食品检验分析

（第一册）

大连水产学院

1985.7

目　　录

第一章：绪论 ---------- 1
　第一节：食品检验分析的任务及其内容 ---------- 1
　第二节：样品的采集、制备与保存 ---------- 3
　第三节：分析结果的表示与数据处理 ---------- 8
第二章：食品的感观检验和评定 ---------- 12
第三章：食品的一般成分分析 ---------- 19
　第一节：水分 ---------- 11
　第二节：灰分 ---------- 31
　第三节：脂肪 ---------- 37
　第四节：蛋白质与氨基酸 ---------- 49
　第五节：碳水化合物 ---------- 69
　第六节：维生素 ---------- 94
第四章：食品中微量元素的测定 ---------- 124
　第一节：汞的测定 ---------- 127
　第二节：镉的测定 ---------- 144
　第三节：铅的测定 ---------- 149
　第四节：铬的测定 ---------- 152
　第五节：铜的测定 ---------- 155
　第六节：锌的测定 ---------- 157
　第七节：锡的测定 ---------- 161
　第八节：锰的测定 ---------- 165
　第九节：铝的测定 ---------- 167
　第十节：钙的测定 ---------- 169

第一章　绪　论

第一节　食品检验分析的任务及其内容

食品是人类生活中不可缺少的物质。它提供维持人类生活活动的重要能量。食品品质的好坏。要看它所含营养素的多少。有没有毒害物质以及其口味好坏。食品分析是研究和评定食品品质及其变化的一门科学。分析工作者的任务是依据物理。感官。化学。生物化学的一些基本理论和运用各种科学技术。按照制订的技术标准。对原料。辅助材料。半成品以及成品的质量进行检验。以保证生产质量优良的产品；同时。帮助生产部门开发新的食品资源。试制新的优良产品。改革生产工艺。改进产品包装和贮运技术。

食品分析的范围很广泛。它包括下面一些内容：

1。食品营养成分分析

衡量食品品质的标准是食品必须含有适当量的蛋白质。脂肪。碳水化合物。水分和灰分。根据这些物质的含量。就可以用营养学和生物化学的知识来确定食品的主要营养价值。这些物质的分析方法是食品分析的主要内容。近年来。人们加强注意了在食品中含量低。而对营养价值有重要作用的微量成分的分析。例如维生素及维持生命所必需的微量元素的分析。

还有从水产品中提取的工业及医药用成分及产品的分析：如从海藻中提取褐藻胶。甘露醇。碘以及从水产动物中提取河豚毒素等成分的分析。

2。食品中污染物质的分析

所谓食品污染。就其性质来说。一是生物性污染。一是化学性污

染。前者如霉菌素。后者主要包括：

(1) 农药：有机氯农药ＤＤＴ和六六六；

(2) 重金属：汞。铅。镉和砷；

(3) 来源于包装材料的有毒物质：如聚氯乙烯及其某些添加剂。包装材料印刷油墨的多氯联苯和包装用纸中的荧光增白剂。

(4) 其他化学物质：如食物在熏烤等加工过程中可能受致癌物质３。４苯并芘的污染。

食品的污染来源。一是由环境污染所造成的食品原料的污染。一是由于食品在加工过程中被污染。两者都可以在食品质量上造成严重的损失。

为了保证食品质量。各国都制订了食品卫生标准和检验方法。而且都在不断增添和更新。我国于１９７８年已颁布“食品卫生标准”及有关“食品卫生的检验方法”其中也包括部分水产品。

3。食品辅助材料及食品添加剂的分析

食品生产加工过程所用的辅助材料和添加剂。一般都是工业产品。其品种和质量规格都由国家规定。食品添加剂。本来是为了改进食品的色。香。味或防止食品变质而加入的。但如果所用品种和数量不当。反而使食品质量变差甚至不能食用。

4。食品的感官鉴定

各种食品都有一定的感官特征。消费者都凭感官来决定食品的取舍。但是感官鉴定无疑地带有主观性。感官认为良好的食品。不一定符合营养和卫生要求。某些有害物质不一定影响食品对感官的印象。但食品对感官印象的指标。如色泽。组织状态。风味。香味和有无杂物等。古今中外。都是食品的重要技术标准。

