

现代食品工业技术丛书

XIANDAI SHIPIN GONGYE JISHU CONGSHU

食品仪器分析技术

戴 军 主编



化学工业出版社

现代生物技术与医药科技出版中心

现代食品工业技术丛书

食品仪器分析技术

戴 军 主编



化学工业出版社
现代生物技术与医药科技出版中心

· 北 京 ·

本书为《现代食品工业技术丛书》之一。

本书分六章介绍了食品分析中较为常用且较重要的几类仪器分析方法,即气相色谱法、高效液相色谱法、波谱分析技术、热分析及食品流变学测量。对每种分析方法都在总结归纳其原理及进展的基础上,列举了大量有代表性的、实际可行的应用实例,以提供给读者举一反三的思路。同时,对于仪器分析中重要的前端操作——样品处理以及各种操作中的注意事项等由编者实践中的丰富经验提炼出来进行了详解。

本书可供食品和农产品测试、分析、监测部门的技术人员以及从事新型食品开发的技术人员参考使用,同时也可供食品、生物、农业等专业的高校师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

食品仪器分析技术/戴军主编. —北京:化学工业出版社, 2006. 6

(现代食品工业技术丛书)

ISBN 7-5025-8971-6

I. 食… II. 戴… III. 食品分析: 仪器分析
IV. TS207. 3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 071081 号

现代食品工业技术丛书

食品仪器分析技术

戴 军 主 编

责任编辑: 孟 嘉 周 旭

文字编辑: 刘志茹

责任校对: 王素芹

封面设计: 潘 峰

*

化 学 工 业 出 版 社 出版发行

现代生物技术与医药科技出版中心
(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

三河市延风装订厂装订

开本 720mm×1000mm 1/16 印张 21¼ 字数 460 千字

2006 年 8 月第 1 版 2006 年 8 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-8971-6

定 价: 45.00 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

序

食品工业是人类的生命工业，也是永恒不衰的工业。食品工业的现代化程度是反映人民生活质量及国家文明程度的重要标志。食品工业是我国国民经济的重要支柱产业，在 20 世纪最后 20 年中，食品工业对中国人民的生活水平由温饱型向小康型过渡起到了举足轻重的作用。而今，时代进入了 21 世纪，中国已加入世界贸易组织，中国的食品工业开始深深地融入世界经济，面临激烈的国际竞争和全球化所带来的发展与机遇。

我国食品工业虽然已取得了很大成绩，但是，由于种种原因，我国食品工业现代化水平还比较低，特别是与发达国家相比，差距更大，主要存在以下问题：①食品企业总体规模偏小，研究开发力量薄弱；②食品工业的初级加工比重过大，而精、深加工产品较少；③食品机械技术含量低，更新速度慢；④食品加工综合利用程度低，与国际先进水平有较大差距；⑤食品企业管理水平比较落后，产品质量差，生产率低，能耗高，市场竞争能力低。

目前，发达国家的食品工业技术水平随科学技术的发展而不断提高，除了在 20 世纪已形成的并得到广泛应用的传统技术以外，最值得关注的是 20 世纪后期逐渐形成的、迄今还在不断发展的高新技术。高新技术在食品工业中的广泛应用，对食品工业的发展起了关键的作用。从某种程度上来说，现代食品工业的发展史，就是高新技术及设备在食品工业上的应用史。用高新技术装备的食品机械，提高了生产率，降低了能源消耗，增加了产品的得率，减少了废弃物，保持了食品营养成分和风味，提高了食品品质和安全。

食品工业高新技术的主要特点是高新技术实用化、节能化、机械化和自动化。一大批高新技术，如超微粉碎、挤压膨化、微胶囊化、超临界萃取、膜分离、冷冻干燥、食品辐照、冰温保鲜、无菌包装等，在食品行业得到了推广应用，有力地促进了食品工业生产技术水平的提高和产品的更新换代。不仅可保证食品营养、安全、卫生、方便、快捷、风味多样，而且可降低生产成本、节约资源和保护环境。与传统食品工业技术相比，食品工业高新技术无疑具有巨大的优势。食品工业高新技术的发展与应用也将给我国食品工业带来新的机遇。

