

食品 分析及实验

刘长虹 主编



化学工业出版社

食品分析及实验

刘长虹 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

食品分析及实验/刘长虹主编. —北京: 化学工业出版社, 2006.3

ISBN 7-5025-8394-7

I. 食… II. 刘… III. ①食品分析 ②食品检验
IV. TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 022613 号

食品分析及实验

刘长虹 主编

责任编辑: 杨立新

文字编辑: 彭爱铭

责任校对: 周梦华

封面设计: 张 辉

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

购书咨询: (010)64982530

(010)64918013

购书传真: (010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

大厂聚鑫印刷有限责任公司印刷

三河市东柳装订厂装订

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 15 字数 368 千字

2006 年 4 月第 1 版 2006 年 4 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-8394-7

定 价: 29.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

随着社会发展和科学进步,食品的工业化和商品化的比重迅速增加。在食品工业快速发展的同时,与百姓身心健康息息相关的食品质量问题也更加受到人们关注。从事食品生产、经营和研究的工作者,不仅需要了解或掌握食品开发和生产技术,还必须能够判定食品的质量优劣。是否能够了解食品优劣的界定标准并运用分析检验技能,是衡量食品开发和研究水平的重要指标之一。

食品分析是检测和评价食品品质的一门学科。它应用基础化学、物理学、生理学、营养学、生物学、现代仪器学等学科的知识于食品质量检验,涉及的内容广泛,分析的对象十分复杂,分析的方法和手段多种多样。为了适应食品工业迅猛发展的需求,作者根据多年食品研究和教学的经验体会,并收集采纳了一些国内外有关资料,编写了本书。

简明且实用为本书编写的宗旨,编者力求内容容易理解和操作,适合大多数食品工作者的使用,同时注重知识的系统合理性及新颖性。主要包括了样品的准备、分析方法选择、感官分析、物理检验、一般成分的分析、添加剂的测定、有害成分的检测、食品及其原料特性指标分析等的基本原理和方法概要;并具体地介绍了二十一项常用的食品分析实验。

本书可供高等学校轻工食品类、食品质量与安全、商品检验、农产品贮藏与加工、粮油储藏与加工等专业或专业方向作为教材或参考书,也可供食品卫生检验、质量监督、各类食品企业和研究所等单位的有关科技人员作为工具书。

本书的绪论、第二章、第三章由刘长虹编写,第一章由蔡凤英编写,第四章由霍权恭编写,第五章由刘长虹和何雅蕾编写,第六章由张长付和霍权恭编写,第七章由于秀荣和蔡凤英编写,第八章由于秀荣和张长付编写。全书由刘长虹组织和整理。

本书编写过程中得到了河南工业大学的陈洁、毕艳兰、李桂华、刘秀芳等老师的大力帮助,在此一并表示感谢。

限于编者的水平及时间所限,书中的不妥之处,敬请读者批评指正。

编者

2006年1月于郑州

内 容 提 要

本书围绕食品分析的基本原理和方法，系统论述样品的准备与处理、分析方法的选择、数据处理等食品分析基础性问题。在书中重点对食品的感官分析、物理检验、主要成分分析、添加剂测定、有害成分检测和食品特性指标分析等方面进行了介绍和探讨，力求简明扼要，同时针对实际需求，书中列出了二十一个重要的食品分析实验。

本书可以作为食品科学与工程专业本科、专科教材或参考书，也可作为食品研究开发人员、生产人员、经营管理者，以及相关专业技术人员的实用工具书。

目 录

绪论	1
第一章 食品分析普通知识	6
第一节 样品的准备	6
第二节 样品的前处理	10
第三节 食品分析方法的选择	18
第四节 实验数据处理	23
第五节 国内外食品分析标准简介	33
第二章 食品感官分析	38
第一节 感官分析概述	38
第二节 感觉	39
第三节 感官实验的准备和基本要求	46
第四节 食品感官检验的常用方法	50
第五节 感官分析的应用	61
第三章 食品的物理检验	64
第一节 密度与比体积检验	64
第二节 气体压力的测定	68
第三节 折光检验	69
第四节 旋光度检验	73
第五节 黏度检验	75
第六节 液体色度、浊度的测定	76
第七节 质构测定	79
第四章 食品一般成分的分析	81
第一节 水分的测定	81
第二节 灰分的测定	86
第三节 脂类的测定	90
第四节 碳水化合物的测定	95
第五节 蛋白质的测定	105
第六节 维生素的测定	111
第七节 酸性物质的测定	116
第五章 食品添加剂的测定	119
第一节 概述	119
第二节 食品中防腐剂的测定	120
第三节 抗氧化剂的测定	125
第四节 着色剂和发色剂的测定	127

