

地方应用型本科教学内涵建设成果系列丛书

食品理化检验 项目化教程



主 编 丁建英 权 英 陈梦玲



南京大学出版社

地方应用型本科教学内涵建设成果系列丛书

江苏省教育厅高等教育教学改革项目“基于CDIO的食品感官评价项目化教学研究与实践”(2013JSJG105)
常熟理工学院教育教学改革重点项目“基于CDIO理念的食品感官科学项目化教学改革”(CITJGIN201303)
常熟理工学院教学团队培育项目(食品安全与品质控制教学团队, JXNH2014115)

食品理化检验 项目化教程



主 编 丁建英 权 英 陈梦玲



南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

食品理化检验项目化教程 / 丁建英, 权英, 陈梦玲主编.
—南京: 南京大学出版社, 2016. 12

(地方应用型本科教学内涵建设成果系列丛书)

ISBN 978-7-305-17936-5

I. ①食… II. ①丁… ②权… ③陈… III. ①食品检验
—高等学校—教材 IV. ①TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2016)第 287175 号

出版发行 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号 邮 编 210093
出 版 人 金鑫荣
丛 书 名 地方应用型本科教学内涵建设成果系列丛书
书 名 食品理化检验项目化教程
主 编 丁建英 权 英 陈梦玲
责任编辑 刘 飞 蔡文彬 编辑热线 025-83686531

照 排 南京南琳图文制作有限公司
印 刷 虎彩印艺股份有限公司
开 本 718×960 1/16 印张 15.25 字数 274 千
版 次 2016 年 12 月第 1 版 2016 年 12 月第 1 次印刷
ISBN 978-7-305-17936-5
定 价 35.00 元

网址: <http://www.njupco.com>
官方微博: <http://weibo.com/njupco>
微信服务号: njyuxue
销售咨询热线: (025) 83594756

* 版权所有, 侵权必究

* 凡购买南大版图书, 如有印装质量问题, 请与所购
图书销售部门联系调换

前 言

食品理化检验是食品相关专业本科阶段的专业课程之一。本教材为应用型本科院校食品质量与安全、食品科学与工程专业本科教材,也可供食品相关从业人员参考。随着新修订的《食品安全法》的实施,各种繁多的食品营养检测指标和食品安全指标出现在食品安全国家标准中,食品理化检验在食品工业、食品检测中发挥越来越重要的作用。

作为一门重要的专业课程,结合应用型本科院校人才培养的要求,本书在编写中将传统的学科式教学体系改为实践性和开放性的项目化教学体系,在保证基础理论知识的基础上,采用项目化的形式,以任务为载体,将课程知识点贯穿于各个项目任务中,培养学生独立完成项目任务的能力,以学生为主体,强化教与学的一体化,从而提高学生的专业能力、主体性、自学能力、创新能力和信息获取能力。

食品理化检验内容广泛,方法多样,限于编者本人知识水平有限和编写的仓促,书中错误在所难免,敬请广大读者和专家批评指正,并对内容安排等提出建议,以便我们进一步研究、修改和完善。

本书在编写过程中,参考了大量专著、科研成果、食品理化检验技术方面的教材及国家标准,在此向有关专家、作者表示衷心的感谢。

编 者

2016年8月

目 录

基础知识篇

项目一 食品理化检验的内容和方法	3
项目二 实验数据的处理与检验误差	8
项目三 采样和样品制备	17

技术技能篇

模块一 食品营养成分的测定	33
项目一 水分的测定	33
项目二 灰分的测定	47
项目三 食品中酸度及有机酸的测定	58
项目四 碳水化合物的测定	67
项目五 脂类的测定	87
项目六 蛋白质与氨基酸的测定	105
项目七 矿物质的测定	121
项目八 维生素的测定	131
模块二 食品添加剂的测定	153
项目一 防腐剂的测定	153
项目二 甜味剂的测定	159
项目三 发色剂的测定	165