食品分析的方法有化学分析法。仪器分析法。微生物分析法和生物鉴定法。近代分析技术。特别是自动化技术已逐步被利用于食品分析领域。这可使分析过程加快。减少人为的误差。例如专用的氨基酸自动分析仪。可连续的在一个小时内测出所有组成氨基酸的品种和含量。为了监测食品中的污染物质和食品添加剂等。气相色谱分析技术起了重要作用。原子吸收分光光度法及极谱分析法可连续在同一液体中。测出若干种重金属离子。并可自动记录。萤光薄层扫描仪对黄曲霉素的测定。离子选择性电极对氟。氯化物等测定。都起了重要作用。但仪器分析。都要用化学方法对样品进行预处理。要用化学方法制备标准样品作对照。而且所有仪器分析的原理通常都建立在化学分析的基础上。为了保证仪器能够达到足够的准确度和精密度。还必须用标准规定的或推荐的化学分析方法作出对照试验。以确定仪器分析结果与化学分析结果的符合程度。因此。化学分析仍然是食品分析最基本。最重要的内容。

第二节　样品的采集。制备与保存

样品的采取：

在产品中抽取有一定代表性样品。供分析化验用。叫做采样。食品的检验结果常常和样品的采取有密切关系。采样必须有足够的代表性。如不能代表大批样品。检验结果也会失去其真实性。难以达到予期的目的。甚至会导致错误的结论。所以检验工作者应十分重视样品的采取和处理。

采样除应充分注意其代表性外。还必须进行现场观察。现场观察通常与样品的感官检查相结合。其重要意义在于：通过对样品的种类。

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com

数量。包装形式。原料来源。加工。贮藏条件的了解。可以确定采样的方法和数量。另外。对样品现在所处的环境容器种类。包装完整状态。保存条件。污染情况等）可以推测食物质量和特有问题。从而使我们一方面明确检验目的及重点。另一方面可据此正确检验设计（检验项目。方法。分类。分组和对照检验等）。

现场观察通常包括：根据食物附带证中品名。种类。数量。生产配方。生产运输。保管过程和条件。以前质量鉴定结果等。彻底掌握样品的“历史”。以及对食品的包装。存放条件和按规定数量启开包装直接观察等等。

一。采样的一般方法

样品分检样。原始样品和平均样品三种。

由整批食物的各个部分采取的少量样品称为检样。把许多份检样综合在一起称为原始样品。原始样品经过处理再抽取其中一部分作检验用者称为平均样品。如果采得的检样互不一致。则不能把它们放在一起做成一份原始样品。而只能把质量相同的检样混在一起。作成若干份原始样品。

1。固体采样：

可按不同批号分别进行。对同一批号的产品。采样次数可按下式决定：

$$S=\sqrt{\frac{N}{2}}$$

式中：N一代表被检物质的数目（件。袋。桶。包。箱等）。

例如２００袋鱼粉。应从１０袋中采样用分样器采取小样。可用双套回转取样管（如图１）插入容器中。回转１８０°取出样品。每一包装须由上。中。下三层取出三份检样。把许多检样合起来成为原

始样品。原始样品用四分法做成平均样品。即将原始样品充分混合均匀后堆积在清洁的玻璃板上（如图２）。压平成厚度在３㎝以下的正方形并划成对角线。将样品分成四份。取两对角的二份。再如上述混合。分为四份。取两对角的二份。再如上述混合。分为四份。取两对角的二份。这样操作至取得所需数量为止。此即是平均样品。

一般所取平均样品应不少于全部检测项目所需样品量２倍（一般１００～２００克已够）。然后装入洁净干燥的广口瓶中贴上标签。

图１

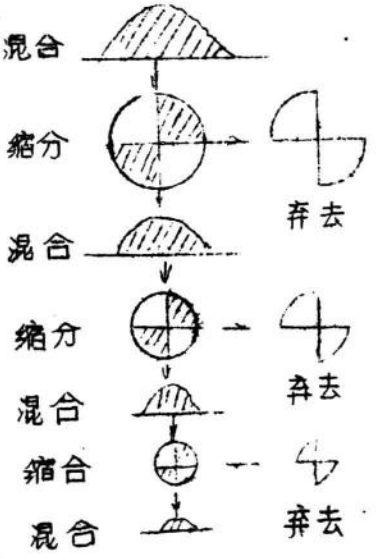

图２

2。液体采样：

在采样前须充分混合。采样一般可用虹吸法（或简单的用玻璃管）分层（不同深度）取样。粘稠或含有固体的悬浮液或非均匀液体。应充分搅匀。大批原材料亦可参照固体采样法的公式确定采样次数（桶。罐。缸数）。试样分留５００ｍℓ左右。装入小口瓶中。标注封签。

