

食品分析方法



SY

北京市食品研究所分析室编

前 言

本书为北京市食品研究所分析化验室根据国内外有关资料，结合工作中的实践经验编写而成。是本所现行的食品分析方法。也可供有关单位参考。

本书内容主要是食品营养成分的测定方法和部分有害物质的测定。为了便于操作，将测定注意事项列在备注内。本书内容尚不完备，食品分析的项目不很全，有待今后加以充实提高。

由于编者水平所限，书中难免有缺点错误，请读者提出批评指正。

一九八二年十二月

食品分析方法

前 言

几点说明

第一章 食品的一般成分测定.....

第一节 水分..... 2

一、直接干燥法..... 2

二、真空干燥法..... 4

三、蒸馏法..... 4

第二节 灰分..... 5

第三节 脂肪..... 7

脂肪的测定..... 7

一、索氏法..... 8

二、碱性乙醚抽提法..... 9

三、酸水解法..... 11

油脂的化学检验..... 13

一、过氧化值..... 13

二、TBA值 15

三、酸值..... 17

四、碘值..... 18

五、胆固醇的测定..... 20

第四节 蛋白质和氨基酸..... 23

一、总氮和蛋白质的测定..... 23

二、氨基酸的测定..... 26

第五节 碳水化合物	30
一、还原糖的测定	31
(一) 斐林氏快速测定法	31
(二) 碘量法测还原糖	34
二、总糖的测定	36
(一) 斐林氏法	36
(二) 蒽酮比色法	37
三、淀粉的测定	39
(一) 方法一	40
(二) 方法二	41
四、淀粉食品的d化度的测定	42
五、粗纤维的测定	46
六、果胶质的测定	48
七、木质素的测定	49
八、半纤维素的测定	51
九、可溶性无氮物	52
第六节 氯化物	52
第七节 酸度的测定	54
一、总酸的测定	54
二、挥发酸的测定	55
第二章 维生素的测定	56
第一节 维生素A的测定	58
一、三氯化锑比色法	58
二、三氟醋酸比色法	63
三、紫外分光光度法	64
第二节 胡萝卜素的测定	65

第三节	维生素B ₁ 的测定	71
第四节	维生素B ₂ 的测定	76
第五节	尼克酸的测定	79
一、	化学方法	79
二、	微生物法	83
第六节	维生素C的测定	90
一、	2,6-二氯酚酚滴定法	90
二、	2,4-二硝基苯肼法(一)	94
三、	2,4-二硝基苯肼法(二)	99
四、	荧光分光光度法	101
第三章	食品中微量元素的测定	107
第一节	一般元素	107
一、	钙的测定	107
二、	磷的测定	112
三、	铁的测定	114
四、	碘的测定	115
第二节	有害元素	118
一、	砷的测定	118
二、	总汞的测定	121
三、	铅的测定	123
第三节	原子吸收分光光度法测定金属元素	126
一、	铅、锌、铜的测定	127
二、	钙镁的测定	130
三、	铁锰的测定	132
第四章	食品中几种有害物质的测定	135

第一节	有机氯农药残留量的测定	135
第二节	黄曲霉毒素B ₁ 的测定	133
第三节	3,4-苯并芘的测定	153

附录

一、常用酸碱溶液的配制	164
二、常用指示液的配制	166
三、常用标准溶液的配制和标定	167

几点说明

一、本书所采用的名词为已有统一规定或习惯上通用者。计量单位采用公制单位。

二、温度表示：以摄氏温度计算，以 $^{\circ}\text{C}$ 表示。“常温”指 $15-20^{\circ}\text{C}$ ，“冷处”指 15°C 以下。

