

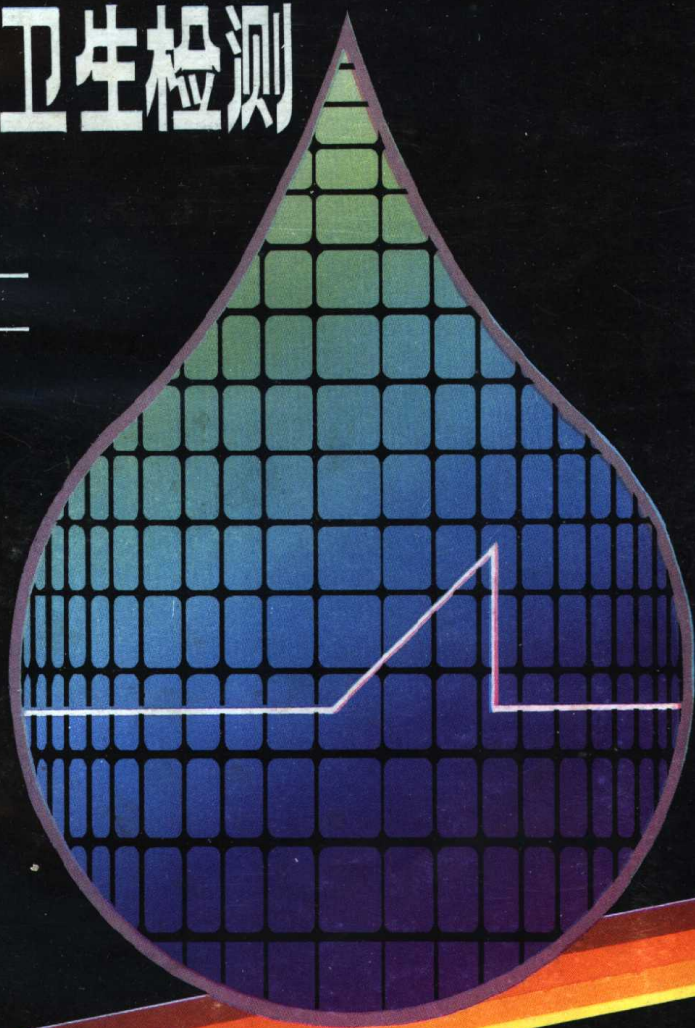
# LIANG YOU SHI PIN

WEI SHENG JIAN CE

## 粮油食品卫生检测

王肇慈

编著



中国食品出版社

## 内容简介

本书围绕粮油食品的卫生分析,介绍了粮油食品样品的采取与制备,样品的预处理技术,现代仪器分析的基础理论和技术,粮油食品中农药、有害元素、真菌毒素、苯并( $\alpha$ )芘及其他有害物质分析方法以及注意事项等。可作为大专院校粮油食品检测专业的教学参考用书,可供粮油食品检测科技、管理人员参考。

粮油食品卫生检测

王肇西 编 著

刘 勇 副 编 著

中国食品出版社出版

(北京广安门内湾子)

新华书店北京发行所发行

孙 云 印刷 印刷

787×1092 1/32 110874印张 379千字

1989年11月第1版 1989年11月第1次印刷

印数: 1—7500册

ISBN 7-80044-250-0/TS·251

定价: 6.20 元

# 前 言

人类生存离不开粮油食品。如果粮油食品在产生、征购、供应、运输、贮存和加工过程中被有害物质污染，会引起疾病、急性中毒或者死亡。此外，还会引起人群性严重的慢性中毒。因此，防止粮油食品污染，提高粮油食品卫生质量，是关系到人民和子孙后代的生命和健康、民族兴旺的重要问题。

1982年我国颁布了《食品卫生法（试行）》，明确提出了防止粮油食品污染工作的任务和要求，粮油食品卫生工作有了明确的法律依据，使粮油食品卫生质量有了迅速的改善和提高。