3。罐头食品采样：

可采用下列方法之一

(1) 按生产班次取样。取样数为１／3000。尾数超过1000罐者。增取１罐。但每班每个品种取样基数不得少于３罐。

(2) 某些食品产量大。则按班产量总数数20000罐为基数。其取样数按１／3000。超过20000罐以上罐数。其取样数可按１／10000。尾数超过10000罐者。增取１罐。

(3) 个别食品产量过少。同品种。同规格者可合并班次取样。但并班总罐数不超过5000罐。每生产班次取样不少于１罐。并班后取样基数不少于３罐。

(4) 按杀菌锅取样。每锅检取１罐。但每批每个品种不得少于３罐。

4。牛乳采样：

每次取样最少为２５０ｍℓ。取样时要充分混匀。一般每公斤可采样０。２～１。０ｍℓ。

为了确定牧场在一定时期内牛乳的成分。可逐日按重量采集一定的样品量（如０。５ｍℓ／kg）。每１００ｍℓ样品中可加入１～２滴甲醛作为防腐剂。

5。鱼。肉。蔬菜的采样：

对小量原料，采取其大部分，对于大量原料则按比例采取。根据原料多少，首先按5～10%采取。

根据检验目的，可由被检物各个部分分别采样，须从有代表性的各部位（如肌肉、脂肪、蔬菜之根、茎、叶等）分别采样，经过充分打碎混合后成为平均样品。

二、采样时注意事项和平均试样的制备

1、注意事项：

(1) 采集样品之前容器要经过仔细洗刷，保证清洁，禁止用盛装过化学药品的容器装样品，防止其它毒物的污染和干扰。

(2) 认真填写采样记录，包括样品名称、编号、数量、采样方法物主姓名或单位名称，检验目的及其它必要的事项，最好一式三份，一份交物主为采样依据，一份交检验室，另一份采样人自己保存。

(3) 采取的样品应在当天进行分析，以防止其中水份或挥发性物质的散失，及其它可测物质含量的变化。如果不能立即进行分析，必须妥善保存，可以贮于密封容器内，但切忌使用带有橡皮垫的容器，也不得加入任何防腐剂，容易腐烂变质的试样需保存在0°～5°C以下，保存时间也不宜过长。

(4) 凡欲得出对样品总量（重量或容积）相对数（通常为百分比）来表示的结果时，在采样及以后一直到检验前必须注意样品总量不变，特别是水份的蒸发和细菌的分解应避免。

2、平均试样制备：

制备的目的在于保证样品十分均匀，在分析时取任何部分都能代表全部被检物的成分。根据被检物的性质和检测要求，可以用摇动、搅拌、切细或绞碎、研磨或捣碎等方法进行制备。

(1) 水果罐头在捣碎前须清除果核。肉禽罐头应预先清除骨头。鱼类罐头要将调味品（葱。辣椒及其它）分出后再捣碎。常用工具有高速组织捣碎机。

(2) 鱼类平均试样制备有二种方法——a。一种是鱼体在1斤以下。将鱼从背部纵切开。取整个鱼体的一半。鱼体重量超过1斤的取某纵切的一半。再横切成一寸宽的小段。选出偶数或奇数段。切碎混匀作为平均试样；b。另一种是选出长于6寸以上取3条。不到6寸取10条。然后在每条鱼上取宽度大致相同的三段（胸鳍后一段。臀鳍和胸鳍中间一段。尾鳍前一段。切碎混匀。作为平均试样。

