5977-2

I. ①食… II. ①王… ②张… III. ①食品检验-  
物理化学分析·技术培训·教材 IV. ①TS207

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 181882 号

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 787×1092 1/16 印张 25.5 字数 595 千字

2010 年 11 月第一版 2010 年 11 月第一次印刷

\*

定价 55.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

## 编委会名单

主 编 王金花 张朝晖

编写人员(按姓氏笔画排序)

于济洋 马育松 云 环 王凤池 王金花

卢晓宇 艾连峰 刘 岩 刘旭辉 吕红英

张 蓉 张朝晖 李小林 李云巧 周俊玲

林燕奎 武利庆 贾海涛 郭春海 郭德华

高 欣 高 峰 程劲松 韩 深 蔡勤仁

## 前 言

食品安全问题是关系国民健康的重大问题,同时也是国际贸易中的重大瓶颈。伴随着我国经济的发展和人们生活水平的提高,公众的注意力已从食品供应保障转向安全营养方面,由此对检测人员的技术水平提出了更高的要求。为此,我们编写了《食品安全检测培训教材》。

本教材的编写宗旨是以适应经济社会发展,培养食品检测实验室技术型人才为目的,突出了以应用为主、理论必需、够用为度的专业培训特色,为从事食品检测领域的人员提供一本实用的参考书籍。通过本教材的学习,使得技术人员具备根据分析目的、要求和各种仪器分析方法的特点、应用范围,综合运用所学知识选择适宜的测定方法或手段解决实际问题的能力。

本教材分为《理化检测》和《微生物检测》两本。

本书为《食品安全检测培训教材 理化检测》,较全面地介绍了目前食品检测实验室常用的理化分析技术,其内容包括化学实验基础操作技术、实验数据误差与处理、滴定实验基本操作、样品前处理技术、色谱分析、光谱分析和质谱法等目前常用检测分析技术。所涉及的仪器包括气相、液相、气质、液质、紫外、电感耦合等离子体原子发射光谱、原子吸收、红外、原子荧光等通用分析检测仪器。本书针对这些仪器从其基本原理、操作要点、主要分析应用技术及实例分析等多方面、多层次进行阐述,本书的内容都是针对当前食品安全检测领域中最热点的问

## 前　　言

---

题、最突出的分析检测技术。其特点是以实用为主,力求内容新、概念准、引用资料可靠。

本书是由多年从事食品检验科研及分析技术的专家编写,汇集了他们多年工作的经验,可作为从事食品生产质量控制、食品质量检验、食品安全检验检疫、安全卫生监督工作的人员以及工商管理部门、大专院校、食品行业协会等相关专业工作者的参考用书。

本书在编写过程中,得到了北京出入境检验检疫局领导的大力支持,他们在确保本书的问世与提高编写质量上起了较大作用,在此表示由衷的谢意。

由于编者水平有限,书中不妥之处恳请广大读者批评指正。

编著者

2010年2月

# 目 录

|                            |     |
|----------------------------|-----|
| <b>第1章 绪论</b>              | 1   |
| 1.1 食品检测的任务和范围             | 1   |
| 1.2 仪器分析的特点和分类             | 2   |
| 1.3 食品检测技术的重要性和发展趋势        | 4   |
| <b>第2章 化学实验基础知识</b>        | 7   |
| 2.1 实验室的安全                 | 7   |
| 2.2 实验常用玻璃器皿的洗涤、干燥与使用      | 10  |
| <b>第3章 定量分析中的不确定度与数据处理</b> | 18  |
| 3.1 不确定度的基础知识              | 18  |
| 3.2 测量不确定度的评定              | 26  |
| <b>第4章 滴定分析</b>            | 39  |
| 4.1 滴定分析法概述                | 39  |
| 4.2 滴定分析法的应用               | 40  |
| <b>第5章 样品前处理技术</b>         | 43  |
| 5.1 常用的样品前处理技术             | 43  |
| 5.2 凝胶渗透色谱                 | 61  |
| 5.3 固相萃取技术                 | 63  |
| 5.4 超临界流体萃取                | 71  |
| 5.5 免疫亲和色谱的原理和特点           | 72  |
| 5.6 化学衍生化技术                | 73  |
| <b>第6章 毛细管气相色谱技术</b>       | 79  |
| 6.1 毛细管色谱的基本原理             | 79  |
| 6.2 毛细管气相色谱的进样系统           | 87  |
| 6.3 毛细管气相色谱的检测系统           | 95  |
| 6.4 毛细管气相色谱法的应用            | 101 |
| 6.5 实例分析                   | 110 |