三、水：除注明者外均指蒸馏水。

四、溶液：除特别规定者外，“溶液”均指水溶液。

五、试剂：除注明者外，均用分析纯试剂。盐酸、硝酸、硫酸、氢氧化铵等未指明浓度者即为浓盐酸、浓硝酸、浓硫酸、浓氢氧化铵等。

六、溶液浓度：N指当量浓度，M指克分子浓度。

以%表示者系指：固体溶质重量与溶液容量的百分比。或液体溶质容量与溶液容量的百分比。如液体非单一的物质（如盐酸）时，则表示溶质的重量与溶液重量的百分比。

七、在“仪器”项中，除个别方法外大部分只列举所用特殊仪器，一般试验室常备仪器未列入此项内。

八、试剂的配制：除特殊注明者外，均按常法配制。标准溶液的配制及标定列在附表内。

九、在计算中，样品中某种成分的百分数，是指100克样品的可食部分含有某种成分的克数。

第一章 食品的一般成分测定

第一节 水分

水是人体不可缺少的物质。水的来源大部分是饮水或液体饮料，少部分来自食品。食品都会有一定量的水分，其存在状态有游离水，束缚水和结合水。天然食品和加工食品中的水分都有一定的含量，其含量多少与食品的质量有关。

一、直接干燥法

将样品磨细或切碎，在已知重量的称量瓶（矮形）中，用分析天平称入样品 2~10 克，放入预先调好温度的烘箱中。如样品为粘稠液体，要在称量瓶中加入精制海砂 5~10 克，同时放入一个稍长于称量瓶直径的小玻璃棒。恒重后称入样品使之与海砂混合，必要时在水浴上加热并不断搅拌，尽可能蒸去水分，然后移入烘箱中，在 100°C~105°C 烘干四小时，取出加盖在干燥器内冷却，称重。再烘干 1 小时，冷却后称重，重复操作至前后两次重量之差不超过 0.002 克为止。如后一次重量高于前次重量，则以前一次重量计算。

$$\text{水分}(\%) = \frac{\omega_1 - \omega_2}{\omega} \times 100$$

式中：

ω_1 ——称量瓶加样品重（克）；

ω_2 ——恒重后称量瓶加样品重（克）；

ω ——样品重（克）；

水分测定结果计算到小数点后第一位，第二位四舍五入。平行试验允许差不超过 0.2%。

备注:

1、水分的测定必须及时, 接到样品时应首先测定水分

2、粘稠样品应加海砂, 用短玻璃棒搅拌使样品分散。

在烘干过程中要搅拌1~2次。

3、海砂的精制方法: 取较纯净的海砂, 先过筛, 取20~40目部分, 用水漂洗(倾倒法), 沥干。用盐酸(1:1)煮1~2小时, 倒去盐酸, 用水漂洗至中性。在烘箱中烘干, 再移入700~800°C灰化炉中灼烧2—4小时, 冷却装瓶备用。

4、样品的重量和干燥温度可参考下表

种 类	样品重量(克)
谷类及加工品	2
淀粉、豆类	2
肉类	3—5
卵	5
奶粉、茶	2
炼乳	10
油类、吉司	2—3

样 品 种 类	干燥温度°C
动物性食品等含蛋白 质多的样品	98°~100°
糖 类	100°~103°
通常植物性食品	100°~105°
糖类高温快速法	110°以上
谷类一次烘干法	130°C40分钟
食 盐	140~150°3小时
油 脂	100°C不超过105°C 不超过3小时。

二、真空干燥法

在100°C以上加热容易变质和含有不易除去结合水的样品如食糖等需用此方法。测定时如上法称取样品后，置真空干燥箱中，以适当温度减压干燥。一般温度在70°C以上，压力一般在600毫米汞柱以上。根据干燥失重计算样品中水分含量。

三、蒸馏法

样品中含有大量挥发性物质时，用干燥法测定误差较大，用蒸馏法结果准确。其原理是样品中加入与水不相溶的有机溶剂（一般用甲苯和二甲苯），使水分与之共同蒸出，从蒸出水的容量计算样品中水分含量。