第三节　分析结果的表示与数据处理

一。有效数字

在分析数据的记录。计算和报告时。要注意有效数字问题。有效数字是表示数字的有效意义。在数据处理时。要遵守下列基本法则：

1。记录测量数值时。只保留一位可疑数字。在结果报告中也只能报告到可疑那位数。不能列入后面的无意义数。

2。可疑数以后的数字可根据四舍五入。奇进偶舍的原则处理。即可疑数字以后的数字者为5时。则根据前一数字决定或舍或入。例如将27.025和27。035取为四位有效数字时。结果分别为27。02与27。04。

3。在加减计算中。各数所保留的小数点后的位数。应与所给的各数中。小数点后位数最少的相同。例如2。03＋1。0＋1。2034。结果应为4。2而不是4。2334。在乘除中。各因子保留的位数。以百分误差或有效数字位数最少的为标准。所得积或商的精确度。不应

大于精确度最小的那个因子。例如0.0121，25.64，1.05782三个数字的百分误差分别为0.8 0.04，0.00009。故其积应为0.328。

二。提高分析结果准确度的方法

1。增多测定次数：

测定次数越多，则平均值就越接近真实值。偶然误差可以抵消，所以结果就越可靠。一般每个样品测定不少于2次。根据单项次报告的结果是十分不可靠的。要求精确的测定还应当增加测定次数。

2。作空白试验：

如果在测定样品的同时作空白试验，在样品测定值中减掉空白值，就可以抵消许多尚不明了的影响。

3。作对照测定：

在样品测定的同时，测定一系列标准溶液配制的对照即完全和样品测定一样操作。最后将结果比较。

4。加入标准物质测定回收率：

可以检验分析方法的标准程度和样品所引起的干扰误差。并可以同时求出精密度。所以回收率测定是一种常用的检验方法。

在一个样品中，加入已知量的欲测物质的标准溶液，然后与原样品同时测定，测定结果之差应等于加入的标准质量。

回收率计算：

$$回收率(\%)=\frac{X_2-X_1}{A}\times 100$$

式样：X_1—原样品中某物质的测定值；

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com

X_a—原样品加某物质标准物后的测定值；

A—所加某物质标准物的量。

5、标准曲线的回归：

在光电比色法或分光光度法中，常常需要制备一套标准物质系列，测定其参数（光密度、荧光强度、峰高等），绘制其与标准物质量之间的关系曲线，称为标准曲线。但是标准曲线的点阵往往不在一条直线上，这时可用回归法求出该线的方程，就能最合理地代表此标准曲线。

作图时一般以物质的浓度为横座标（X），以测得的光密度值为纵座标（y），在坐标纸上作点，根据最小二乘法原理，计算出直线方程的截距b和斜率a之值：

$$a=\frac{n\Sigma Xy-\Sigma X\Sigma y}{n\Sigma X^2-(\Sigma X)^2}$$

$$b=\frac{\Sigma X^2\Sigma y-\Sigma X\Sigma Xy}{n\Sigma X^2-(\Sigma X)^2}$$

式中：

n—测定点的次数；

X—各点在横坐标上的值；

y—各点在纵坐标上的值。

则回归后的直线方程为：

$$y=aX+b$$

利用回归方法不仅可以求出平均的直线方程式，而且还可以检验结果的可靠性。事实上，可以应用回归方程进行测定结果的计算，而

不必绘制标准曲线。

6。校正度量仪器

所用的天平应有足够的灵敏度。用前应仔细检查砝码及玻璃仪器如滴定管。容量瓶。移液管等应作校正。

7。使用符合试验所要求的纯度的试剂：

所用试剂要符合试验所要求的等级。标定标准溶液所用的基准物要求用基准试剂或优级纯（GR）。至少不得低于分析纯（AR）。作为标准物的尽可能使用纯度高的试剂。其它试剂根据要求决定。

8。在一次测定中使用同一量度工具。如用同一架天平。同一个滴定管。以减少来自量度仪器的系统误差。

当提出分析结果时应作一次检查。看看各项测定值之间有无矛盾。对于超过或低于正常值很多的数值。要详细检查操作是否有误。分析造成的原因后。应再作测定或请其他化验人员检验。进行核对。