## 目 录

---

|                             |     |
|-----------------------------|-----|
| <b>第 7 章 高效液相色谱技术</b>       | 113 |
| 7.1 高效液相色谱法的基本理论            | 113 |
| 7.2 高效液相色谱仪的结构              | 126 |
| 7.3 实例分析                    | 158 |
| <b>第 8 章 色谱联用技术</b>         | 162 |
| 8.1 色谱联用技术分类                | 162 |
| 8.2 气相色谱-质谱联用技术             | 165 |
| 8.3 液相色谱-质谱联用技术             | 189 |
| 8.4 其他常用色谱联用技术              | 209 |
| 8.5 实例分析                    | 214 |
| <b>第 9 章 色谱条件的选择和常见问题分析</b> | 228 |
| 9.1 毛细管气相色谱操作条件的选择          | 228 |
| 9.2 HPLC 的常见故障和排除方法         | 234 |
| 9.3 高效液相色谱-质谱分析条件的选择和优化     | 237 |
| <b>第 10 章 光谱分析法导论</b>       | 241 |
| 10.1 电磁辐射的波动性和粒子性           | 241 |
| 10.2 光谱分析法的分类及产生原理          | 242 |
| <b>第 11 章 原子发射光谱法</b>       | 246 |
| 11.1 原子发射光谱分析的基本原理          | 246 |
| 11.2 原子发射光谱谱线强度及其影响因素       | 247 |
| 11.3 ICP 及其主要特性             | 250 |
| 11.4 ICP-AES 仪器主要部件及结构原理    | 252 |
| 11.5 实例分析                   | 257 |
| <b>第 12 章 原子吸收光谱法</b>       | 260 |
| 12.1 原子结构与原子能级              | 260 |
| 12.2 原子吸收光谱的基本理论            | 263 |
| 12.3 原子吸收光谱的谱线轮廓            | 264 |
| 12.4 原子吸收光谱分析的基本关系式         | 267 |
| 12.5 影响原子吸收光谱分析的因素          | 268 |
| 12.6 原子吸收光谱分析的定量方法          | 269 |
| 12.7 原子吸收光谱仪主要部件及结构原理       | 271 |
| 12.8 实验条件优化、干扰及消除方法         | 277 |
| 12.9 在食品安全领域中的应用            | 288 |
| 12.10 实例分析                  | 294 |