第五节 食品漂白剂的测定·····	131
第六章 食品中有害成分检测 ·····	136
第一节 农药残留测定·····	136
第二节 霉菌毒素测定·····	139
第三节 天然植物毒素的分析·····	144
第四节 杀虫药剂残留量测定·····	147
第五节 有害金属元素的测定·····	150
第六节 其他有害成分检测·····	157
第七章 食品及其原料特性指标分析 ·····	162
第一节 油脂特性分析·····	162
第二节 方便食品淀粉糊化度的测定·····	167
第三节 酶活力测定·····	170
第四节 小麦粉品质测定·····	176
第八章 食品分析实验 ·····	187
实验一 食品感官实验·····	187
实验二 食品容重、比容的测定·····	191
实验三 比重计的使用·····	192
实验四 饮料中 CO ₂ 含量和饮料固形物的测定·····	193
实验五 旋光仪的使用·····	195
实验六 矿泉水浊度的测定·····	196
实验七 食品水分含量测定·····	197
实验八 食品中灰分含量测定·····	200
实验九 食品中粗脂肪的测定·····	201
实验十 食品中粗蛋白的测定·····	202
实验十一 酱油中氨基酸态氮的测定·····	204
实验十二 食品中还原糖的测定·····	205
实验十三 食品中淀粉含量的测定·····	207
实验十四 新鲜水果中维生素 C 含量的测定·····	208
实验十五 香肠中亚硝酸盐的测定·····	210
实验十六 植物油中抗氧化剂的测定·····	211
实验十七 果汁饮料中人工合成色素的测定·····	213
实验十八 面粉中过氧化苯甲酰残留量的测定·····	214
实验十九 油脂化学常数的测定·····	215
实验二十 方便食品淀粉 α 化度的测定·····	220
实验二十一 面粉中淀粉酶活力测定·····	222
附录 ·····	225
参考文献 ·····	230

结 论

“民以食为天”，食品是人类不可缺少的一类特殊物质，是维持人体生命活动所必需的营养物质和能量的最主要来源，并以其所特有的色、香、味、形及口感给人们以享受。此外，有的食品还具有预防及治疗疾病，提高人体免疫能力的功能。但是人们在食用食品的同时，不可避免地摄入食品中可能存在的有害物质，所以说食品也是有害物质进入人体的最主要媒介。为了对食品及其原料进行全面、客观的评价，必须采用科学的、系统的分析检测手段。食品分析作为一种技术手段，在食品的质量监控、营养评价、膳食结构的合理安排、食品中有害物质的分析、伪劣食品的检测、仪器资源开发利用、维护消费者的权益、保障人们身体健康及满足人们物质生活的需求等方面起着重要的作用。

一、评价食品的因素

食品的种类繁多，可以是原料性的，也可以是经加工而改变性状的半成品或成品，而且各种食品的物理状态、构成成分、口感及风味都有很大差异，具有不同的营养价值和感官特性，以满足人们不同的需要。综合评价一种食品的品质一般应从以下几个方面来考虑。

1. 食品中所含营养物质的种类、含量及分布

食品品质首先要考虑其含有营养物质的种类及含量。这些营养物质是否为人体的必需的营养物，其存在的形式、含量及分布是否能满足人们生理的需要和食品加工的要求。尤其是对特殊类群的人，更应注意某些特殊营养物的含量。

2. 食品的色、香、味、形、质地及口感

人们食用食品，除获得营养物质以维持人体正常活动外，从某种意义上讲，更重要的是一种感官享受。不同种群的人都有其特殊饮食习惯和饮食文化，对食品的风味要求各异。食品的色、香、味、形、质地和口感等是衡量食品优劣的重要指标，也是食品能否作为人们所接受商品的决定性因素。

3. 食品的卫生指标

食品的原料本身可能会含有有害物质，在加工过程、运输过程、储藏及销售过程中也可能产生或引入有害物质。这些物质有天然存在的，也有人为污染的，它们都会对人体健康产生不良影响，所以食品的各项卫生指标是衡量食品能否食用的决定性因素。

二、食品分析的研究内容

为了对食品进行全面、客观的评价，必须采用科学的、系统的分析检测手段。食品分析是研究分析检测食品的方法，并采用这些方法研究与评定食品品质及其变化的一门学科。它是建立在分析化学、无机化学、有机化学、物理化学、仪器分析、微生物学、生物化学、食品化学、物理学、数理统计学等学科基础上而发展起来的一门独立的学科。

根据食品分析的任务，食品分析研究以下方面的内容。

1. 食品分析理论和技术的研究

随着社会及科学技术的发展，对食品分析方法的灵敏度、速度、准确性等提出了更多更

高的要求，如要求建立一些快速现场分析方法，以适应市场监督的需要；与人体健康有关的痕量组分含量及存在状态的分析；各种掺伪食品的快速准确检验；食品在加工、储藏过程中组分的变化分析等。深入研究食品分析的理论及前处理方法，借鉴相应学科的技术建立新的食品分析方法是食品分析研究的重要内容。