目前不少省、市、县的粮食系统设立中心化验室，大的粮油食品加工厂、仓库设立了条件较好的化验室，开展了粮油食品卫生检测工作，有关大专院校和中等专业学校开设了粮油食品卫生检测课程，培养这方面技术人材。但是，目前还没有高等学校用的粮油食品卫生检验教材，有关参考书亦不多。鉴于这一情况，编者依据《中华人民共和国国家标准食品卫生检验方法》，并收集了国内外有关资料，以及30余年教学经验，编著成此书，用作粮油食品检测专业教材和从事粮油食品检验专业人员的参考用书。

本书共分三个部分：第一部分重点介绍样品和分离技术；第二部分介绍仪器分析法的基本原理与技术；第三部分介绍对粮油食品污染物质检测目的、意义，国家标准检验方

法、原理、检测技术及注意事项等。在编写中根据粮油食品检测的特点及基本规律，将理论与实践有机结合在一起，力求做到内容新颖，条理清晰，深入浅出，通俗易懂，能使在校的粮油食品检验专业的学生和从事这方面专业的技术人员，得到教益和启发，正确理解、准确运用国家标准食品卫生检验方法。

在编写过程中承蒙无锡轻工业学院向瑞春教授、南京粮食经济学院高修吾教授提供了许多宝贵意见并撰写了序言，高修吾教授还进行了审阅，王洁同志绘制了全书插图，谨在此表示衷心感谢。

由于时间和编者水平关系，不妥之处，殷盼读者给予批评指正

编 著 者

1989年于南京

## 序

《粮油食品卫生检测》一书是为适应粮油食品检验专业的设置及其教学需要而编写的。编著者王肇慈副教授对粮油食品卫生检验这门学科有多年的教学经验，在粮油食检验的科研工作方面又富有成果。他编著的《粮油食品卫生检验》一书的内容，依据《食品卫生标准》和粮油食品卫生检验的特点及规律以及本专业的需要，按照《中华人民共和国国家标准食品卫生检验方法》，并参考了国内外有关文献及多年教学经验编著而成，已具备本课程教学目的与要求的系统理论和实际操作技能。

由于书中各项项目的检测，多数属于“微量分析 (Micro analysis) 或痕量分析 (Trace analysis)”，所以在内容编排上，在介绍样品及其制备和仪器分析方法的基础上，来阐述粮油及其食品卫生质量的检测。内容包括虫害防治药剂残留；有害元素；真菌毒素；多环芳烃等的检测。在每一检测项目之后，均附试剂的作用和操作应注意事项等的注释或说明。

总观全书内容丰富、取材严谨、编排合理、文字简洁、层次分明，既有很好的科学体系，又能反映出现代科学技术水平。希望这本书的出版，能使在校的粮油食品质量检测专业学生和从事这方面工作的技术人员，得到教益和启发，较

好地掌握这方面的专业知识和操作技能、技巧。从而使这门学科得到不断发展，为我国粮油食品卫生检测学科的不断发  
展做出应有的贡献。

无 锡 轻 工 业 学 院 教 授    向 瑞 春

南 京 粮 食 经 济 学 院 教 授    高 修 吾

# 目 录

|                              |        |
|------------------------------|--------|
| <b>第一章 样品的采取与制备</b> .....    | ( 1 )  |
| <b>第一节 采样的目的与意义</b> .....    | ( 1 )  |
| 一、正确采样的意义.....               | ( 1 )  |
| 二、采样的目的.....                 | ( 1 )  |
| 三、采样时应注意的几点事项.....           | ( 2 )  |
| <b>第二节 粮食、油料扦样、分样法</b> ..... | ( 3 )  |
| 一、单位代表数量.....                | ( 3 )  |
| 二、扦样方法.....                  | ( 3 )  |
| 三、分样方法.....                  | ( 6 )  |
| <b>第三节 各类食品扦样分样法</b> .....   | ( 7 )  |
| 一、植物油脂扦样分样法.....             | ( 7 )  |
| 二、罐头食品取样法.....               | ( 9 )  |
| 三、乳及乳制品取样法.....              | ( 9 )  |
| 四、新鲜肉采样法.....                | ( 10 ) |
| 五、果蔬取样法.....                 | ( 10 ) |
| <b>第四节 样品的制备</b> .....       | ( 11 ) |
| <b>第二章 样品的预处理技术</b> .....    | ( 12 ) |
| <b>第一节 提取</b> .....          | ( 12 ) |
| 一、抽提法.....                   | ( 12 ) |
| 二、灰化法.....                   | ( 15 ) |
| 三、蒸馏法.....                   | ( 18 ) |
| <b>第二节 净化</b> .....          | ( 21 ) |