项目四 漂白剂的测定.....	171
模块三 食品中有毒有害物质的检验.....	178
项目一 食品中农药残留的测定.....	178
项目二 食品中兽药残留的测定.....	189
项目三 食品中黄曲霉毒素的测定.....	198

综合实践创新篇

模块一 综合实训项目.....	211
综合实训一 小麦粉理化指标的测定.....	211
综合实训二 肉制品部分理化指标的测定.....	213
综合实训三 乳粉部分理化指标的测定.....	215
模块二 食品分析新技术.....	217
项目一 生物芯片技术.....	217
项目二 核磁共振波谱法.....	222
附表.....	226
参考文献.....	235

基础知识篇

项目一 食品理化检验的内容和方法

一、食品理化检验概述

2015年新修订的《中华人民共和国食品安全法》第一百四十条对“食品”的定义如下:食品,指各种供人食用或者饮用的成品和原料以及按照传统既是食品又是药品的物品,但是不包括以治疗为目的的物品。从食品安全监督管理的角度来讲,广义的食品概念所涉及生产食品的原料包括食用农产品的种植、养殖过程接触的物质和环境,食品的添加物质,所有直接或间接接触食品的包装材料、设施以及影响食品原有品质的环境。食品新的概念还包括新资源食品。食品最基本的功能是提供构成人体组织所需要的物质、满足人体新陈代谢的需要及活动所需能量来源。食品理化检验是食品加工、储存及流通过程中质量保证体系的一个重要组成部分,是依据物理、化学、生物化学的一些基本理论和国家食品安全标准,运用现代科学技术和分析手段,对各类食品(包括食品原料、辅助材料、半成品及成品)的主要成分和含量进行检测,以保证生产出质量合格的产品。食品理化检验是分析化学与食品科学相结合的一门边缘学科,同时也是化学、生物学、物理学、信息技术等在食品质量监控中的综合应用技术。

二、食品理化检验的内容

食品理化检验是运用现代分析技术,以准确的结果来评价食品的品质,食品理化检验的范围很广,主要包括以下内容:

1. 感官品质检验

感官品质是人对食品的直接感觉,食品的感官指标有外形、色泽、味道以及食品的稠度。食品的感官品质是消费者的第一感觉,直接影响到消费者对产品的接受性。营养素等理化指标都很好的产品,如果感官品质不好同样会被消费者直接拒绝。

2. 食品营养素检验

营养素提供是食品的基本功能,食品营养素分析主要指六大营养要素:碳水化合物,蛋白质,脂肪,矿物质(包括微量元素),维生素和水的分析。2011年11月2日,卫生部公布了我国第一个食品营养标签国家标准——《食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则》(GB 28050—2011),指导和规范营养标签标示。

该标准从 2013 年 1 月 1 日起正式实施。它规定,预包装食品营养标签应向消费者提供食品营养信息和特点。

3. 食品中有毒、有害和污染物质分析

食品中的有害物质有些是自身固有的,有些是在加工或储存过程中形成的,还有些是随辅料或助剂带入的,主要包括:微生物,真菌毒素,农药、兽药残留,重金属、化学物质等。

其中,微生物主要为食源性病原菌,另外一些畜禽病毒也越来越多地成为人类健康的威胁。真菌毒素主要是微生物生长繁殖产生的有毒代谢产物如黄曲霉毒素等。农药的残留主要是农产品生产过程中施用农药后导致农副产品中农药及其有毒代谢产物等的残留,兽药残留是食用动物养殖过程中使用药物后导致的动物产品中部分药物的残留。重金属和化学物质主要来源于自然环境,生产加工中的机械、普通容器,农业三废等。

4. 食品辅助材料及添加剂的检验

在食品加工中所采用的辅助材料和添加剂一般都是工业产品,使用时的添加量和品种都有严格的规定,滥用或误用添加剂都将造成不堪设想的后果。对食品添加剂的安全评价在不断提高中,同样的评价也用于新资源食品如转基因食品等。