2. 食品中营养物质的分析

食品中的水分及固形物（灰分、有机酸、蛋白质、脂肪、碳水化合物等）是构成食品的基本成分，其中水分、碳水化合物、脂肪、蛋白质、矿物质的总含量一般占固形物的99%以上，它们的含量基本上表示了食品的营养品质。因此，这些物质的分析测定是食品分析最重要的内容，也是食品分析的常规项目。

在食品中除大量含有以上物质外，还含有维生素、痕量元素及少量氨基酸等物质。痕量元素、维生素的含量一般在 $10^{-9} \sim 10^{-6}$ 数量级。营养学和生物化学研究表明，这些物质与人体各种代谢有密切关系，对人体健康有极为重要的作用。因此，食品中各种痕量营养物质的分析也是食品分析的重要内容。

3. 食品的感官评价

通过人的视觉、味觉、嗅觉、触觉等对食品进行分析评价称为感官分析。消费者是通过感官评定食品的好坏，并与嗜好建立起联系的。这种方法简单、快速、灵敏，并且是其他食品分析方法所无法替代的。食品的接受性评价，只能通过感官分析来进行，即食品的色、香、味、形及口感是以感官检验为基础的，感官评价也是食品分析的重要内容之一。

4. 食品中有害物质的分析

食品中除含有人体必需的各种营养物质外，还含有一些被认为是有害的物质。对这些物质的检测，即食品卫生检验，构成了食品分析的又一关键内容。食品中的有害物质按其来源可分为两类：一类是天然存在的，包括原料及食品中原来就含有的，如棉籽油中的棉酚，蜂蜜中的雷公藤碱，植物块茎中所含有的生物碱，以及动植物种植、饲养、储藏等形成的自然污染，如各种农药残留、有害重金属、霉菌生长所产生的毒素等；另一类是人为加入的，主要包括食品生产过程中引入的有害物质，如超量的食品添加剂及其中存在的有害物质，从设备、容器中溶出的痕量有害金属，焙烤食品中的多环芳烃等。

食品的污染也可根据其性质分为两大类。

(1) 生物性污染 各种真菌毒素和有害细菌，如黄曲霉毒素、大肠杆菌、沙门菌等。

(2) 化学性污染 如农药及熏蒸剂的残留、有害金属的污染、包装材料中有害物质的污染、食品加工过程中产生的化学污染物等。

5. 食品辅助材料及添加剂的分析

食品的生产需要使用各种辅助材料和添加剂。WHO/FAO（世界卫生组织/联合国粮农组织）及各个国家在这方面都有严格的规定与要求。这些物质的分析，对保证食品的品质和维护人们的身体健康有重要意义。

三、食品分析的方法

对于各类食品，分析目的各异，并且绝大多数食品的基本组成是天然高分子物质，其成分十分复杂，含量范围变化非常大，促使食品分析必须根据分析目的及对象采取相应的分析测试技术。食品分析的方法很多，根据食品分析的内容及任务，主要采用以下几类方法。

1. 理化分析方法

这是食品分析的主要方法。它包括物理分析技术、传统的常规化学分析方法以及仪器分析方法等。这类分析方法的分析结果往往准确度高、重复性好，且容易实现仪器化、自动化。因此，为食品分析最主要的常用方法。

(1) 物理分析法 通过对被检测食品的某种物理性质，如温度、密度、折射率、旋光度、沸点、透明度、气体压力等的测定，可间接求出食品中某种成分含量，或者得到一些食品特性指标，进而判断食品的品质。物理检验方法简便、实用，在实际工作中应用广泛。特别是现代物性测定仪器的出现，使食品物理检验已经成为一个备受人们关注的领域。由于视觉本身就是物理特性引起的，常规实验过程需要人的视觉判断，所以，物理分析也是其他分析方法的基础，往往通过测定物理量来衡量化学变化的结果，仪器分析就更离不开物理量的检测。比如以颜色变化来判定化学反应的终点、测定比容作为感官评价的一个项目等。

(2) 化学分析法 是以物质的化学反应为基础的分析方法。主要包括重量分析法和滴定分析法两大类。化学分析法适用于食品中常量组分的测定，所用仪器设备简单，测定结果较为准确，是食品分析中应用最广泛的方法。虽然目前有许多高灵敏度、高分辨率的大型精密仪器应用于食品分析，但现代仪器分析也需要用化学方法处理样品，而且仪器分析测定的结果必须与已知标准对照，所用标准物往往要用化学分析法进行测定。因此经典的化学分析法仍是食品分析中最重要的方法之一。

(3) 仪器分析法 是以物质的物理化学性质为基础的分析方法。这类方法需要借助较特殊的仪器，如光学或电学仪器，通过测量试样溶液的光学性质或电学性质，从而求出被测组分的含量。在食品分析中常用的仪器分析方法有以下几种。