（一）操作步骤

1、称取样品适量（估计含水2—4毫升），置于特制的水分测定蒸馏器的烧瓶中，加入甲苯约100毫升，（以足够浸没样品为度）。

2、连接蒸馏装置，从冷凝管顶端加入甲苯使装满受器的刻度管。

3、加热至沸，徐徐蒸馏，蒸馏速度约每秒钟2滴，至水分大部分蒸出后略增高速度至每秒钟4滴。

4、至水分全部蒸出，蒸馏器的受器刻度管中的水量不再增加为止。停止加热。

5、从冷凝管顶注入少量溶剂，洗下管壁上的水滴，再蒸馏片刻，至受器上部及冷凝管壁无水滴为止。

6、读取刻度管中水层容量，按下式计算样品的水分含

$$\text{水分}(\%) = \frac{\text{刻度管中水层的容量(毫升)}}{\text{样品重量(克)}} \times 100$$

(二) 备注

1、样品用量一般谷类豆类约20克，鱼、肉、卵、乳制品约5~10克，蔬菜、水果约5克。

2、有机溶剂一般为甲苯，沸点 110°C 。有些样品在此温度可能分解时，可用苯、沸点 80°C 代替、蒸馏时间需延长。

3、加热温度不宜太高，温度太高时冷凝器上部有水汽难以回收。蒸馏时间大约2—3小时。样品不同时间可更长。

第二节 灰 分

食品中的灰分是食品经烧灼后所遗留的无机物。其中主要是无机盐类和氧化物，还有泥砂及食物中的二氧化硅等。

测定食品中的灰分，可以了解食品中无机盐类的含量，同时灰分含量也表示出食品的质量。

一、总灰分的测定

灰分中主要是钾、钠、钙、镁、硫、硅、磷、铁等的盐类和氧化物，以及其它微量元素。灰分有水溶性与水不溶性灰分，酸溶性灰分与酸不溶性灰分之分。一般所测定的灰分为总灰分。

(一) 仪器

- 1、灰化炉。
- 2、瓷坩埚。30毫升或50毫升。
- 3、干燥器。

(二) 操作步骤

1、坩埚的恒重：用稀盐酸(1:4)将坩埚煮1~2小时，然后洗净放在灰化炉内 $550^{\circ}\sim 600^{\circ}\text{C}$ 烧灼30分钟，待炉温降至 200°C 以下时，将坩埚移入干燥器中，冷却后在分

析天平上称量并记录之。

2、碳化：准确称取样品 2 ~ 5 克于坩埚中，在电炉上加热碳化至无烟后移入灰化炉。有些样品直接加热时膨胀外溢必须进行处理，处理方法如下：

(1) 必须预先干燥的样品：含水分多的食品如蔬菜，水果、鱼、肉及其制品等，应先在烘箱内尽量使之干燥。液状食品如酱油、醋等，饮料如酒、果汁等要先在水浴上蒸发干涸，然后碳化。

(2) 碳化时膨胀的样品如砂糖、果酱、淀粉、蛋白、鱼类等，可先在电炉随时调正火力，小心地加热防止内容物溢出，或加数滴纯植物油，然后缓缓加热，至碳化完全后灰化之。

(3) 须燃烧的样品：如油脂类，先用弱火加热除去水分，再点水燃烧至火焰小后，加盖灭火然后灰化。

3、灰化：样品经碳化后，将坩埚移入灰化炉在 550 ~ 600 °C 下灼烧 2 ~ 3 小时，待炉温降至 200 °C 以下时取出，如灰化不完全可加过氧化氢或 10% 硝酸铵，10% 硝酸等氧化剂，在水浴上蒸干然后再灼烧至白灰色。

(三) 计算：

$$\text{灰分}(\%) = \frac{\text{坩埚} + \text{灰分重}(\text{克}) - \text{空坩埚重}(\text{克})}{\text{样品重}(\text{克})} \times 100$$