|                        |      |
|------------------------|------|
| 一、液-液分配法 .....         | (22) |
| 二、柱层析法 .....           | (26) |
| 三、化学净化法 .....          | (32) |
| 第三节 浓缩 .....           | (35) |
| 一、空气、气体浓缩法 .....       | (35) |
| 二、减压浓缩法 .....          | (35) |
| 第三章 气相色谱法 .....        | (38) |
| 第一节 色谱法简介 .....        | (38) |
| 第二节 色谱法的分类 .....       | (40) |
| 一、按两相的状态分类 .....       | (40) |
| 二、按实验技术分类 .....        | (40) |
| 三、按分离的机制进行分类 .....     | (41) |
| 四、按洗脱方式分类 .....        | (41) |
| 第二节 气相色谱法分类及色谱术语 ..... | (43) |
| 一、气相色谱法分类 .....        | (43) |
| 二、气相色谱术语 .....         | (45) |
| 第三节 气相色谱基本理论 .....     | (48) |
| 一、塔板理论 .....           | (49) |
| 二、速率理论 .....           | (55) |
| 第四节 色谱分离条件的选择 .....    | (58) |
| 一、总分离效能指标 .....        | (58) |
| 二、分离操作条件的选择 .....      | (60) |
| 第五节 色谱系统简介 .....       | (64) |
| 一、气路系统 .....           | (65) |
| 二、进样系统 .....           | (65) |
| 三、色谱柱 .....            | (67) |
| 四、恒温箱 .....            | (68) |



|                         |         |
|-------------------------|---------|
| 五、检测器 .....             | ( 68 )  |
| 六、记录器 .....             | ( 69 )  |
| 第六节 气液色谱固定相 .....       | ( 70 )  |
| 一、载体 .....              | ( 70 )  |
| 二、固定液 .....             | ( 72 )  |
| 三、色谱柱的制备 .....          | ( 75 )  |
| 第七节 检测器 .....           | ( 77 )  |
| 一、检测器的特性 .....          | ( 77 )  |
| 二、热导池检测器 .....          | ( 80 )  |
| 三、氢火焰离子化检测器 (FID) ..... | ( 82 )  |
| 四、电子捕获检测器 (ECD) .....   | ( 84 )  |
| 五、火焰光度检测器 (FED) .....   | ( 87 )  |
| 第八节 定性、定量分析 .....       | ( 88 )  |
| 一、定性分析 .....            | ( 88 )  |
| 二、定量分析 .....            | ( 90 )  |
| 第四章 薄层色谱法 .....         | ( 98 )  |
| 第一节 薄层色谱法原理和特点 .....    | ( 98 )  |
| 一、薄层色谱法的基本原理 .....      | ( 98 )  |
| 二、薄层色谱法的特点 .....        | ( 99 )  |
| 第二节 吸附剂 .....           | ( 100 ) |
| 一、吸附剂 .....             | ( 100 ) |
| 二、吸附剂的活性及测定方法 .....     | ( 101 ) |
| 三、吸附剂的吸附性能 .....        | ( 103 ) |
| 第三节 展开剂 .....           | ( 103 ) |
| 一、被分离物质的极性 .....        | ( 104 ) |
| 二、展开剂 .....             | ( 104 ) |
| 三、展开剂的选择 .....          | ( 105 ) |