① 光线分析法 根据物质的光学性质所建立的分析方法，主要包括分光光度法、发射光谱法、原子吸收分光光度法和荧光分析法等。

② 电化学分析法 根据物质的电化学性质所建立的分析方法，主要包括电位分析法、电导分析法、电流滴定法、库仑分析法、伏安法和极谱法等。

③ 色谱分析法 是一种重要的分离富集方法，可用于多组分混合物的分离和分析，主要包括气相色谱法、液相色谱法（又分为柱色谱和纸色谱）及离子色谱法等。

此外，还有许多用于食品分析的专用仪器，如氨基酸自动分析仪、全自动全能牛奶分析仪、自动凯氏定氮仪、食品质构仪等等。仪器分析方法具有简便、快速、灵敏度和准确度较高等优点，是食品分析的发展方向。但其投资大、耗材贵、维护费用高，资金不足的小单位或企业较难实现。

2. 生物学方法

这类方法包括利用待测组分的生物活性而采用的生化技术进行测定的方法，以及免疫学、组织形态学、微生物学等方法，如用酶化学法测定淀粉的糊化度、蛋白质种类的鉴别等。这类方法往往操作繁琐，技术要求较高，周期较长，准确性常不如理化方法。然而生物学方法反应条件温和、专一性好、效率高，在很多分析方面是无法以其他方法替代的。

微生物广泛地分布于自然界中。绝大多数微生物对人类和动、植物是有益的，有些甚至是必需的。而另一方面，微生物也是造成食品变质的主要因素，其中病原微生物还会致病，某些微生物在代谢过程产生毒素，还会引起食物中毒。因此，欲正确揭示食品的卫生情况，加强食品卫生管理，保障人们的健康，并对防止某些传染病的发生提供科学依据，必须对食品的微生物指标进行检验。食品的微生物检验包含了细菌形态学、细菌生理学、食品卫生细菌学、真菌学检验等，主要对食品中细菌总数、大肠菌群以及致病菌进行测定。除此之外，

某些食品还需检测霉菌、酵母菌，罐头食品还需检测商业无菌。由于篇幅和学科所限，本书不包括微生物检验部分。

3. 感官评定方法

这类方法是利用人的各种感觉器官（眼、耳、鼻、舌、皮肤）所具有的视觉、听觉、嗅觉、味觉、触觉等，结合平时积累的实践经验，对食品的色、香、味、形、质地和口感进行检验的方法。感官检验作为食品检验的重要方法之一，具有简便易行、快速灵敏、无需专门设备和仪器等特点。适合于目前还不能用仪器定量评价的某些食品特性检验，特别是感觉差异检验和嗜好评价等。但这类方法往往对检验者有特殊的要求，检验前要对检验者进行专门训练。感官评定方法是食品分析本身所特有的分析方法，也是必须面对消费者的评价方法，虽然这类方法准确性差、主观因素大，但由于数据统计和分析的科学性，使其成为一个完整的分析手段，也是其他方法所不能取代的。

四、食品分析的基本程序

食品分析的过程通常包括三个步骤：样品的采集及处理，成分含量或特性指标的测定，数据处理及分析结果的表示。

1. 样品的采集及处理

样品的采集及处理包括样品的采集、制备及保存、样品的前处理，是食品分析中非常重要而往往又是比较繁琐的部分，而且对分析的准确性影响很大。样品的前处理是食品分析研究的重要内容，已形成了食品分析这门学科的自身体系及特色。

2. 成分含量或特性指标的测定

有益成分和无益成分，甚至有害成分的含量检测是食品分析的重要任务。通过各种理化检验或生物检验方法，得出可靠的含量数据。

一些食品指标是无法用“含量”来表示的，如食品的物理性质、感官性质，甚至一些化学性质也不能用含量表示，比如酶活性、碘呈色度等。因此需要用特殊的手段进行检测，从而得到特性指标的数据。

3. 数据处理及分析结果的表达

实验所得结果大多需要进行整理和计算才能符合分析报告的要求。数据处理包括平行样结果计算、偏差或误差评估、数理统计、相关性分析、概率计算和显著性分析等。随着计算机的应用普及，可用于实验结果的处理软件逐步完善，使原来需要大量计算的工作变得非常简单，而且数据的处理更加准确可靠。分析结果的表示，应该是根据检验要求，经过整理后的表达形式。

五、食品分析的现状与发展趋势

（一）食品分析的进展状况

随着科学技术的进步及食品工业的飞速发展，人们对食品的研究逐步深入，食品分析也得到了相应的发展。食品分析的方法逐步由经典的化学分析转变为仪器分析法，如重量法、容量法逐步被一些大型仪器分析的方法（如原子吸收分光光度法、气相色谱法）所取代；仪器分析中应用最广泛的分光光度法在食品分析中发挥了重要作用，近二十年来由于新的显色试剂及流动注射分析的发展，新的技术如多元络合光度、胶束增溶光度、多阶导数光度等的应用，分光光度法在食品分析中又得到新的发展；谷物及奶制品等的快速测定可以利用近红