|                                      |     |
|--------------------------------------|-----|
| <b>第 13 章 原子荧光光谱法 .....</b>          | 316 |
| 13.1 概述.....                         | 316 |
| 13.2 原子荧光光谱的产生原理和特性.....             | 317 |
| 13.3 氢化物的理化性质及发生方法.....              | 318 |
| 13.4 荧光淬灭现象及类型.....                  | 321 |
| 13.5 AFS 仪器主要部件及结构原理 .....           | 322 |
| 13.6 实验条件优化、干扰及消除方法 .....            | 325 |
| 13.7 在食品安全领域中的应用及应用实例.....           | 337 |
| <b>第 14 章 紫外与可见光度法 .....</b>         | 345 |
| 14.1 分子吸收光谱产生的机理.....                | 345 |
| 14.2 光的吸收定律.....                     | 349 |
| 14.3 紫外-可见分光光度计的类型 .....             | 350 |
| 14.4 紫外-可见分光光度计主要部件结构原理及重要性能指标 ..... | 351 |
| 14.5 在食品安全领域中的应用.....                | 353 |
| <b>第 15 章 红外光谱法 .....</b>            | 357 |
| 15.1 红外光谱区域的划分与红外光谱的表示方法.....        | 357 |
| 15.2 红外吸收光谱产生的条件和分子振动方程式的应用.....     | 358 |
| 15.3 红外吸收光谱仪主要部件及结构原理.....           | 360 |
| 15.4 光谱技术在食品分析领域中的应用.....            | 362 |
| <b>第 16 章 电感耦合等离子体质谱 .....</b>       | 365 |
| 16.1 电感耦合等离子体质谱的基本原理和特点.....         | 365 |
| 16.2 同位素标定法.....                     | 367 |
| 16.3 ICP-MS 仪器主要部件及结构原理 .....        | 375 |
| 16.4 实验条件优化、干扰及消除方法 .....            | 378 |
| 16.5 在食品安全领域中的应用.....                | 383 |
| 16.6 实例分析.....                       | 393 |
| <b>参考文献 .....</b>                    | 396 |

# 第1章 绪 论

## 1.1 食品检测的任务和范围

食品检测的任务是依据物理、化学、生物化学等学科的基本理论和国家食品卫生标准,运用现代科学技术和分析手段,对各类食品的主要成分、含量以及有毒有害物进行检测,以保证食品质量和安全。

食品检测主要包括:感官检验、营养成分分析、食品添加剂及食品中有毒有害物的检测和分析。本教材只针对食品添加剂及食品中有毒有害物质的检测和分析。所运用的手段主要以仪器分析为主。

### 1.1.1 食品添加剂的检测

食品添加剂是指食品在生产、加工或保存过程中,添加到食品中期望达到某种目的的物质。由于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性,故国家对其使用范围及用量均作了严格的规定。为监督在食品生产中合理地使用食品添加剂,保证食品的安全性,必须对食品添加剂进行检验,因此,对食品添加剂的鉴定和检验具有十分重要的意义。

### 1.1.2 食品中有毒有害物质的检测

正常的食品应当无毒无害,符合应有的营养素要求,具有相应的色、香、味等感官性状。但食品在生产、加工、包装、运输、储存、销售等各个环节中,由于污染混入的对人体有急性或慢性危害的物质,按其性质分,主要有以下几类:

(1) 有害元素。由于工业三废、生产设备、包装材料等对食品的污染所造成的,主要有砷、镉、汞、铅、铜、铬、锡、锌、硒等。

(2) 农药及兽药。由于不合理地施用农药造成对农作物的污染,再经动植物体的富集作用及食物链的传递,最终造成食品中农药的残留。另外,兽药(包括兽药添加剂)在畜牧业中的广泛使用,对降低牲畜发病率与死亡率、提高饲料利用率、促进生长和改善产品品质方面起到十分显著的作用,已成为现代畜牧业不可缺少的物质基础。但是,由于科学知识的缺乏和经济利益的驱使,畜牧业中滥用兽药和超标使用兽药的现象普遍存在。因此导致动物性食品中兽药残留超标。

(3) 生物毒素。这是由于食品的生产或储藏环节不当而引起的微生物污染产生的毒素,例如危害较大的黄曲霉毒素。另外,还有动植物体中的一些天然毒素,例如贝类毒素、苦杏仁中存在的氰化物等。