|                                 |       |
|---------------------------------|-------|
| 第四节 薄层色谱技术 .....                | (108) |
| 一、薄层板的制备 .....                  | (108) |
| 二、点样 .....                      | (111) |
| 三、展开 .....                      | (112) |
| 四、显色 .....                      | (125) |
| 第五节 定性分析 .....                  | (126) |
| 第六节 定量分析 .....                  | (127) |
| 一、洗脱后测定法 .....                  | (128) |
| 二、原位直接定量 .....                  | (129) |
| 第七节 高效薄层色谱 .....                | (141) |
| 一、高效薄层色谱法基本特征 .....             | (141) |
| 二、点样技术 .....                    | (142) |
| 三、展开技术 .....                    | (144) |
| 第五章 高效液相色谱法 .....               | (146) |
| 第一节 高效液相色谱仪 .....               | (147) |
| 一、输液系统 .....                    | (148) |
| 二、进样系统 .....                    | (153) |
| 三、色谱分离系统 .....                  | (157) |
| 四、检测器 .....                     | (162) |
| 第二节 液相色谱理论概述 .....              | (170) |
| 一、谱峰展宽的来源及其对板高 (H) 的影响<br>..... | (171) |
| 二、柱外效应 .....                    | (175) |
| 第三节 液相色谱的类型 .....               | (175) |
| 一、色谱类型的选择 .....                 | (175) |
| 二、液-固吸附色谱 .....                 | (177) |
| 三、液-液分配色谱 .....                 | (180) |

|                            |              |
|----------------------------|--------------|
| 四、离子交换色谱法 .....            | (183)        |
| 五、凝胶色谱 .....               | (188)        |
| 第四节 定性、定量分析 .....          | (191)        |
| 一、定性分析 .....               | (191)        |
| 二、定量分析 .....               | (192)        |
| <b>第六章 可见光分光光度法 .....</b>  | <b>(193)</b> |
| 第一节 基本原理 .....             | (193)        |
| 一、光的性质 .....               | (193)        |
| 二、光的选择吸收和溶液的颜色 .....       | (194)        |
| 三、光吸收的基本定律 .....           | (195)        |
| 四、吸收曲线 .....               | (196)        |
| 第二节 定量分析方法 .....           | (197)        |
| 一、直接比较法 .....              | (197)        |
| 二、标准曲线法 .....              | (197)        |
| 第三节 可见光分光光度计 .....         | (198)        |
| <b>第七章 原子吸收分光光度法 .....</b> | <b>(203)</b> |
| 第一节 基本原理 .....             | (204)        |
| 一、基态与激发态原子的分配 .....        | (204)        |
| 二、吸光度与分析物浓度的关系 .....       | (206)        |
| 三、共振线与吸收线 .....            | (207)        |
| 四、谱线轮廓与谱线变宽 .....          | (208)        |
| 五、锐线光源与峰值吸收 .....          | (212)        |
| 第二节 仪器装置 .....             | (213)        |
| 一、光源 .....                 | (214)        |
| 二、原子化系统 .....              | (215)        |
| 三、光学系统 .....               | (224)        |
| 四、检测器 .....                | (226)        |

|                           |       |
|---------------------------|-------|
| 第三节 干扰及其消除 .....          | (227) |
| 一、化学干扰 .....              | (228) |
| 二、光谱干扰 .....              | (230) |
| 三、背景吸收 .....              | (232) |
| 四、物理干扰 .....              | (234) |
| 第四节 测定条件的选择 .....         | (234) |
| 一、灯电流的选择 .....            | (235) |
| 二、火焰类型的选择 .....           | (235) |
| 三、燃烧器高度的选择 .....          | (235) |
| 四、助燃气与燃气的流量比 .....        | (236) |
| 五、单色器光谱通带的选择 .....        | (236) |
| 第五节 定量分析方法 .....          | (237) |
| 一、标准曲线法 .....             | (237) |
| 二、标准加入法 .....             | (238) |
| 第八章 荧光分光光度法 .....         | (240) |
| 第一节 荧光的成因及其与分子结构的关系 ..... | (241) |
| 一、荧光的成因 .....             | (241) |
| 二、荧光光谱和分子结构的关系 .....      | (244) |
| 第二节 荧光的激发光谱和发射光谱 .....    | (248) |
| 一、激发光谱 .....              | (248) |
| 二、发射光谱 .....              | (250) |
| 第三节 溶液的荧光强度 .....         | (252) |
| 一、荧光强度与溶液浓度的关系 .....      | (252) |
| 二、溶剂对荧光强度的影响 .....        | (254) |
| 三、溶液的PH值对荧光强度的影响 .....    | (256) |
| 四、温度对荧光强度的影响 .....        | (256) |
| 五、激发光的照射对荧光强度的影响 .....    | (257) |