由于目前市场上缺乏关于现代食品工业高新技术方面较为系统和全面的专著，以江南大学（原无锡轻工大学）和华中农业大学一批从事相关专业的中青年教师为主，编写了《现代食品工业技术丛书》。丛书立足于国内食品工业现状和基础，借鉴了国际食品工业中已成功应用的高新技术实例，力求简单明了地介绍现代食品工业生产中能够应用的各种高新技术。

食品工业是一个庞大的工业体系,涉及领域众多,各种高新技术应用和渗透也很广泛,难以用一套丛书囊括这一庞大工业体系的所有领域。就本丛书而言,从原料特性出发,食品加工技术可以分为粮食加工工艺、乳品加工工艺、油脂加工工艺等。这样分类对行业分析可能是有利的,但对研究加工技术无多大用处。因此,从加工单元操作进行分类,即根据加工方式的特性进行分类可能是较好的方法。

为此,丛书按食品工业中高新技术的特性分为以下几个方面:①食品加工技术,主要包括粉碎、分散、成型、加热和低温等;②食品分离技术,主要包括膜分离、超临界萃取、分子蒸馏和冷冻干燥等;③食品杀菌技术,主要包括超高压杀菌、臭氧杀菌、静电杀菌、生物杀菌、容器杀菌等;④食品保鲜技术,主要包括辐照保鲜、冰温保鲜、气调保鲜等;⑤食品包装技术,主要包括新型包装材料、包装设备和包装工艺等;⑥食品生物技术,主要包括发酵工程、细胞工程、酶工程和基因工程等;⑦计算机技术,主要包括自动控制、软件开发、数据处理和辅助设计等。此外,为帮助读者更好地了解高新技术在食品工业中的应用,专门增加了目前食品工业中常用高新技术的典型设备与典型工艺以及现代食品工业中的仪器分析技术与安全控制技术。

考虑到丛书的学科跨度大,涉及领域广,加之读者的专业各有不同,书中尽量使用了通俗易懂的语言对目前食品工业常用的高新技术进行全面的介绍。书中简化了公式和理论推导过程,深入浅出地表述高新技术理论,尽量避免将高新技术神秘化;在叙述时重点突出一些实际的操作和应用,使其成为一本真正实用的参考书。

丛书根据相关生产技术分为9个分册,分别与其相应的新技术和应用相结合而独立成为丛书的一部分。丛书每个分册各有其独立的书名,以便读者各取所需,而整套丛书则保持了内在的系统性和完整性。

真诚希望本丛书能够为解决食品生产实践中的问题提供一些有益的启示。即便如此,相对于范围极为广泛的食品工业和快速发展的技术,书中的内容仍有可能无法满足读者的需求,望广大读者不吝赐教。

高福成

2005年3月

前言

食品分析是检测食品的组成和性质,以评价食品的营养价值、功能性质及其可接受性的一项重要技术,是食品科学研究和食品加工业及食品质量监督中不可缺少的“眼睛”。随着现代分析技术和食品工业的发展,人们不断地发现新的微量组分、污染物和使用新型添加剂以及开发各种功能性食品,这就必然会不断地提出新的检测要求。因此,食品检测的内容越来越多且更加复杂,对定性的可靠性和定量的检测限以及分析速度的要求也愈来愈苛刻。面对这些挑战,常规分析方法往往无能为力,而仪器分析技术则日益显示出在食品分析中的优势和主导地位。因而,随着经济和社会的快速发展,近年来我国食品分析实验室中的各种分析仪器日益增多,食品分析工作者对仪器分析知识,尤其是仪器分析的应用技术的需求较为迫切和广泛。为此,我们根据多年来从事仪器分析方法研究和教学的实践经验,并参考近年来国内外发表的大量应用文献,编写了本书,供食品行业的研究及检测人员和大专院校中食品类专业的研究生、本科生学习参考。

本书着重介绍在食品分析中较为常用且较重要的几类仪器分析方法:气相色谱法、高效液相色谱法、波谱分析技术、热分析及食品流变学测量。对于每种分析方法,力求理论联系实际,以应用技术为主,在总结归纳不同分析方法及其进展的基础上,尽量多列举有代表性的、实际可行的应用实例,以期具有较大的实际应用价值。