(4) 包装材料带来的有害物质。由于使用了质量不符合卫生要求的包装材料,例如

聚氯乙烯、多氯联苯、荧光增白剂等有害物质，造成包装材料对食品污染。

因此，对食物中有害有毒物质的检测和分析是十分重要的。

## 1.2 仪器分析的特点和分类

仪器分析(instrumental analysis)是测定物质化学组成、状态、结构和进行科学的研究及质量监控的重要手段，是分析化学学科未来发展的方向。随着科学技术的发展、社会的进步、人民物质文化生活水平的提高，人们的环境意识、质量意识都得到普遍加强，分析化学，特别是仪器分析发挥着越来越重要的作用。

依据分析原理，仪器分析法又称为物理和物理化学分析法。即用精密仪器测量物质的某些物理或物理化学性质以确定其化学组成、含量及化学结构的一类分析方法。物理分析法(physical analysis)是根据被测物质的某种物理性质与组分的关系，不经化学反应直接进行定性或定量分析的方法，如：光谱分析等。物理化学分析法(physico-chemical analysis)是根据被测物质在化学变化中的某种物理性质与组分之间的关系，进行定性或定量分析的方法。如质谱分析法等。仪器分析法适用于微量或痕量组分的测定。

根据用以测量的物质性质，仪器分析方法主要分为以下七类：色谱分析法(如GC, HPLC, 薄层色谱法)、质量分析法(如质谱法)、光谱分析法(如荧光光谱法、原子吸收法、核磁共振波谱法和拉曼光谱法等)、电化学法(如电位分析法、电位滴定法、电导法等)、热分析法(如热导法、热焓法)、电泳法和流变学分析法。本节主要讲述仪器分析方法中目前普遍用于食品检测的色谱分析法、质谱法和光谱分析法。

### 1.2.1 色谱分析法

“色谱”是希腊字“chromatography”，“Chroma”是“颜色”，“graphein”是“写”的意思。色谱法的创始人是俄国的植物学家茨维特。1903年，他在研究植物叶色素成分时，将植物叶的石油醚浸取液倒入一根装有碳酸钙的玻璃管，并继续用纯净石油醚淋洗玻璃管。结果发现在玻璃管内的植物色素被分离成具有不同颜色的谱带，“色谱”一词也就由此得名。这就是最初的色谱法。后来，用色谱法分析的物质已极少为有色物质，但“色谱”一词仍被沿用下来。色谱法应用于分析化学中，并与适当的检测手段相结合时，就构成了色谱分析法，也就是通常所说的色谱法。

20世纪50年代，色谱法有了很大的发展。1952年，詹姆斯和马丁以气体作为流动相分析了脂肪酸同系物并提出了塔板理论。1956年范第姆特提出了反映载气流速和柱效关系的范第姆特方程，建立了初步的色谱理论。同年格莱(Golay)发明了毛细柱，以后又相继发明了各种检测器，使色谱技术更加完善。50年代末期，出现了气相色谱和质谱联用的仪器，克服了气相色谱不适用于定性的缺点。近年来，由于检测技术的提高和高压泵的出现，高效液相色谱迅速发展，使得色谱法的应用范围大大扩展。目前由于高效能的色谱柱、高灵敏的检测器及微处理机的使用，使得色谱法已成为一种分析速度快、灵敏度高、应用范围广的分析仪器。

色谱法作为一种重要的分离分析方法,主要是利用不同物质在两相中具有不同的分配系数(或吸附系数、渗透性),当两相作相对运动时,这些物质在两相中进行多次反复分配而实现分离。在色谱技术中,流动相为气体的叫气相色谱,流动相为液体的叫液相色谱。固定相装在柱内的叫柱色谱,做成薄层的叫薄层色谱。根据色谱法原理制成的仪器叫色谱仪,目前主要有气相色谱仪和液相色谱仪。

气相色谱中作为流动相的载气,应不与被测物质作用且具有稳定流量(如氢气、氮气等)。载气携带着欲分离的、由气化室气化的样品通过色谱柱固定相,使样品中不同组分分离,然后分别进入检测器。气相色谱法用于分析在操作温度下能气化而不分解的物质。对于高沸点化合物、难挥发及热不稳定的化合物、离子型化合物及高聚物等,很难用气相色谱法分析。而高效液相色谱法是20世纪70年代发展起来的一项高效、快速的分离分析技术,它具有高压、高速、高效、高灵敏度等突出特点,使分离效率、分析速度和灵敏度大大提高。