外光谱法，谷物等样品的近红外光谱分析法已成为北美等地的标准分析方法；由于 ICP（感应耦合等离子体光谱）灵敏、准确、快速、线性范围宽、干扰小，可同时测定多个元素，在分析食品的痕量元素方面表现了巨大威力，今后有可能取代原子吸收法而成为痕量元素的主要分析方法；高压液相色谱分析食品中氨基酸、糖类、维生素、有机酸、食品添加剂等具有快速、灵敏等特点，应用日趋广泛；近年来迅速发展的毛细管电泳，在食品成分分离分析方面具有巨大潜力；毛细管气相色谱-质谱联用仪分析食品风味成分有其独到之处，逐渐成为食品分析中不可缺少的手段；X 射线荧光光谱、免疫化学法、放射化学法在食品分析方面的应用也有报道；经典的化学分析逐渐仪器化、自动化，自动凯氏定氮仪、纤维素测定仪等便是这方面的例子。

食品感官品质和物理特性指标的测定仪器已经进入实验室。识味仪、电子鼻等用于识别不同的风味成分，以此更加精确地了解风味的物质基础，且使结果更加客观。质构仪、流变仪用于食品的质地特性和流变特性的检测，与感官分析配合，更加深入客观地掌握食品的各种因素对质地品质的影响。声波检测仪用于测定粮食的储藏品质变化等。新的物理检验手段层出不穷。

在这些发展中，仪器分析是理化分析发展的方向，而经典物理、化学分析仍是基础。这不仅由于仪器分析的标定和校准等常常是以化学分析和物理检验为基础，而且由于很多仪器分析方法要求用物理和化学方法进行前处理，两者之间互相促进、互为补充、共同发展。

这里要特别指出的是，由于电子计算机的应用，使仪器分析发展到一个更高的阶段。电子计算机用于控制仪器、处理数据、检索与存储信息，在实现实验室的自动化与网络化方面起着重要作用。

（二）食品分析的发展趋势

目前食品分析的发展还远远适应不了形势发展的要求，如分析的结果主要还是一维的、静态的数据，食品中成分的分布及其对加工、人体消化吸收的影响及变化，尤其是成分之间的协同作用的研究还很不深入，因此对于某些成分分析的要求并不明确；分析的速度及灵敏度往往不能满足实际的需要，如满足现场检测和在线检测的方法较少，不能适应市场经济发展的要求和生产的需要；食品风味成分的确认及分析方法有待深入研究；食品分析的前处理往往繁琐等等。随着社会的快速进步，今后食品分析的发展会非常迅速，以满足社会和经济的需求。

1. 进一步利用最新的科学技术成果及电子计算机技术。不断完善仪器分析方法，降低成本，更加可靠，维护更加容易，使用更方便。计算机科学在食品分析上的应用将更加普及，新的实验方案设计、实验结果处理软件会不断出现。

2. 开发更多更好的前处理方法及灵敏、准确、简便、快速的分析检测手段，以及与其相配套的实验仪器。使更多的食品品质指标得到检测，也使大批量的检验工作劳动强度减小，而准确度提高。

3. 引入更多的生物技术。由于生物反应机理比较复杂，需要进一步的研究和发现，利用生物原理可以使一些理化方法难以了解的指标得到准确的分析。食品中生物活性成分的研究也将不断深入。

4. 食品的动态检测将是一个待开发的领域。为了使分析结果多维化、动态化，食品成分和特性在储存、加工和人体消化过程的转化形式和转化结果将成为未来食品分析的一个重要研究方面。

可以相信，随着社会的发展，食品分析这门学科会被人们更加重视，在理论上和技术上将会得到长足的进步。

第一章 食品分析普通知识

第一节 样品的准备

样品的准备包括样品的采集、制备及保存，是食品分析中非常重要而往往又是比较繁琐的步骤。它对后来的食品分析结果有重要的影响。

一、样品的采集

(一) 采样和样品

食品分析的第一步就是样品的采集。从被分析的对象中，使用适当的工具并按照规定的方法，采取一定数量能够代表整体质量的部分，供分析用，该部分叫做样品。采取样品的过程叫采样或扦样、取样、抽样。

(二) 样品的分类

按照样品采集的过程，样品可分为检样、原始样品、平均样品和试验样品（即试样）。

检样：由整批被检对象的各部分，或生产线上的不同时间，使用适当的工具，按规定的方法采取的小量被检对象。检样的多少，按该产品中检验规则所规定的抽样方法和数量执行。

原始样品：将许多份质量相同的检样混合在一起，叫做原始样品。原始样品的数量是根据受检物品的特点、数量和满足检验的要求而定。一般应不少于 2kg。

平均样品：将原始样品按规定方法混合均匀，再从这些均匀的平均样品中按规定方法分出一部分，供实验室分析用，这部分样品称为平均样品。为使样品具有代表性，平均样品也应有一定的数量保证。