三、食品理化检验的方法

食品理化检验的方法随着各种分析技术的发展不断进步。食品理化检验的特征在于样品是食品,对样品的预处理为食品检验的首要步骤,如何将其他学科的分析手段应用于食品样品的分析检验是本学科重要的研究内容。根据食品理化检验的指标和内容,通常有感官分析法、物理分析法、化学分析法、仪器分析法等方法。

1. 食品的感官评定

食品感官分析法集心理学、生理学、统计学知识于一体。食品感官评定法通过评价员的视觉、嗅觉、味觉、听觉和触觉活动得到结论,其应用范围包括食品的评比、消费者的选择、新产品的开发,更重要的是消费者对食品的享受。

食品感官评定法已发展成为感官科学的一个重要分支,且相关的仪器研发也有很大进展,本课程中不专门讨论,需要时,可参考相关专门书籍。

2. 物理分析法

食品的物理分析法是利用食品的某些物理特性(如温度、密度、折光率、旋光度、沸点、透明度等)的测定,可间接求出食品中某种成分的含量,从而来评定食

品品质及其变化,目前常用的物理分析法有密度法、折光法、旋光法、黏度法、电导法等,具有操作简单,方便快捷,常适用于现场快速检测。

3. 化学分析法

以物质的化学反应为基础的分析方法称为化学分析法,它是比较古老的分析方法,常被称为“经典分析法”。化学分析法主要包括重量分析法、滴定分析法(容量分析法)和化学比色法,以及试样的处理和一些分离、富集、掩蔽等化学手段。化学分析法是分析化学科学重要的分支,由化学分析演变出后来的仪器分析法。

化学分析法通常用于测定相对含量在1%以上的常量组分,准确度高(相对误差为0.1%~0.2%),所用仪器设备简单如天平、滴定管等,是解决常量分析问题的有效手段。随着科学技术发展,化学分析法向着自动化、智能化、一体化、在线化的方向发展,可以与仪器分析紧密结合,应用于许多实际生产领域。

(1) 重量分析:根据物质的化学性质,选择合适的化学反应,将被测组分转化为一种组成固定的沉淀或气体形式,通过纯化、干燥、灼烧或吸收剂吸收等处理后,精确称量求出被测组分的含量,这种方法称为重量分析法。

(2) 滴定分析:是将一种已知准确浓度的试剂溶液,滴加到被测物质的溶液中,直到所加的试剂与被测物质按化学计量定量反应完全为止,根据试剂溶液的浓度和消耗的体积,计算被测物质的含量。当加入的滴定液中试剂的物质的量与被测物质的量定量反应完成时,反应达到计量点。在滴定过程中,指示剂发生颜色变化的突变点称为滴定终点。滴定终点与计量点不一定完全一致,由此所造成的分析误差叫作滴定误差。

根据分析任务的不同,化学分析有定性和定量分析两种,一般情况下食品中的成分及来源已知,不需要做定性分析。化学分析法能够分析食品中的大多数化学成分。

4. 仪器分析法

仪器分析法是目前发展较快的分析技术,它是利用能直接或间接表征物质的特性(如物理、化学、生理性质等)的实验现象,通过探头或传感器、放大器、转化器等转变成人可直接感受的已认识的关于物质成分、含量、分布或结构等信息的分析方法。

仪器分析是利用各学科的基本原理,采用电学、光学、精密仪器制造、真空、计算机等先进技术探知物质理化性质的分析方法,因此仪器分析是体现学科交叉、科学与技术高度结合的一个综合性极强的科技分支。这类方法通过采用光分析法、电化学分析法、分离分析法及利用热学、力学、声学等性质进行测定,一

般要使用比较复杂或特殊的仪器设备,故称为“仪器分析”。仪器分析除了可用于定性、定量分析外,还可用于结构和动态分析。

与化学分析相比,仪器分析灵敏度高,检出限量可降低,如样品用量由化学分析的 mg、mL 级降低到仪器分析的 μg 、 μL 级或 ng、nL 级,甚至更低,适合于微量、痕量和超痕量成分的测定;选择性好,很多的仪器分析方法可以通过选择或调整测定的条件,使共存的组分测定时,相互间不产生干扰;操作简便、分析速度快,容易实现自动化。