### 1.2.2 质谱法

质谱法是将被测物质离子化,按离子的质荷比分离,测量各种离子谱峰的强度而实现分析目的的一种分析方法。质量是物质的固有特征之一,不同的物质有不同的质量谱——质谱,利用这一性质,可以进行定性分析(包括分子质量和相关结构信息);谱峰强度也与它代表的化合物含量有关,可以用于定量分析。

质谱仪一般由四部分组成:进样系统——按电离方式的需要,将样品送入离子源的适当部位;离子源——用来使样品分子电离生成离子,并使生成的离子会聚成有一定能量和几何形状的离子束;质量分析器——利用电磁场(包括磁场、磁场和电场的组合、高频电场和高频脉冲电场等)的作用,将来自离子源的离子束中不同质荷比的离子按空间位置、时间先后或运动轨道稳定与否等形式进行分离;检测器——用来接受、检测和记录被分离后的离子信号。一般情况下,进样系统将待测物在不破坏系统真空的情况下导入离子源( $(10^{-6} \sim 10^{-8})\text{mmHg}$ ),离子化后由质量分析器分离再检测;计算机系统对仪器进行控制、采集和处理数据,并可将质谱图与数据库中的谱图进行比较。

色谱可作为质谱的样品导入装置,并对样品进行初步分离纯化,因此色谱/质谱联用技术可对复杂体系进行分离分析。因为色谱可得到化合物的保留时间,质谱可给出化合物的分子量和结构信息,故对复杂体系或混合物中化合物的鉴别和测定非常有效。在这些联用技术中,芯片/质谱联用(Chip/MS)显示了良好前景,但目前尚不成熟,而气相色谱-质谱联用和液相色谱-质谱联用等已经广泛用于食品和药物分析。

两个或更多的质谱连接在一起,称为串联质谱。最简单的串联质谱(MS/MS)由两个质谱串联而成,其中第一个质量分析器(MS1)将离子预分离或加能量修饰,由第二级质量分析器(MS2)分析结果。最常见的串联质谱为三级四极杆串联质谱。第一级和第三级四极杆分析器分别为MS1和MS2,第二级四极杆分析器所起作用是将从MS1得到的各个峰进行轰击,实现母离子碎裂后进入MS2再行分析。现在出现了多种质量分析器组成的串联质谱,如四极杆-飞行时间串联质谱(Q-TOF)、飞行时间-飞行时间(TOF-TOF)串联

质谱以及可在不同时间顺序实现时间序列多级质谱扫描功能的离子阱和傅里叶变换分析器,大大扩展了质谱的应用范围。

### 1.2.3 光谱分析法

各种结构的物质都具有自己的特征光谱,光谱分析法就是利用特征光谱研究物质结构或测定化学成分的方法。该方法是由德国化学家本生和物理学家基尔霍夫于1858—1859年间创建的一种化学分析方法,分为发射光谱分析、吸收光谱分析、荧光光谱分析和散射(拉曼)光谱分析。根据电磁辐射的本质,光谱分析又可分为分子光谱和原子光谱。

光谱分析法开创了化学和分析化学的新纪元,不少化学元素通过光谱分析发现,已广泛地用于地质、冶金、石油、化工、农业、医药、生物化学、环境保护等许多方面,是常用的灵敏、快速、准确的近代仪器分析方法之一。

光谱分析法具有以下特点:

(1) 分析速度较快。原子发射光谱用于炼钢炉前的分析,可在1 min~2 min内,同时给出20多种元素的分析结果。

(2) 操作简便。有些样品不经任何化学处理,即可直接进行光谱分析,采用计算机技术,有时只需按一下键盘即可自动进行分析、数据处理和打印出分析结果。在毒剂报警、大气污染检测等方面,采用分子光谱法遥测,不需采集样品,在数秒钟内,便可发出警报或检测出污染程度。