试验样品：平均样品经混合分样，根据需要从中抽取一部分用于分析测定用的样品称为试验样品，简称试样。

要特别注意的是，只能将质量相同的检样混合在一起作为原始样品，对所采取的不同质量的检样应作为另一份原始样品、平均样品、试样，单独进行分析。

(三) 正确采样的要求和意义

食品的组成成分复杂多样，且食物组成及其分布往往不均匀。因此，样品的正确采集是食品分析工作中的重要环节。

在实际工作中，要检验的物料称为被检对象，常常量都很大，组成有的很均匀，而有的很不均匀，实验时有的需要几克样品，而有的只需几毫克。因此正确采样必须遵循以下原则：第一，采集的样品要均匀、有代表性，要能反映全部被检样品的组成、质量和卫生状况；第二，采样方法与分析目的要一致；第三，采样及样品制备过程中设法确保原有的理化指标，避免成分逸散或引入杂质，防止待测组分发生化学变化或丢失；第四，要避免和防止待测组分被污染；第五，样品的处理过程尽可能简单易行，所用样品处理装置大小应和要处理的样品量相适应。

从大量的被测物质中，为了能够采集出代表整批质量的少量样品供分析测试用，必须由经过专门训练的合格人员，根据分析目的，按照一定的规则，制定周密的采样计划，使用适当的工具进行合理采样。

（四）采样的种类

采样可分为客观性采样（随机方式采样）、选择性采样。一般采用客观性采样，但在某些情况下，如食品的霉变、虫害、鼠害等分布常常不均匀，此时采用客观性采样不能保证发现所存在的问题，应采用选择性采样。

1. 客观性采样

客观性采样是指对一批食品的每一部分都有均等被抽取机会的采样，即随机采样。

一般情况，常规分析检测工作是从大量食品中采集客观性样品。采样的目的可能是监督管理的需要，或者可能是为一特殊目的搜集数据。在制定采样计划时，应考虑多种因素：食品的种类；食品的批量（包装种类）；可能存在问题的性质，如细菌、真菌毒素或害虫污染、化学毒素或化学品（农药、化肥、杀虫剂、食品添加剂等）残留，不恰当的热处理等；对人类健康的危害程度；是否存在病原体，是否符合成分标准及卫生标准；是否假货，有无掺杂及有害夹杂物；包装是否完好；有无接受或拒收的依据；分析结果的置信度等。

2. 选择性采样

选择性采样即采样过程中有目的地采集样品。常用于一些特殊情况下，怀疑个别产品不合格，甚至危及消费者身体健康的个别不安全因素，必须进行选择性采样。

当怀疑某部分被检对象有掺杂或观察到与一般情况不一致时，即可采取选择性采样。选择性采样比客观性采样简单，且直截了当，因为通常情况下总有某些证据或其他信息将那些可作为样品的食品选择出来。选择性采样，在检验过程中可在食品生产、加工、运输、销售、消费等任何一个环节进行，如车间、仓库、批发商处、市场上或零售点等均可。

进行选择选择性采样应采集对照样品，对样品袋加以标识，封好保存。选择性采样的方法随检验的内容不同而改变。

（五）采样数量

采样数量应能反映食品的卫生质量和满足检验分析项目对试样量的需求。一般散装样品取样量每份不少于0.5kg。检验掺伪物的样品，与一般的成分分析的样品不同，分析检验的项目事先不明确，属于捕捉分析，因此，取样量应相对要多一些。具体采样量根据分析对象的性质不同而不同。样品应一式三份，分别供检验、复查、备查或仲裁使用。

（六）采样注意事项

1. 采样必须注意生产日期、批号、代表性与均匀性，食物中毒和掺伪食品除外。

2. 一切采样工具、器皿、包装等均应清洁，任何有害物质或被测组分不得带入样品中。例如，供微生物检验用的食品，采样时应严格遵守无菌操作规程；测定苯并[a]芘的样品不可用石蜡封口，因为有的石蜡中含有该物质。

3. 样品原有的微生物状况和理化指标应设法保持，检验前不得受到污染、发生变质。

4. 感官品质差别很大的食品不许放在一起，要分开包装，注明其性质。感官不合格的产品不必进行理化检验，直接判为不合格产品。

5. 盛装样品的容器根据要求选用硬质玻璃或聚乙烯制品，容器上贴牢卷标，做好标记（注明名称、采样地点及日期、方法、批号、数量、分析项目和采样人员）。

6. 抽取样品后，应立即送检测室进行化验分析以免发生变化。

7. 不能及时进行分析的样品应妥善保存。易挥发、变质的样品应保存在 $0\sim 5^{\circ}\text{C}$ 的冰箱里或加入无干扰的防腐剂或保护剂；含维生素、胡萝卜素、黄曲霉毒素的样品，应避免光保存。