参与本书编写的有江南大学分析测试中心的戴军(第一章、第三章)、顾小红(第四章)、袁身淑(第二章),江南大学食品学院的钟芳(第六章)、檀亦兵(第五章)。全书由戴军统稿。非常感谢江南大学食品学院博士生导师汤坚教授在百忙中抽空审阅了初稿,并提出许多中肯的修改意见。江南大学分析测试中心的陈尚卫、刘杨岷、王利平、吴胜芳、虞锐鹏、朱松等老师,以及本校化工学院2004级硕士生郝桂堂、2005届本科毕业生刘权为本书的部分章节做了一些资料收集、图表和文字编排方面的工作,在此一并表示诚挚的谢意。

由于时间和作者水平有限,书中难免有不妥之处,恳请读者批评指正。

编 者

2006年4月于无锡

目 录

第一章 食品分析及其仪器方法概述	1
第一节 食品分析的任务和意义	1
第二节 食品分析中的仪器分析方法的特点和分类	1
第三节 分析方法的选择	3
一、分析目的和应用范围	3
二、样品的特性	3
三、分析方法的繁简和速度	3
四、现有条件	4
五、方法的有效性	4
参考文献	6
第二章 气相色谱法及其应用	7
第一节 仪器	8
一、载气系统	8
二、进样系统	9
三、分离系统	9
四、检测系统	12
五、其他装置	20
第二节 定性方法	20
一、用已知物(标样)对照定性	21
二、保留指数定性	21
三、利用保留值的经验规律定性	21
四、结合其他方法定性	22
第三节 定量方法	22
一、峰面积的测定	22
二、校正因子的测定	22
三、定量计算方法	23
四、对定量方法的评价	24
第四节 样品制备	24
一、样品制备的必要性	25
二、待测组分的分离和富集	25
三、衍生化技术	41
第五节 气相色谱在食品分析中的应用	44
一、脂类化合物的分析	44
二、胺类化合物的分析	60

三、碳水化合物的分析	62
四、风味成分的分析	67
五、食品添加剂的分析	98
六、农药和兽药残留的分析	100
七、食品中的其他有害成分的分析	105
参考文献	107
第三章 高效液相色谱法及其应用	111
第一节 仪器	111
一、输液系统	112
二、进样器	115
三、检测器	116
第二节 柱分离系统	121
一、色谱填料和色谱柱	121
二、流动相	124
第三节 分离条件选择的一般原则	130
第四节 定性和定量方法	132
一、定性分析	132
二、定量分析	135
第五节 样品制备	135
一、采样与调制	135
二、样品预处理	136
第六节 高效液相色谱在食品分析中的应用	141
一、碳水化合物的分析	141
二、脂类化合物的分析	152
三、氨基酸的分析	158
四、肽和蛋白质的分析	163
五、维生素的分析	169
六、食品添加剂的分析	176
七、酚及黄酮类化合物的分析	184
八、天然色素的分析	191
参考文献	194
第四章 波谱法及其在食品分析中的应用	199
第一节 波谱法的基本原理	199
一、电磁波	199
二、物质的能级及能级跃迁	200
第二节 紫外-可见分光光度法	202
一、紫外-可见吸收光谱法概述	202
二、紫外-可见分光光度计和实验技术	208
三、紫外-可见分光光度法在物质结构鉴定中的应用	212
四、紫外-可见分光光度法在定量分析中的应用	214

五、紫外-可见分光光度法在食品分析中的应用实例	218
第三节 红外光谱法	223
一、红外吸收的基本原理	224
二、红外光谱仪	227
三、样品处理技术	229
四、红外光谱与分子结构的关系	232
五、红外光谱在食品分析中的应用	234
六、近红外光谱技术	242
第四节 核磁共振技术在食品研究中的应用	245
一、基本原理	245
二、核磁共振在食品中的应用	246
三、NMR 技术的发展趋势与前景	254
第五节 原子吸收光谱、原子发射光谱和原子荧光光谱法	255
一、原子发射光谱法	255
二、原子吸收光谱法	272
三、原子荧光光谱法	287
参考文献	290
第五章 热分析	293
第一节 热分析的原理	293
一、差热分析的原理	293
二、差示扫描量热法的原理	295
三、热重法的原理	297
四、热机械分析的原理	298
第二节 不同热分析方法的特点及用途	299
一、差热分析的特点及用途	299
二、差示扫描量热法的特点及用途	299
三、热重分析的特点及用途	300
四、热机械的特点及用途	301
第三节 热分析在食品工业中的应用	303
一、淀粉性质的研究	303
二、蛋白质的研究	303
三、食品中水分含量的测定	304
四、脂类物质的研究	305
五、食品的玻璃化分析	305
六、纯度测定及动力学研究	307
参考文献	307
第六章 食品流变学测量	308
第一节 流体的流变学特征及测定方法	308
一、流体的黏度及其特征	308
二、流体流变学性质的测定方法	310