仪器分析是在化学分析的基础上进行的,如试样的溶解,干扰物质的分离等,都是化学分析的基本步骤。同时,仪器分析大都需要化学纯品做标准,而这些化学纯品的成分,多需要化学分析方法来确定。因此,化学分析法和仪器分析法是相辅相成的。另外仪器分析法所用的仪器往往比较复杂昂贵,操作者需进行专门培训。

5. 酶分析法

酶是专一性强、催化效率高的生物催化剂。利用酶反应进行物质组成定性定量分析的方法为酶分析法。酶分析法具有特异性强,干扰少,操作简便,样品和试剂用量少,测定快速精确、灵敏度高等特点。通过了解酶对底物的特异性,可以预料可能发生的干扰反应并设法纠正。在以酶作分析试剂测定非酶物质时,也可用偶联反应,偶联反应的特异性,可以增加反应全过程的特异性。此外,由于酶反应一般在温和的条件下进行,不需使用强酸强碱,因此是一种无污染或污染很少的分析方法。很多需要使用气相色谱仪、高压液相色谱仪等贵重的大型精密分析仪器才能完成的分析检验工作,应用酶分析方法即可简便快速进行。

食品理化检验方法没有绝对分类,以上仅是常用方法的介绍。相关基础学科的知识或者已经自成体系的学科分支的内容本书中不重复介绍,读者可自行参考阅读。

四、食品理化检验的分析过程

食品理化检验的分析方法尽管多种多样,但其完整的检验过程一般为:

- (1) 确定检验项目和内容;
- (2) 科学取样与样品制备;
- (3) 选择合适的检验技术,建立适当的分析方法;
- (4) 进行分析测定,取得分析数据;
- (5) 统计、处理、分析数据,提取有用信息;
- (6) 将检验结果转化为分析工作者所需要的形式;

(7) 对分析结果进行解释、研究和应用。

具体分析方法的应用将结合食品样品在本书技术技能篇中进行介绍。

思考题

1. 食品理化检验的内容有哪些？
2. 食品理化检验的常用分析方法有哪些？

项目二 实验数据的处理与检验误差

一、实验数据的处理

1. 有效数字

测量结果都是包含误差的近似数据,在其记录、计算时应以测量可能达到的精度为依据来确定数据的位数和取位。如果参加计算的数据位数取少了,就会损害结果的精度并影响计算结果的应有精度;如果位数取多了,易使人误认为测量精度很高,且增加了不必要的计算工作量。

有效数字是指在分析工作中实际上能测量到的数字。通过直接读取获得的可靠数字称为准确数字;通过估读得到的数字叫作可疑数字。因此,测量结果中能够反映被测量大小的有效数字通常包括全部准确数字和1位不确定的可疑数字。一般可理解为在可疑数字的位数上有 ± 1 个单位,或在其下1位上有 ± 5 个单位的误差。如测得物体的长度5.15 cm,记录数据时,记录的数据和实验结果真实值一致的数据位数是有效数字。

(1) 有效数字中只应保留1位可疑数字。

在记录测量数据时,只有最后1位有效数字是可疑数字。12.5000 g 不仅表明试样的质量为12.5000 g,还表示称量误差为 ± 0.0001 g,是用分析天平称量的。如将其质量记录成12.5 g,则表示该试样是在台称上称量的,其称量误差为 ± 0.1 g。

(2) 有效数字的位数还反映了测量的相对误差。

如称量某试剂的质量为0.5180 g,表示该试剂质量是 (0.5180 ± 0.0001) g,其相对误差(RE)为:

$$RE = \frac{\pm 0.0001}{0.5180} \times 100\% \approx \pm 0.02\%$$

(3) 有效数字位数与量的使用单位无关。

如称得某物的质量是12 g,2位有效数字。若以mg为单位时,应记为 1.2×10^4 mg,而不应该记为12000 mg。若以kg为单位,可记为0.012 kg或 1.2×10^{-2} kg。