第二章　食品的感观检验和评定

感观是指感观的感觉如听觉、视觉、嗅觉和触觉，感观鉴定是指这些感觉的综合，目前成品的感观指标如色泽、组织状态、气味和有机杂质等依然载入有关食品的技术标准。

下面介绍几种食品的感观检验和评定的实例：

一、鱼类：

用人的感观来检查鱼眼、鱼鳃、鱼体表面、腹部、肌肉等状态借此来判断鱼类质量。

水煮尝味试验。取肌肉100～200克，置于烧杯中加入适量开水煮沸10～20分钟。

1、水产品感观检验指标：

评价指标	新鲜鱼	鲜度较差的鱼	劣质鱼
鱼眼的状态	透明凸出，角膜有弹性。	眼角膜起皱，并稍变混浊，有时由于内溢血而发红。	眼球塌陷或干瘪，角质混浊，虹膜和全部眼腔被血色素浸润。
鱼鳃的状态	色泽鲜红，无异味。	开始变暗，颜色变淡红深红或紫红色。出现粘液带有发酸的气味。	呈褐色至灰白色，附有混浊，有粘液，带有臭味和陈腐味。

批价指标	新鲜鱼	鲜度较差的鱼	劣质鱼
体表面的状态	有透明的粘液，鳞片鲜明有光泽，贴附鱼体牢固而不易脱落（鳎、鳗鱼除外）。	体表粘液增加，不透明有酸味，鳍光泽稍差，并易脱落。	鳞暗淡无光，易与外皮脱离，表面附有污粘液并有腐臭味。
腹部的状态	正常不膨胀，肛孔白色凹陷	膨胀不显著，肛孔稍稍突出。	腹部膨胀或变形而凹下，常在表面出现暗色或淡绿斑点，肛孔鼓出。
肌肉的状态	肌肉坚实有弹性，以手指压后，凹陷立即消失，肌肉的横断面有光泽无异味。	肌肉松软，手指压后凹陷不能立即消失，稍有酸味，肌肉横断面无光泽。脊骨处有红色圆圈。	肌肉松软无力，手指压后凹陷不消失，肌肉易于骨骼分离，有酸味。有的地方有腐败现象。
水煮试验	鱼汤透明，有带油的亮光和芬芳鲜美的口味。	汤汁混浊，脂肪乳化，有刺鼻的气味。	

虾类：

评价指标	新鲜虾	鲜度较差的虾	劣质虾
体表的状态	有它固有的正常色泽和光泽，甲壳无黑或轻度变黑，头节对虾有自然的棕色斑，春对虾卵黄呈绿褐色，“红虾”鹰爪虾体表呈红色，对虾和长矛对虾虾体分布均匀淡红色素小，它的体色略显红色。	虾体和卵黄的色泽及光泽都有些褐色甲壳黑变增加。	虾体体色变红，春对虾，背部卵黄处出现红线，卵黄变稀，不成块状，甲壳黑变严重。
虾肉的状态	肉质紧密有弹性，甲壳紧密附着虾体	虾肉韧性略差	肉质松软，甲壳与虾体分离（对虾软体虾除外）
气味	正常无异味	有轻微的异味	有氨臭味

品种	评定指标	新鲜的	鲜度较差的	劣质的
梭子蟹	体表状态	腹面甲壳和中央沟二侧色泽洁白，有光泽手指压腹面较坚实，步足僵硬无异味	中央沟二侧色泽较差，步足松懈，有轻微异味。	腹面有黑色斑点和斑块现象，中央沟两侧有有灰褐色斑点或条状。先去光泽，甚至能见到黄色颗粒状流动物质，足已经“散黄”开始变质。有腐败味，步足松懈与背面呈垂直状态。
软体动物 章鱼 鱼墨鱼	眼的状态	眼球饱满，章鱼眼前方金色圈清晰，吸盘有刀。	较差	最差
	体表状态	体色色泽气味正常，体表粘液清亮无异味。	体表色泽变红色泽退浅。	体表发，粘液混浊有臭味。
海螺肉 海赤贝肉	色味	色泽呈自然的正常色，赤贝呈呈黄褐色无异味	色泽退浅。	有酸味，手摸发粘
生剥文蛤肉	外观	粘液清亮不混浊，无臭味。	呈暗灰色，生剥肉呈乳白色。	

此为试读，需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com