8. 食物中毒和掺伪食品的样品采集，要具有典型性。

9. 检验后样品的保存，一般在检验结束后，应保留 1 个月以备需要时复检。易变质食品不予保留。检验取样一般取可食部分，以检验的样品计算。

(七) 采样工具

为便于采样及确保采取的样品具有代表性，采样要使用专用的工具。根据被检物料的性状、包装等情况，应用不同的采样工具。对于粮食、油料、粒状或粉状样品，常用专用的采样装置——扦样器（又称粮探子）进行采样。扦样器分为散装和包装样品用扦样器。每种扦样器又分为粉状、中小粒和大粒样品扦样器。对流动的粮食、油料、食品和倒包采样时，通常使用采样铲；对液体样品使用扦样瓶或采样管；对小包装样品采样采取人工捡取的方法。

除此之外，采样中可能还会用上镊子、刀片、剪刀、手电筒和放大镜等器具。

(八) 采样方法

1. 蔬菜、水果的采样

应随机采集多个单独个体，然后用适当方法进行缩分。

如有 100 箱被砷污染的地区出产的梨，需要明确这批梨中砷含量，如大于 0.03mg/kg ，就不能作为商品销售。每箱装平均 200g 的梨 64 个，100 箱共 6400 个，总重 1280kg。检测砷时一次要用样 50g，约 $1/4$ 个梨。正确采样的方法是：

(1) 从 100 箱梨中随机挑出 10 箱；

(2) 从这 10 箱的每箱梨中随机取 8 个梨；

(3) 把所取出的 80 个梨混合，从中随机取出 9 个作样品，但这些样品还需根据一定方法进行处理，制得试样而进行分析。

2. 罐头食品的采样

包装好的罐头，按检测对象数量的平方根随机采样；生产在线采样时，按生产班次进行，采样量为 $1/3000$ ，尾数超过 1000 罐时，增采 1 罐，每班每个品种采样基数不得少于 3 罐。

3. 肉类、水产品等的采样

根据分析目的分别选用不同采样方法采取不同部位的样品或混合后采样。通常从动物胴体的不同部位随机采样。若要了解某特定部位的情况时，就只随机采集该部位样品。如分析脂肪中的成分，只采集脂肪部分。

4. 乳及乳制品的采样

采样时应先将奶专用搅拌棒自上而下、自下而上各以螺旋式转动 20 次混合均匀，每次采样量不少于 250mL。如对多桶样品分析时，按各桶重量确定各桶的采样量，混匀后用采样管采样。一般每千克可采样 $0.2\sim 1.0\text{mL}$ 。对桶或箱装乳粉采样数为总数的 1%，用已消过毒的专用开口采样扦，在容器中心和四角各采集一扦样品，放在盘中混匀，采取量约为总量的 $1/1000$ 作为试样。对于瓶装或听装的样品，按该批产品堆放的不同部位随机采取总数的 $1/1000$ 作为检样，不得小于 2 件，尾数超过 500 件者加抽 1 件。

5. 粮食、油料的采样

采样时以同种类、同批次、同等级、同货位、同车船（舱）为一个检验单位。它的代表

数量：特大粒粮食和油料，通常不超过 50t，中、小粒粮食和油料通常不超过 200t。

采用多点随机采样，每个采样点取 0.5kg 样品作为检样。

（九）样品采集后的处理

样品按规定的方法采集后，应装入洁净的适当容器中，贴上标签（注明名称、日期、代表数量、采样方法及地点等），由经手人签封、登记，并尽快送至分析实验室。必须妥善保存样品，防止水分和挥发性成分散失及腐败或霉变，避免交叉污染，必要时应冷冻保存。

二、样品的制备

按规程采取的样品是原始样品，一般数量过多、颗粒较大、组成不均。但实际测定时，进行分析的只是一部分样品。样品制备是指对原始样品的分取→粉碎→混匀→缩分得到平均样品的过程，使在分析检测时取任何部分都能代表全部样品。样品制备过程中，一定要防止组分的变化和交叉污染。样品的制备，处理方法要保证不破坏和不损失待测成分。不同的样品要选用不同的制备方法。

（一）搅拌

液体、浆体、悬浮液体，一般是将样品摇动和充分搅拌使其均匀后采取需要的量。常用的简便搅拌工具是玻璃棒和电动搅拌器。易溶于水或适当溶剂的样品，应将其溶于溶液并搅拌均匀。加热可熔化的样品，可先加热使其熔化为液体，然后混匀。膏状样品，可采用在聚乙烯袋中捏挤的方法混匀。互不相溶的液体，如油与水的混合物，分离后分别采取。

（二）机械混匀法

机械混匀方法，适用于粉末状或中小粒的粮食或食品的原始样品混匀，即用四分法或分样器取得平均样品。四分法和分样器常用于缩分样品，保证了样品的代表性和均匀性。

1. 四分法

将样品倒在光滑平坦干净的玻璃板、木板或其他平面上，用两块分样板把样品刮成正方形或圆形，从样品两边铲起样品约 10cm 高，对准样品堆中心同时抖落，如此从不同方向反复混合 4~5 次（中心点不动），将样品刮成等厚的圆形或正方形，用分样板在样品堆上划两条对角线分成四个部分，取出任意对顶的样品，剩余样品仍按上述方法反复分取，直到剩余的样品接近所需检测的样品量为止。