三、流体流变学性质测量实例.....	316
第二节 固体的流变学特征及测定方法.....	317
第三节 黏弹性食品的流变学特性及其测定.....	320
一、概述.....	320
二、食品黏弹性的静态测定.....	321
三、食品的动态黏弹性.....	322
四、食品黏弹性的动态测量.....	323
参考文献.....	327

第一章 食品分析及其仪器方法概述

第一节 食品分析的任务和意义

民以食为天。食品是提供人类生命活动所需能量和营养的不可缺少的物质，故食品品质的好坏与人们的身体健康密切相关。此外，随着人们生活水平的不断提高和社会经济的发展，食品企业、消费者以及政府法规、国际机构的政策和标准对食品功能以及卫生安全的要求越来越高，因此对食品组成和性质进行准确和有效的检测与分析显得愈来愈重要。食品分析是食品加工、储存及流通过程中质量保证体系的一个重要组成部分，其对象包括原料、半成品和中间过程、终产品以及货架商品。食品分析还是分析化学与食品科学相结合的一门边缘学科，同时是化学、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。食品分析的主要内容是研究各类食品组成成分及其物理、化学和生物学性质的检测方法和实验技术以及相关应用性理论。

食品分析在现代食品工业的质量控制和研发工作中具有重要地位。由表 1-1 可见，分析不同类型的样品，所起的作用不同。

表 1-1 食品分析的样品类型与作用

样品类型	作用
原料	判断其是否符合订购合同及特定加工工艺的质量要求？ 判断其是否符合法规要求？ 判断其由于原料组成的变化是否需要调整加工参数？ 判断其原料的质量与组成是否与前批原料相同？ 判断新供应商与原供应商提供的原料相比其质量如何？
过程控制样品	判断各工序是否符合生产合格产品的要求？ 判断产品质量问题可能由哪步工序引起的？ 判断为生产更高质量的产品或新产品，调整工艺后各有关工序是否符合要求，需否再调整？
终产品	判断其是否符合法规要求？ 判断其营养价值及功能成分是否与标签信息一致？ 判断其是否与厂家有关产品的声明一致(如低脂肪或不含防腐剂等)？ 判断其是否能被消费者接受？ 判断其是否具有合适的货架寿命？
优质样品	判断其组成和性质怎样？ 判断如何利用这些信息开发新产品？
伪劣产品	判断能否确认为伪劣产品？ 判断伪劣产品在组成和特性上与合格产品的区别在哪？

第二节 食品分析中的仪器分析方法的特点和分类

在食品分析工作中，根据分析目的的不同，或被测组分和干扰成分的性质以及它们在食品中存在的数量上的差异，可选择不同类型的分析方法。这些方法主要有：感

官检验法、化学分析法、仪器分析法、微生物分析法和酶分析法。随着现代光电技术、信息技术和食品科学本身的迅猛发展,以及人们对食品中功能性成分和有害污染成分的检测要求愈来愈广泛和苛刻,仪器分析在食品分析中所占的比重不断增长,并成为现代食品分析的重要支柱。