(四) 备注：

1、灰化容器可以用蒸发皿或坩埚，用坩埚带盖在碳化时比较安全。在坩埚恒重前应标明号码。其方法是：将结晶氯化高铁溶于少量兰墨水中，用钢笔沾此溶液写在坩埚侧面上，然后在灰化炉内灼烧。

2、灰化温度不能超过 600°C ，否则磷酸盐熔化凝结为固形物，使氧化困难，温度过高钾、钠等也会挥发。

3、碳化和灰化过程中要注意加盖（可以将坩埚盖住大部分），避免样品溅出，或炉壁掉进杂质。

4、灰化时有时表面一层灰白，但其中残留碳块，此时可加少量氧化剂如过氧化氢等，用玻璃棒将碳块压碎在水浴上蒸干再灰化。

5、完全灰化时灰分不一定是灰白色，有时可能有各种淡的颜色，如样品中含有铜和铁则分别为淡兰色和褐色。

6、测定灰分时样品用量：干样品2~5克，含水样品10~20克，含水多的如饮料40克。

第三节 脂 肪

脂肪是人体的重要组成成分，其主要生理功能是：（1）供给热能，在体内完全氧化所产生的热量约为9千卡。（2）供给必须的脂肪酸；（3）作为皮肤腊是身体对外界防护物质的一部分。（4）是身体某些器官和神经的防护性隔离层或填充衬垫；（5）是脂溶性维生素的主要来源。

脂肪广泛存在于动植物体内，植物的所有组织均含有脂肪，而主要是在种子、果实中。动物脂肪分布在皮下组织、肌肉间，内部器官的周围和骨髓成分中。人体脂肪来源于食物，食物中脂肪含量高其生理热能也较高，所以测定脂肪含量对了解食品的质量，营养价值有重要的意义。

〈脂肪的测定〉

脂肪的测定方法很多，一般最常用的是用低沸点溶剂萃取，或用酸碱处理，然后用有机溶剂萃取。还有应用于乳和乳制品的哥布氏法（Gerber），巴布克料（Babcock）

法，红外法，色谱法，折射率法、比重法、皂化法等。此处仅列举一般试验室常用的方法。

一、索氏 (Soxhlet) 法

(一) 原理

利用脂肪溶于有机溶剂的性质，将样品在索氏脂肪抽出器中用有机溶剂反复萃取，即可将脂肪浸提出来，蒸去溶剂，残留物的重量为脂肪含量。此方法所提取的脂肪为游离脂肪，其中除脂肪外尚有游离脂肪酸、蜡、磷脂、固醇、树脂、色素及其它醚溶性物质，故称为粗脂肪。有些植物样品脂肪含量少，萃取物中大部分为非脂肪物质，不能代表样品中脂肪的含量，可称为乙醚提取物。

(二) 仪器与试剂

- 1、索氏脂肪抽出器。
- 2、恒温水浴锅。
- 3、恒温干燥箱。
- 4、无水乙醚。
- 5、无水硫酸钠。

(三) 操作步骤

1、准确称取磨细均匀的样品 2 ~ 10 克，置 105 °C 烘箱中干燥 3 小时，然后无损地包在脱脂的滤纸中。将包有样品的滤纸包放入脂肪抽出器的抽出筒内，纸包的长度不能超过抽出筒虹吸管的高度。含水样品要先加入 5 ~ 10 克无水硫酸钠吸水（在研钵中研磨），然后包在滤纸中。

2、在已经干燥恒重的抽提瓶（脂肪瓶）中加入占容积约三分之二的无水乙醚。将脂肪抽出器各部联接好，在 75 ~ 80 °C 水浴上加热，使乙醚每 5 ~ 6 分钟环流一次。抽提时间