2. 分样器法

分样器由漏斗、分样格、接样斗等部件组成。样品通过分样格被分成均匀的两部分。分样器适用于中小粒原粮、油料和小颗粒食品的混合、分样。

（三）研磨

对含水量较高的新鲜食品（水果、蔬菜、肉类等）、高脂肪的样品（花生、菜子、芝麻等）可用研磨或捣碎方法进行破碎，在研磨的同时往往与前处理相结合。研磨通常使用研钵、组织捣碎机、均化器等，对大量样品可用自动研钵。研磨生物试样时，细胞被破坏，酶会急剧活化，此时为阻止酶的活化应加入阻化试剂，以免发生化学变化。对于蛋类食品，去壳后用打蛋器打匀。对于罐头食品，取可食部分，并取出各种调味品后，再捣碎制备均匀。制备样品时，必须把带核的果实、带骨的畜禽、带鳞的鱼等样品预先去核、骨或鳞等不可食部分，然后进行样品的制备。

（四）粉碎和过筛

粮食和含水量低的固体食品常用这种制备方法。常用的粉碎设备有粉碎机、咖啡磨、旋

风磨等。对小麦之类样品，将麸皮磨成粉通过一次粉碎往往不易，这时应将麸皮粉碎，与原来的小麦粉混匀，制得小麦试样。对很硬的样品，如通心粉，可使用实验室矿石粉碎机粉碎。对较大块的样品宜采取逐步粉碎的方法，将大块样品先捣碎成粗粒样品，再粉碎到所需粒度，要少量多次重复操作直到全部样品粉碎到一定粒度。粉碎时要注意避免样品间的交叉污染。经过粉碎的样品，一般要通过 20~40 目筛，目的是既要保证得到一定粒度的样品，又要使样品混合均匀。对含水较高的样品，待测成分不会因干燥而发生变化时，可先通过预干燥降低含水量，再进行粉碎。干燥样品时一般用冷冻干燥法，这种干燥方法使样品的化学和物理结构变化很小，且样品成分的损失较小。

三、样品的保存

通常情况下，所采取的样品应当天进行分析，以防止其中水分或挥发性物质的散失及其他待测物质含量的变化。如果由于某些原因（如采样点距实验室较远、样品分析前的实验室准备工作等）不能马上分析，则需妥善保存。保存的目的是防止样品受潮、挥发、风干、变质（由细菌、微生物、酶等的作用引起）等。为了备查复验，样品还得留保存样品，需要保存一定时间（如一个月）。

样品采集后，应储存在适当的容器中。对不同的待测对象，应用不同的容器存放。在使用容器时，容器应干净，以防交叉污染。保存粮食与一般食品样品，通常用金属密闭容器；分析农药残留及挥发性有机物时，保存样品不能使用塑料袋，以防塑料中增塑剂对测定结果的影响；分析痕量金属元素时，则样品不能用金属容器存放，应用塑料袋保存，因为金属容器及焊缝对测定结果或许有干扰；分析易挥发成分（如熏蒸剂等）时，盛装样品的容器密闭情况要良好。检测霉菌毒素时，金属容器壁可能受到霉菌污染。此时可用水冲洗容器，以 2% 次氯酸钠水溶液浸泡，再用水冲洗，然后干燥容器，以免造成交叉污染。

样品在运输与保存过程中，要以防挥发性成分散失及霉变、变质与成分分解。若不能及时分析，易腐败的样品可加入适当防腐剂（应不干扰以后的测定），并在低温下保存（如 WHO 确定用 -15℃ 保存动物性食品的新鲜样品）；含水量高的样品，采样后可立即取一部分测其含水量，其余样品采取适当干燥方法进行干燥，以后测定时再校正水分。样品的干燥，用冷冻干燥法较为合适。即将样品冷冻至 -10~-30℃，于 13~40Pa 的真空度下使冰升华来干燥样品。这种干燥方法的优点：温度低，样品的物理结构、化学变化很小，损失的成分少，保存时间长，但不适合于挥发性成分的分析。

一般检验结束后，样品还应保留一个月，以备复查。保留期限从检验报告单签发日期开始计算。保留样品应存放于适当的容器、地点，并尽可能保持其原状。易变质的食品不予保留，应事先对送检单位说明。存放的样品应按日期、批号、编号摆放，以便查找。

第二节 样品的前处理

一、概述

由于食品或食品原料种类繁多，组成复杂，而组分之间往往又以复杂的结合形式存在，所以只有少数分析项目（如水分、灰分等）及测定方法（如酒的气相色谱分析）等可以直接进行分析，绝大多数分析项目及分析方法要求进行分析测定之前对试样进行有效、合理的处