仪器分析方法是以物质的物理或物理化学性质为基础,利用光电仪器来定性和定量检测的方法。表 1-2 列举了一些可用于食品分析的物质性质及仪器分析方法的分类。

表 1-2 可用于食品分析的物质性质及仪器分析方法分类

方法分类	被测物质性质	相应的分析方法
光学分析法	辐射的发射	发射光谱法(X 射线、紫外线、可见光等),火焰光度法,荧光光谱法(X 射线、紫外线、可见光),磷光光谱法,放射化学法
	辐射的吸收	分光光度法(X 射线、紫外线、可见光、红外线),原子吸收法,核磁共振波谱法,电子自旋共振波谱法
	辐射的散射	浊度法,拉曼光谱法
	辐射的折射	折射法,干涉法
	辐射的衍射	X 射线衍射法,电子衍射法
	辐射的旋转	偏振法,旋光色散法,圆二色谱法
电化学分析法	半电池电位	电位分析法,电位滴定法
	电导	电导法
	电流-电压特性	极谱分析法
	电量	库仑法(恒电位、恒电流)
色谱分析法	两相间的分配比	气相色谱法,高效液相色谱法,薄层色谱法
热分析法	热性质	热导法,热焓法
质量分析法	质荷比	质谱法
电泳法	电场中速率迁移	高效毛细管电泳法
流变学分析法	黏弹性	流变仪

仪器分析法用于分析试样组分(成分分析),其优点是操作较简便、快速,灵敏度较高,可检测含量很低(如质量分数为 10^{-8} 或 10^{-9} 量级)的组分。另一方面,绝大多数仪器是将被测组分的浓度变化或物理及物化性质变化转变成某种电性能(如电阻、电导、电位、电容、电流等),这样就易于实现自动化和应用电子计算机控制。对于结构和质构分析,仪器分析法更是不可替代的工具。然而,仪器分析法用于成分分析,有时它们的精确度往往没有化学分析法高,相对误差通常在百分之几左右,有的甚至更差。这对于低含量组分的分析已能完全满足要求,但对常量组分的分析,就不能达到像滴定分析法和重量分析法所具有的那样高的精确度。因而在分析方法的选择上必须考虑到这一点。

现代仪器分析方法的种类繁多,根据食品分析领域的实际情况,本书讨论其中常用的较重要的仪器方法及它们在食品分析中的应用技术:①色谱分析法,包括气相色

谱法和高效液相色谱法；②波谱法，包括紫外-可见分光光度法、红外光谱法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法、荧光光谱法及核磁共振法；③热分析法；④食品流变学测量。

第三节 分析方法的选择

对于同一检测项目，往往有不同类型的仪器分析方法可供选择（例如检测维生素 B_1 和维生素 B_2 ，既可用高效液相色谱法，又可用荧光光谱法）；而且用同一类仪器分析方法检测同一项目时，又会有多种不同的具体方法（包括样品预处理方法和仪器分析条件）有待选择、摸索和确定。在众多分析方法中，选择恰当的分析方法是保证分析结果准确和高效低耗的关键步骤。因此，怎样选择最合适的分析方法至关重要，需要周密考虑。一般应该综合考虑下列各因素。

一、分析目的和应用范围

不同类型分析方法的选择主要取决于检测的目的和应用范围。例如，在线加工过程中的监测与产品质量检测、科研开发检测相比，前者要求测定方法快速（例如分光光度法），精确度要求较低；后者则首先要求精确度较高（如气相色谱法和高效液相色谱法）。那些具有参考性、结论性、法定的或重要的方法，常用于装备良好、人员素质较高的实验室中；速度较快的、简便的、所需仪器价廉的方法主要用于食品加工厂的生产现场。

二、样品的特性

各类样品中待测成分的形态和含量不同，可能存在的干扰物质及其含量不同，样品的溶解和待测成分的提取的难易程度也不相同。要根据样品的这些特性来选择样品处理方法及仪器分析条件，以求最大限度地排除杂质干扰，提高待测组分的定量回收率。

许多分析方法的应用受食品基质的影响较大。例如，测定高脂和高糖食品存在的干扰往往比低脂或低糖食品多，在此情况下要得到精确的分析结果，必须对样品进行消化、皂化或萃取等处理。仪器操作方法和参数也应有相应的针对性。美国分析化学家协会（AOAC）的有关专家建议按食品基质的种类对食品分类，并用一个三角形图案（见图 1-1）表示。脂肪、碳水化合物、蛋白质这三种基本营养成分被认为对分析方法的操持有重要影响。在这个图中三角形的三个顶点分别表示的食品类型是 100% 脂肪、100% 蛋白质及 100% 碳水化合物。按食品中脂肪、碳水化合物、蛋白质含量的高低将其分成高含量、中等含量和低含量三类。含有高、中、低含量的脂肪、碳水化合物和蛋白质的食品构成九种可能的组合。具体的食品样品在三角形的定位依据于脂肪、碳水化合物及蛋白质的含量。理想的分析方法最好能适用于九种组合中的每一种，因而不需要针对各种特殊的食品，研究许多取决于基质的不同分析方法。