|                       |       |
|-----------------------|-------|
| 第四节 溶液荧光的淬灭 .....     | (258) |
| 一、碰撞淬灭 .....          | (258) |
| 二、组成化合物的淬灭 .....      | (259) |
| 三、转入三重态的淬灭 .....      | (259) |
| 四、发生电子转移反应的淬灭 .....   | (259) |
| 五、荧光物质的自淬灭 .....      | (260) |
| 第五节 散射光和拉曼光的影响 .....  | (261) |
| 一、散射光对于荧光分析的干扰 .....  | (261) |
| 二、溶剂的拉曼光及其影响 .....    | (262) |
| 第六节 荧光分光光度计 .....     | (264) |
| 一、荧光分光光度计的基本结构 .....  | (264) |
| 二、元件 .....            | (264) |
| 三、荧光分光光度计 .....       | (267) |
| 第七节 荧光分析方法 .....      | (269) |
| 一、定性 .....            | (269) |
| 二、定量 .....            | (270) |
| 第九章 农药 .....          | (271) |
| 第一节 马拉硫磷 .....        | (272) |
| 一、马拉硫磷毒理毒性与卫生标准 ..... | (272) |
| 二、测定方法 .....          | (273) |
| 第二节 磷化物 .....         | (276) |
| 一、磷化氢的毒性与卫生标准 .....   | (277) |
| 二、测定方法 .....          | (277) |
| 第三节 氰化物 .....         | (283) |
| 一、氰化物的毒性与卫生标准 .....   | (283) |
| 二、测定方法 .....          | (283) |
| 第四节 氯化苦 .....         | (287) |

|                         |       |
|-------------------------|-------|
| 一、氯化苦的毒性与卫生标准 .....     | (287) |
| 二、测定方法 .....            | (287) |
| 第五节 二硫化碳 .....          | (290) |
| 一、二硫化碳的毒性与卫生标准 .....    | (290) |
| 二、测定方法 .....            | (291) |
| 第六节 二溴乙烷 .....          | (293) |
| 第七节 有机氯农药 .....         | (297) |
| 一、六六六、滴滴涕的毒性 .....      | (300) |
| 二、部分食品中六六六、滴滴涕残留量标准 ... | (300) |
| 三、测定方法 .....            | (301) |
| 第八节 有机磷农药 .....         | (313) |
| 一、有机磷农药的毒性 .....        | (314) |
| 二、食品中有机磷农药允许残留量标准 ..... | (315) |
| 三、测定方法 .....            | (317) |
| 第九节 西维因农药 .....         | (328) |
| <b>第十章 有害元素</b> .....   | (335) |
| 第一节 砷 .....             | (336) |
| 一、砷化合物的代谢作用和毒性 .....    | (336) |
| 二、食品中总砷允许量标准 .....      | (337) |
| 三、测定方法 .....            | (338) |
| 第二节 汞 .....             | (352) |
| 一、汞化合物的代谢和毒性 .....      | (353) |
| 二、食品中汞允许量标准 .....       | (354) |
| 三、测定方法 .....            | (354) |
| 第三节 镉 .....             | (365) |
| 一、镉化合物的代谢和毒性 .....      | (366) |
| 二、粮油食品中镉允许量标准 .....     | (367) |