一般为4~8小时,视样品而定,如谷类、面粉约4小时,干样品约12~14小时。

3、抽提完毕,将纸包取出,再接上冷凝管继续环流一次,然后回收乙醚。

4、待抽提瓶中的乙醚将要蒸发完毕时,移于水浴上驱除遗留的溶剂。

5、将抽提瓶外部擦干,在100~105°C恒温干燥箱中干燥1~2小时,移入干燥器中冷却,称重。再干燥1小时称重,至前后两次重量之差不超过0.001克为止。平行试验允许差不超过0.5%。

(四) 计算

$$\text{粗脂肪}(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

式中:

W_1 ——脂肪抽提瓶与脂肪共重(克);

W_2 ——空瓶重(克);

W ——样品重(克)。

二、碱性乙醚抽提法(Röse-Gottlieb法)

(一) 原理

食品中结合性脂肪不能用乙醚直接提取,须先用碱处理,使酪蛋白钙盐溶解,降低其吸附力,使脂肪球与乙醚结合。加乙醇是使溶于乙醇的物质留在溶液中。加石油醚可以使乙醚不与水互溶,只抽出脂肪和类脂物质,同时也可使分层清晰。

本方法适用于能在碱性溶液中溶解,或能形成均匀混悬胶体的样品,如牛乳、奶油、乳粉等。为乳制品脂肪测定的

标准方法。

(二) 仪器与试剂

1. 具塞量筒 100毫升。
2. 刻度吸管 5毫升。
3. 脂肪抽出器。
4. 恒温水浴。
5. 恒温干燥箱。
6. 氢氧化铵 化学纯。
7. 乙醇95% 化学纯。
8. 石油醚 沸程 $30^{\circ}\sim 60^{\circ}\text{C}$ 。
9. 无水乙醚。

(三) 操作步骤

1. 精确称取样品1~5克，于100毫升具塞量筒中加蒸馏水10毫升溶解（如为液体样品可直接吸取10毫升于量筒中）。

2. 加入氢氧化铵2毫升，用玻璃棒搅匀。将玻璃棒取出先用10毫升乙醇洗涤，再用乙醚25毫升冲洗玻璃棒，洗液倒入量筒中，加塞振摇1分钟。

3. 加入石油醚25毫升，振摇一分钟，静置约30分钟，待分层清晰，将混合醚层吸出，经干燥滤纸滤入已知重量的脂肪瓶中。

4. 于量筒中加入乙醚，石油醚（1：1）混合液10毫升，不要振摇放置5分钟，吸出醚层滤入上述脂肪瓶中。

5. 于量筒中再加入乙醇2毫升，乙醚、石油醚（1：1）混合液30毫升，振摇一分钟，静置分层，吸出醚层滤入上述脂肪瓶中。重复4，5项操作一次。

6. 在水浴上回收脂肪瓶中的混合醚液。然后将脂肪瓶置 $100^{\circ}\sim 105^{\circ}\text{C}$ 干燥2小时, 取出放干燥器中冷却, 称重。再干燥半小时, 称重。至连续两次重要之差 不超过 0.001 为止。

(四) 计算

$$\text{脂肪}(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

式中:

W_1 ——脂肪瓶加脂肪重(克);

W_2 ——空脂肪瓶重(克);

W ——样品重(克)。

三 酸水解法

(一) 原理

用盐酸水解样品, 破坏蛋白质, 纤维素等组织, 使其中结合性脂肪转变为游离脂肪, 再用乙醚和石油醚提取之。但是, 在用强酸破坏组织时, 有些物质被破坏而产生另一种物质进入乙醚中, 所以最后需用石油醚处理。

本方法测定的脂肪为总脂肪, 适用于加工食品和结块的不溶性样品, 以及不易除去水分的样品。

(二) 仪器与试剂

1. 具塞量筒 100毫升。
2. 脂肪抽出器。
3. 恒温水浴。
4. 恒温干燥箱。
5. 盐酸溶液: 比重1.19的浓盐酸25份加水11份。
6. 乙醚。