三、分析方法的繁简和速度

不同分析方法的操作步骤的繁简程度和所需时间及费用各不相同，应根据所测样品的数目和对分析时间的要求来选择适当的分析方法。同一样品需要测定多种成分时，在可能的情况下，尽量用同一样品处理方法或同一仪器分析条件同时测定多种成分，力求“多、快、好、省”。

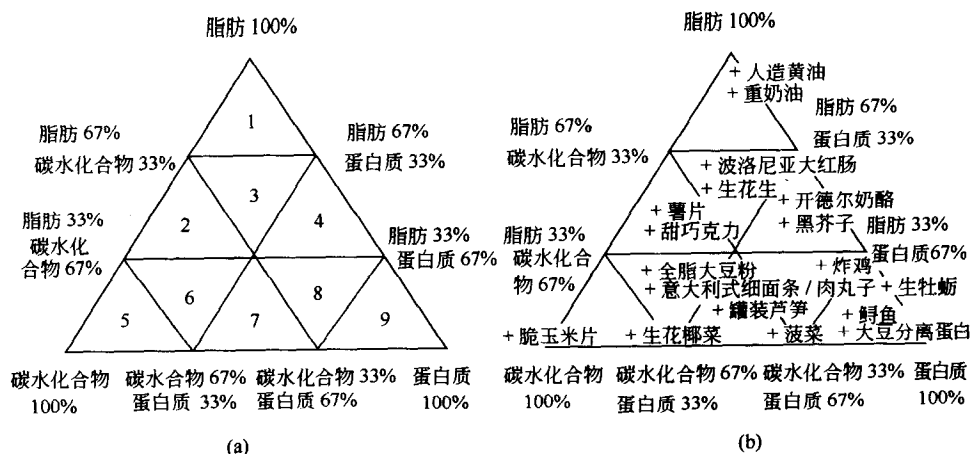


图 1-1 依据蛋白质、脂肪和碳水化合物含量分类的食品基质图 (a) 及举例 (b)

四、现有条件

不同实验室的仪器设备条件和技术水平差异较大，应根据客观条件选择切合实际的的分析方法。

五、方法的有效性

为保证分析方法的有效性，应着重考虑下述三个方面。

1. 精密度、准确度及灵敏度

精密度是指多次平行测定结果相互接近的程度。这些测定结果的差异是由偶然误差造成的。它代表着分析方法的重复性和重现性。

精密度常用相对标准偏差（即 RSD，也叫变异系数即 CV）来表示：

$$RSD = \frac{S}{\bar{X}} \times 100\% \quad (1-1)$$

式中 $\bar{X}$ —— n 次平行测定结果的算术平均值；

S —— n 次平行测定结果的标准偏差（均方根偏差）。

$$S = \sqrt{\frac{d_1^2 + d_2^2 + \dots + d_n^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{n-1}} \quad (1-2)$$

式中， $d_1, d_2, \dots, d_n$ 分别为第 1 次、第 2 次、 $\dots$ 、第 n 次测定结果的绝对偏差（即某次测定结果与 n 次测定结果平均值之差）。

文献中还常用 RSD_i 表示同一实验室内多次平行测定的相对标准偏差，以 RSD_R 表示不同实验室间对同一样品的测定结果的相对标准偏差（在不同实验室间进行某一方法验证对比时用）。 RSD_i 体现方法的重复性（repeatability）； RSD_R 反映方法的重现性（reproducibility）。

准确度是指测定值与真实值的接近程度。它主要由系统误差引起，反映测定结果的可靠性。准确度高的方法精密度一般较高，而精密度的方法准确度不一定高。

某一分析方法的准确度，常用加标回收率来衡量。即在相同条件下用同种方法对

加标样品（加入已知量的标准物的样品）和未知样品（未加标准物质的样品）进行预处理和上机测定，按下列公式计算出加标回收率：

$$P(\%) = \frac{x_1 - x_0}{m} \times 100\% \quad (1-3)$$

式中 P ——加标回收率；

m ——加入标准物质的量；

x_1 ——加标样品的测定值；

x_0 ——未知样品的测定值。

灵敏度是指分析方法所能检测到的最低限量。一般情况下，仪器分析方法比起化学分析方法具有较高的灵敏度。在选择分析方法时，要根据待测成分的含量范围选择适宜的方法。待测成分含量低时，宜使用灵敏度高的方法；含量高时，宜选灵敏度低的方法，以减少由于稀释倍数太大所引起的误差。