|                                                                           |              |
|---------------------------------------------------------------------------|--------------|
| 三、测量方法 .....                                                              | (368)        |
| 第四节 铅 .....                                                               | (375)        |
| 一、铅化合物的代谢和毒性 .....                                                        | (376)        |
| 二、粮油、食品中汞允许量标准 .....                                                      | (378)        |
| 三、测定方法 .....                                                              | (378)        |
| 第五节 氟 .....                                                               | (388)        |
| 一、氟在机体内的代谢和毒性 .....                                                       | (388)        |
| 二、粮油、食品中氟允许限量标准 .....                                                     | (389)        |
| 三、测定方法 .....                                                              | (390)        |
| 第六节 镍 .....                                                               | (400)        |
| <b>第十一章 真菌毒素 .....</b>                                                    | <b>(404)</b> |
| 第一节 黄曲霉毒素 .....                                                           | (406)        |
| 一、概述 .....                                                                | (406)        |
| 二、粮油、食品中黄曲霉毒素 $B_1$ 允许量标准 .....                                           | (410)        |
| 三、粮油、食品中黄曲霉毒素 $B_1$ ( $AFT_{B_1}$ ) 的<br>测定方法 (GB5009.22—85) .....        | (411)        |
| 四、粮油、食品中黄曲霉毒素 $B_1$ 、 $B_2$ 、 $G_1$ 、<br>$G_2$ 的测定方法 (GB5009.23—85) ..... | (426)        |
| 五、粮油、食品中黄曲霉毒素 $M_1$ 和 $B_1$ 的测<br>定方法 .....                               | (439)        |
| 第二节 粮油、食品中杂色曲霉素的测定方法<br>(GB5009.22—85) .....                              | (446)        |
| 第三节 酵米面、银耳、玉米中黄杆菌毒素A的<br>薄层及高效液相色谱测定方法 (参考方法)<br>.....                    | (452)        |
| 第四节 粮油、食品中赭曲霉毒素A的测定方法<br>(参考方法) .....                                     | (459)        |

|                                   |       |
|-----------------------------------|-------|
| <b>第十二章 苯并(a)芘及其测定方法</b>          | (465) |
| 一、苯并(a)芘概述                        | (469) |
| 二、测定方法                            | (474) |
| <b>第十三章 其他有害物质</b>                | (488) |
| 第一节 棉酚的测定                         | (488) |
| 一、概述                              | (488) |
| 二、游离棉酚的测定                         | (491) |
| 第二节 浸出油中残留溶剂测定                    | (494) |
| 一、概述                              | (494) |
| 二、测定方法——顶空气相色谱法                   | (495) |
| 第三节 油脂中BHT的测定                     | (499) |
| 一、概述                              | (499) |
| 二、测定方法                            | (500) |
| 第四节 油脂中PG的测定                      | (503) |
| 一、概述                              | (503) |
| 二、测定方法                            | (503) |
| 第五节 油脂和食品中BHA、BHT、PG的测定<br>(参考方法) | (505) |
| 第六节 食用植物油中非食用油的鉴别                 | (512) |
| 一、桐油                              | (512) |
| 二、矿物油                             | (513) |
| 三、大麻油                             | (513) |
| 第七节 粮食中有毒种籽鉴定                     | (514) |
| 一、曼陀罗籽鉴别方法                        | (514) |
| 二、麦角、毒麦鉴别方法                       | (517) |



# 第一章 样品的采取与制备

## 第一节 采样的目的与意义

### 一、正确采样的意义

从一批粮油、食品中扦取少量具有代表性的样品，供分析检测用，叫做采样。

采样在粮油、食品卫生检测工作中是一项非常重要的工作。在实验程序中，首先就是采样。粮油、食品卫生检验结果准确与否，与采样是否有代表性密切相关。因此，对采样工作应备加注意，否则在随后的检测步骤中所做的努力都会因采样不具有代表性而付之东流。并且由于不正确的采样，可能造成不符合卫生标准的粮油、食品流入市场，对消费者存在一种潜在的危害。

粮油、食品种类繁多，污染物与污染来源不一，而且污染物分布往往很不均匀。因此，扦样前，必须了解污染物的性质和污染来源，了解粮油、食品的批次组成以及加工、贮存、运输等情况，然后按照采样的办法采取有代表性的样品

### 二、采样的目的

粮油、食品卫生检验用的样品在下列情况下进行采样。