(3) 不需纯样品。只需利用已知谱图,即可进行光谱定性分析。这是光谱分析一个十分突出的优点。

(4) 可同时测定多种元素或化合物,省去复杂的分离操作。

(5) 选择性好。可测定化学性质相近的元素和化合物。如测定铌、钽、锆、铪和混合稀土氧化物,它们的谱线可分开而不受干扰,成为分析这些化合物的得力工具。

(6) 灵敏度高。可利用光谱法进行痕量分析。目前,相对灵敏度可达到千万分之一至十亿分之一,绝对灵敏度可达 $10^{-8}$  g~ $10^{-9}$  g。

(7) 样品损坏少。可用于古物以及刑事侦察等领域。

随着新技术的采用(如应用等离子体光源),定量分析的线性范围变宽,使高低含量不同的元素可同时测定。还可以进行微区分析。

**局限性:**光谱定量分析建立在相对比较的基础上,必须有一套标准样品作为基准,而且要求标准样品的组成和结构状态应与被分析的样品基本一致,这常常比较困难。

## 1.3 食品检测技术的重要性和发展趋势

目前国际贸易中食品安全呈现的特点是:限制措施多种多样,检测项目越来越多。日本从2001年年底开始,对从中国进口的蔬菜提出种种限制措施,先后增加了毒死蜱、氯氰菊酯等11种农药残留和重金属的检测项目,2002年4月又将检测项目增加到43项;对进口大米检验项目最初为14项,到2001年底达到126项。出口到香港的动物及动物产

品中药物残留限量 2004 年全面实施 7 种禁止药物和 37 种(类)限制药物残留限量检验。检测低限随着检测手段的发展日益严格,如动物产品中氯霉素残留量的检验方法,就经历了采用气相色谱、液相色谱的手段到气-质联用仪的使用和目前要求的液相色谱-质谱/质谱联用检测技术,检测低限也从早期的  $5 \mu\text{g}/\text{kg}$ ,到现在要求的  $0.3 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

正是这些“农药残留指标”、“重金属元素指标”、“抗生素残留”等类的制度、条款,把我国大量不符合国际标准的产品,特别是食品、纺织品、服装、家电、玩具等拒之门外,使我国的出口受到严重影响。我国农产品由于农药、兽药残留问题,出口受阻产品种类从蜂蜜、冻鸡、酱油、茶叶延伸到整个土、畜产品和水、海产品,受阻范围也从局部国家、地区迅速扩大。仅 2002 年 8 月—2003 年 1 月,美国食品药品监管局共扣留 634 批中国进口食品,主要问题是含杂质和农药残留、食品添加剂等卫生指标不符合标准。同样,我国出口到日本和欧盟一些国家的食品也因卫生问题被进口国扣留或退货,这不仅使商家蒙受了巨大的经济损失,也使我国的出口食品丧失了良好的信誉。

同时,随着我国人民生活水平的提高,人们的观念已经从吃得饱转变到如何吃得好、吃得安全。近年来食品安全卫生日益成为社会、政府关注的焦点。食品安全已越来越引起广大消费者的密切关注和担忧。目前我国每年食物中毒报告例数约 2 万人,但据专家估计实际数量要比这个数字大 10 倍左右。食品安全问题不仅涉及广大消费者的健康,还涉及相关企业的经济效益和市场空间,关系到整个食品行业的发展。