在仪器分析法中，灵敏度一般用检出限表示。检出限通常有两种形式：①仪器的最低检出量（对于上机检测样而言）；②整个方法的最低检出浓度。例如，国标中规定的面粉中过氧化苯甲酰的高效液相色谱测定方法（GB 2760—1996）的检出限为：最低检出量 $5\mu\text{g}$ ；当取样量为 1g 时，最低检出浓度为 5mg/kg 。在色谱分析中，还常用检测限（limit of detection，简称 LOD）和定量限（limit of quantitation，简称 LOQ）表示仪器的最低检出量。LOD 和 LOQ 分别等于基线噪声的 3 倍和 10 倍所相当的被测物质的量。

2. 对照物验证

确定分析方法有效性的最常用方法就是将分析方法用于对照物的分析，考察其结果是否与对照物的标准数据一致。对照物一般指标准参照物或对照试样来源于权威机构，且应有标准对照物合格证。国内提供标准参照物或对照试样的机构主要有国家标准物质研究中心和中国药品生物制品检定所；国外有美国国家标准和技术研究所（NIST）、加拿大陆地生物资源研究中心及比利时标准管理局（BCR）等政府机构。美国谷物化学家协会（AACC）以及美国油脂化学家协会（AOCS）等权威学术组织既提供检测样品的服务，也提供用于评价方法可靠性的对照样品及检测程序。AACC 提供的对照样品主要用于分析维生素、矿物质、糖、钠、膳食纤维总量、可溶性和不可溶性膳食纤维、 β -葡聚糖及近红外分析以及卫生和微生物分析的粗面粉。AOCS 能提供用于检测油料种子和种子粕、海产品油脂、黄曲霉毒素、反式脂肪酸、各种油脂及脂肪替代物等对照样品及其检测程序。

3. 法定标准方法

采用标准的分析方法，利用统一的技术手段才能使分析结果具有权威性，便于比较与鉴别产品质量，为食品生产和流通领域标准化管理，国际贸易往来和国际经济技术合作有关的质量管理和质量标准提供统一的技术依据。因此分析方法标准化对于确保分析方法的有效性是十分必要的。尤其是食品质量监督部门应尽量使用法定的国家标准、行业标准及国际标准规定的分析方法，对于尚没有标准的检测项目，可参考权威杂志发表的文献方法。政府有关职能部门及行业协会可协同有关生产企业、大专院

校或研究机构从发表的文献和相关的国外标准中选择合适的分析方法,进行研究、比对,按一定的程序制定新的国家或行业的分析方法标准。

我国目前现有的关于食品分析的标准方法主要有 1985 年颁布的中华人民共和国国家标准《食品卫生检测方法——理化部分》(GB 5009.1—85~GB 5009.70—85)及其他食品 and 食品添加剂的产品标准(国标或行标)中的有关分析方法。

国际食品分析标准主要是指国际标准化组织(ISO)制定的食品分析标准。该组织成立于 1941 年,是目前世界上最大的、最具权威的国际性标准化专门机构,下设有 27 个国际组织,其中与食品分析有关的组织有:联合国粮农组织(FAO)与世界卫生组织(WHO)《食品法典》联合委员会(简称食品法典委员会, CAC)。目前食品分析国际标准方法多采用食品法典委员会制定的标准。此外,在国际上影响较大的组织还有美国分析化学家协会(AOAC),它是美国为使农产品(食品)分析标准化而设立的协会。该协会推荐的分析方法比较可靠,目前已为越来越多的国家采用,并作为标准方法。该协会有出版物《Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists》,每 4~5 年修订一次。该书的增刊每年出版一次,其内容包括新方法及对现行方法的修订。美国谷物化学家协会(AACC)和美国油脂化学家协会(AOCS)也分别出版了一系列法定方法和推荐方法,分别适用于谷物产品和油脂类产品的分析。