(4) 数据中的“0”要做具体分析。

在可疑数字中,要特别注意0的情况。在非零数字之间与末尾时的0均为

有效数字;在小数点前或小数点后的 0 均不为有效数字。

数字中间的 0,如 2050 中两个 0 都是有效数字。数字前边的 0,如 0.012 kg,其中 0.0 都不是有效数字,它们只起定位作用。数字后边的 0,尤其是小数点后的 0,如 2.50 中 0 是有效数字,即 2.50 是 3 位有效数字。

0.078 和 0.78 与小数点无关,均为 2 位有效数字。而 506 和 220 都为 3 位有效数字,但当数字为 220.0 时则为 4 位有效数字。

(5) π 等常数,具有无限位数的有效数字,在运算时可根据需要取适当的位数。当计算的数值为 1 g 或者 pH、pOH 等对数时,由于小数点以前的部分只表示数量级,故有效数字位数仅由小数点后的数字决定。例如 $\lg x = 9.04$ 为 2 位有效数字,pH=7.355 为 3 位有效数字。

(6) 特别地,当第 1 位有效数字为 8 或 9 时,因为与多一个数量级的数相差不大,可将这些数字的有效数字位数视为比有效数字多 1 个。例如 8.314 是 5 位有效数字,96 845 是 6 位有效数字。

(7) 单位的变换不应改变有效数字的位数。因此,实验中要求尽量使用科学计数法表示数据。如 100.2 m 可记为 0.100 2 km。但若用 cm 和 mm 作单位时,数学上可记为 10 020 cm 和 100 200 mm,但却改变了有效数字的位数,这是不可取的,采用科学计数法就不会产生这个问题了。

(8) 数字修约规则。我国《数字修约规则》用“四舍六入五成双”法则。即当尾数 ≤ 4 时舍去,尾数 ≥ 6 时进位。当尾数为 5 时,则应为 5 前为偶数应将 5 舍去,5 前为奇数应将 5 进位。

这一法则的具体运用如下:

将 28.175 和 28.165 处理成 4 位有效数字,则分别为 28.18 和 28.16。

若被舍弃的第 1 位数字大于 5,则其前 1 位数字加 1,例如 28.264 5 处理成 3 位有效数字时,其被舍去的第 1 位数字为 6,大于 5,则有效数字应为 28.3。

若被舍弃的第 1 位数字等于 5,其后数字全部为零时,则是被保留末位数字为奇数或偶数(零视为偶),而定进或舍,末位数是奇数时进 1,末位数为偶数时舍弃,例如 28.350、28.250、28.050 处理成 3 位有效数字时,分别为 28.4、28.2、28.0。

若被舍弃的第 1 位数字等于 5,而其后的数字并非全部为零时,则进 1,例如 28.250 1,只取 3 位有效数字时,应为 28.3。

若被舍弃的数字包括几位数字时,不得对该数字进行连续修,而应根据以上各条作一次处理。如 2.154 546,只取 3 位有效数字时,应为 2.15,而不得按下法连续修约为 2.16。

2.154 546→2.154 55→2.154 6→2.155→2.16

2. 运算规则

(1) 加减法:在加减法运算中,保留有效数字以小数点后位数最小的为准,即以绝对误差最大的为准。

【例 2-1】 $0.012\ 1+25.64+1.057\ 82=?$

正确计算

$$\begin{array}{r} 0.01 \\ 25.64 \\ +1.06 \\ \hline 26.71 \end{array}$$

不正确计算

$$\begin{array}{r} 0.0121 \\ 25.64 \\ +1.05782 \\ \hline 26.70992 \end{array}$$

上例相加的 3 个数字中,25.64 中的“4”已是可疑数字,因此最后结果有效数字的保留应以此数为准,即保留有效数字的位数到小数点后面第 2 位。

【例 2-2】 计算 $50.1+1.45+0.581\ 2=?$

修约为: $50.1+1.4+0.6=52.1$

(2) 乘除法:乘除运算中,保留有效数字的位数以位数最少的数为准,即以相对误差最大的为准。

【例 2-3】 $0.012\ 1\times 25.64\times 1.057\ 82=?$

在这个计算中 3 个数的相对误差分别为:

$$RE = \frac{\pm 0.000\ 1}{0.012\ 1} \times 100\% = \pm 8\%$$

$$RE = \frac{\pm 0.01}{25.64} \times 100\% = \pm 0.04\%$$

$$RE = \frac{\pm 0.000\ 01}{1.057\ 82} \times 100\% = \pm 0.000\ 9\%$$

显然第一个数的相对误差最大(有效数字为 3 位),应以其为准,将其他数字根据有效数字修约原则,保留 3 位有效数字,然后相乘即可。

修约为: $0.012\ 1\times 25.6\times 1.06=?$

计算后结果为:0.328 345 6,结果仍保留为 3 位有效数字。

记录为: $0.012\ 1\times 25.6\times 1.06=0.328$

(3) 自然数,在分析化学中,有时会遇到一些倍数和分数的关系,如:

$$\text{H}_3\text{PO}_4 \text{ 的相对分子量} / 3 = 98.00 / 3 = 32.67$$

$$\text{水的相对分子量} = 2 \times 1.008 + 16.00 = 18.02$$

在这里分母“3”和“ 2×1.008 ”中的“2”都还能看作是 1 位有效数字。因为它

们是非测量所得到的数,是自然数,其有效数字位数可视为无限的。

运算中若有 π 、 e 等常数,以及 $2^{1/2}$ 等系数,其有效数字可视为无限,不影响结果有效数字的确定。

(4) 乘方:乘方的有效数字和底数相同。

【例 2-4】 $(0.341)^2 = 1.16 \times 10^{-2}$

二、检验误差及控制方法

1. 误差的分类

一个客观存在的具有一定数值的被测成分的数量,称为真实值。测定值与真实值之间的差值称为误差。

根据误差的性质,误差通常可分为两类,即系统误差和偶然误差。

(1) 系统误差

系统误差是由固定原因造成的误差,在测定的过程中按一定规律重复出现,一般有一定的方向性,即测定值总是偏高或偏低。这种误差的大小是可测的,所以又称为可定误差,系统误差可以用对照实验、空白实验、仪器纠正等方法加以校正。根据来源,系统误差可以分为方法误差、仪器误差、试剂误差和操作误差。

方法误差是由于选择的分析方法不恰当或实验设计不恰当所造成的,如反应不能定量完成,有副反应发生、滴定终点与化学计量点不一致、滴定分析中指示剂选择不当、干扰组分存在等。方法误差有时不易被人们发现,带来的影响通常较大,因此在选择分析方法时应特别注意。

仪器误差是仪器本身不够准确或未经校准引起的,如量器(容量瓶、滴定管等)和仪表刻度不准、电子仪器“噪声”过大等。

试剂误差是由试剂不合格所引起的,如所用试剂不纯或蒸馏水中含有微量杂质等。

操作误差主要指正常操作情况下,由于分析工作者掌握操作规程或控制条件不当所致,如滴定管读数总量偏高或偏低,滴定终点颜色总是偏浅或偏深、第二次总是想与第一次重复等。

(2) 偶然误差

偶然误差也称为随机误差、不可定误差,它是由一些偶然的外因所引起的误差,产生的原因也往往是不固定的、未知的、大小不一、或正或负、大小不可测的,这些误差的来源往往一时难以觉察,如环境(气压、温度、湿度)的偶然波动或仪器的性能、分析人员对各份试样相关性处理不一致等。

偶然误差虽然有时无法控制,但其出现服从统计规律,即大偶然误差出现的