目前色谱分析法、质谱法和光谱分析法应用于食品安全检测中,主要是针对食品中有有机化合物、天然毒素和有害元素。常用的主要分析仪器有气相色谱仪(农药残留、部分兽药残留、食品添加剂、天然毒素等);液相色谱仪(兽药残留、食品添加剂、天然毒素等);气相色谱-质谱仪(农药残留、部分兽药残留、食品添加剂、天然毒素等);液相色谱-质谱仪(农兽药残留、食品添加剂、天然毒素等);超临界色谱仪(热不稳定有机化合物、部分农兽药残留及有毒有害物质);薄层色谱仪(部分特定波长具有紫外吸收的化合物或天然产物等);高分辨气相色谱-质谱仪(结构确证及有机物的痕量分析等);光谱分析法(有害元素)。现代分析仪器的基本构成见图 1-1。

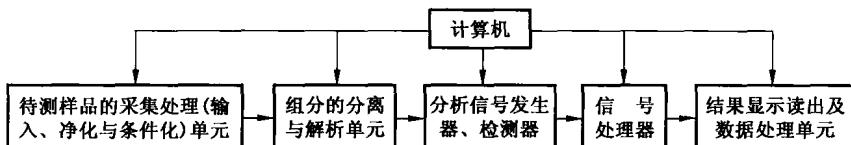


图 1-1 现代分析仪器的基本构成框图

从 1998 年的匹兹堡会议以来,食品检测中分析仪器的发展趋势有以下特点。

(1) 大量采用高新技术,仪器性能不断改善,新方法、新仪器不断涌现:如采用脉冲式火焰把硫、磷分子组分的发射与火焰本身的连续背景分开,从而大大提高信噪比,使检测器的灵敏度得到很大提高;色谱分析样品前处理上的重要进展有固相微萃取(SPME)、液相微萃取(LPME)以及管内(in-tube)SPM 技术、芯片技术和纳米技术出现。

(2) 更加微型化、专业化:如便携式气相色谱仪、气相色谱-质谱(GC-MS)、微型质谱仪等检测仪器的出现。

(3) 联用和在线分析技术的应用:如气相色谱-原子发射光谱/质谱检测器(GC-AED/MSD)联用技术、气相色谱-离子迁移谱(GC-IMS)联用技术、高效液相色谱-质谱检测器(HPLC-MSD)联用技术、毛细管电泳-质谱(CE-MS)联用技术、电感耦合等离子体-质谱(ICP-MS)联用技术、液相色谱-核磁共振谱(LC-NMR)联用技术等。

从发展的角度来看,21世纪前,经典的色谱、质谱和光谱分析技术和分析仪器多服务于现代化大生产,主要为了适应分析、监控工农业生产、保证产品质量、保障大生产流程安全高效的要求而发展、提高的。在21世纪,色谱、质谱和光谱分析技术和分析仪器的“用武之地”将大大拓展,特别引人注目的是在生物、环保、医学等有关人的生存、发展领域的应用。随着生产和科学技术的发展,对色谱、质谱和光谱分析的要求不再是以前的“是什么”、“含多少”,而是要求提供更多、更全面的信息,即从常量到微量分析、从微量到痕量分析、从痕量到超痕量分析、从静态到快速反应跟踪分析、从破坏试样到样品的无损分析、从离线到在线分析等。因此,以色谱分析和光谱分析及各种方法的联用技术手段将在食品安全的检测中起到越来越重要的作用。

## 第2章 化学实验基础知识

本章分为实验室安全和实验常用玻璃器皿的洗涤、干燥与使用两节,通过学习,了解实验室的安全用电及灭火常识,实验室一般伤害的预防与急救,掌握危险化学品的使用、实验室废弃物的处理、实验常用玻璃器皿的洗涤、干燥与使用。

### 2.1 实验室的安全

#### 2.1.1 安全用电及灭火常识

##### 2.1.1.1 引起化学实验室火灾的主要原因

引起化学实验室火灾的主要原因如下:

- (1) 易燃物质离火源太近。
- (2) 电线老化、插头接触不良或电器故障等。
- (3) 下列物质彼此混合或接触后易着火,甚至酿成火灾:
  - ① 活性炭与硝酸铵;
  - ② 沾染了强氧化剂(如氯酸钾)的衣物;
  - ③ 抹布与浓硫酸;
  - ④ 可燃性物质(木材或纤维等)与浓硝酸;
  - ⑤ 有机物与液氧;
  - ⑥ 铝与有机氯化物;
  - ⑦ 磷化氢、硅烷、烷基金属及白磷等与空气接触。

##### 2.1.1.2 灭火方法

化学实验室内一旦着火或发生火灾,切勿惊慌,应冷静果断地按表 2-1 所示方法,采取扑灭措施并及时报警。

表 2-1 燃烧物灭火方法说明

| 燃烧物       | 灭火方法                                   | 说 明                 |
|-----------|--|---------------------|
| 纸张、纺织品或木材 | 沙水、灭火器                                 | 需降温和隔绝空气            |
| 油、苯等有机溶剂  | CO <sub>2</sub> 、干粉灭火器、石棉布、干沙等         | 适用于贵重仪器上的灭火         |
| 醇、醚等      | 水                                      | 需冲淡、降温和隔绝空气         |
| 电表及仪器燃烧   | CCl <sub>4</sub> 、CO <sub>2</sub> 等灭火器 | 灭火材料不能导电,切勿用水和泡沫灭火器 |

续表 2-1

| 燃烧物                 | 灭火方法                         | 说 明                           |
|---------------------|------------------------------|-------------------------------|
| 可燃性气体               | 关闭气源, 使用灭火器                  |                               |
| 活泼金属(如钾、钠等)及磷化物与水接触 | 干砂土、干粉灭火器                    | 绝不能使用水或泡沫、CO <sub>2</sub> 灭火器 |
| 身上的衣物               | 就地滚动, 压灭火焰或脱掉衣服, 用专用防火布覆盖着火处 | 切勿跑动, 否则将加剧燃烧                 |

## 2.1.2 实验室废弃物的处理

在化学实验室中,会经常遇到各种有毒的废气、废液和废渣(简称“三废”)。如不处理,随意排放,会对周围环境、水源和空气造成污染,形成公害,因此必须要处理后才可排放。有些还要回收利用,消除公害,变废为宝。因此,“综合利用”是实验室工作中经常遇到的也是重要的组成部分。

### 2.1.2.1 有毒的废气处理

做有少量有毒气体产生的实验应在通风橱中进行。通过排风设备把有毒废气排到室外,利用室外的大量空气来稀释有毒废气。如果实验室产生大量有毒气体,应该安装气体吸收装置来吸收这些气体。例如,产生的二氧化硫气体可以用氢氧化钠水溶液吸收后排放。

### 2.1.2.2 有毒的废渣处理

有毒的废渣应埋在指定的地点,但是溶解于地下水的废渣必须经过处理后才能深埋。

### 2.1.2.3 有毒的废液处理

#### 1. 含 Cr(VI) 化合物(致癌)

加入还原剂(FeSO<sub>4</sub>、Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>)使之还原为Cr(III)后,再加入碱(NaOH 或 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), pH 调至6~8,使之形成氢氧化铬沉淀而被除去。

#### 2. 含氰化物的废液

方法有二:一是加入沉淀剂,如硫酸亚铁,使之变为氰化亚铁沉淀除去;二是加入氧化剂,如次氯酸钠,使氰化物分解为二氧化碳和氮气而除去。

#### 3. 含汞化合物的废液

加入Na<sub>2</sub>S使之生成难溶的HgS沉淀而除去。

#### 4. 含砷化合物的废液

加入FeSO<sub>4</sub>,并用NaOH调pH至9,以便使砷化合物生成亚砷酸或砷酸钠与氢氧化铁共沉淀而被除去。

#### 5. 含铅等重金属的废液

加入Na<sub>2</sub>S使之生成硫化物沉淀而被除去。