参 考 文 献

- 1 无锡轻工业学院,天津轻工业学院合编. 食品分析. 北京:中国轻工业出版社,1983,11
- 2 Pearson D. Introduction-some basic principles of quality control. In: Laboratory Techniques in Food Analysis. New York: John Wiley & Sons, 1973. 1~26
- 3 Pomeranz Y, Meloan C E. Food Analysis: Theory and Practice. 3rd ed. New York: Chapman & Hall, 1994
- 4 Ellis C, Hite D, van Egmond H. Development of methods to test all food matrixes unrealistic, says OMB. Inside Laboratory Management, 1997, 1 (8): 33~35
- 5 Latimer G W Jr. Check sample programs keep laboratories in sync. Inside Laboratory Management, 1997, 1 (4): 18~20
- 6 AOAC International. Official Methods of Analysis, 16th ed. AOAC international, Gaithersburg MD: 1995

第二章 气相色谱法及其应用

气相色谱法 (GC) 自 20 世纪 50 年代问世以来, 一直在飞速地发展, 并已成为现代仪器分析方法中应用最广泛的一种方法。这是由其分离效能高、样品用量少、灵敏度高、分析速度快等特点所决定的。

由于食品分析包含着对食品固有营养成分的分析、风味成分的分析、食品添加剂的分析以及有毒有害成分的分析等任务, 加上食品的种类繁多、成分复杂, 干扰因素也特别多, 这就决定了食品分析的复杂性和困难。而气相色谱法的问世, 为解决食品分析中的许多难题提供了有力的工具。如食品的风味成分, 这是食品品质的重要方面, 是评价食品新鲜度和加工质量的重要指标, 但在气相色谱法问世以前, 却是食品分析中难以圆满解决的问题之一。因为一种食品的风味成分常常是几种或几十种, 甚至上百种化合物的复杂体系, 每种成分含量的差别又很大, 而由于各成分的阈值不同, 一些含量甚微的成分对风味的贡献却不一定小。要把这些成分收集起来, 并一一鉴定, 即使能做到, 也需要大量的样品, 并耗费大量的时间和精力, 所以, 这几乎成为难以想象的事。但是现在用气相色谱来分析, 特别是毛细管柱色谱及各种样品的前处理技术的发展, 食品风味的分析不再是难以解决的问题。再如, 由于大量使用农药和化肥, 食品中的农药残留问题已越来越受到人们的关注。各国和有关的国际组织已对食品中农药和兽药残留物制定了严格的法规。在国内, 因食用农药超标的蔬菜而中毒的事也常有发生, 各地也曾陆续报道过因食用含瘦肉精的猪肉中毒的事件。而这些农药残留和兽药残留因毒性大, 往往低含量就会引起中毒。所以, 迫切需要建立高效、灵敏、快速的方法来监测。近些年来, 由于食品包装和环境污染, 已经在食品中分析出一系列外因性干扰内分泌的化学污染物, 这类物质被称为环境激素, 如多环芳烃、二噁英、多氯联苯、滴滴涕等, 它们损害人体生殖功能或引发肿瘤。对此, 欧盟和美国等国家及有关的国际组织已制定了相关规定。而这些有害成分中的相当部分也是用气相色谱法来分析的。

综上所述, 气相色谱法有如下一些显著特点: ①分离效能高。特别是毛细管柱的发展, 大大提高了 GC 的分离效能。一根 50m 长的毛细管柱很容易达到 100000 的理论塔板数, 其分离效能优于目前其他的分离技术。如在优质白酒的分析中, 对样品略加处理, 用一根 30m 的柱, 一次进样就分离出 150 个以上的组分。②选择性好。只要对固定相、柱温、载气流量和进样方式等操作条件选择合适, 一些理化性质很相近的组分也能分开。如沸点相近的物质、恒沸混合物、同分异构体、空间立体异构体、旋光异构体等均可分开。③样品用量少, 检测灵敏度高。现在一些先进的气相色谱仪, 灵敏度很高。一般氢火焰离子化检测器对几乎所有挥发性有机物的检测限都能达到 10^{-6} 级。而一些选择性检测器, 如电子捕获检测器、氮磷检测器等检测含氯、含氮成分时的检测限可达皮克级。④准确性好。气相色谱可以在各种条件下准确地完成