

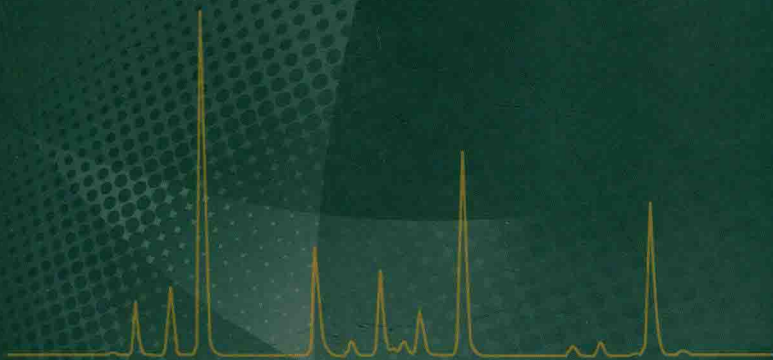
DETERMINING QUALITY AND SAFETY OF FRUITS AND DERIVED PRODUCTS

Nutritional Quality and Functional Components

果品及其制品质量安全检测

营养品质和功能成分

聂继云 闫震 李志霞◎主编



中国质检出版社
中国标准出版社

果品及其制品质量安全检测 营养品质和功能成分

Determining Quality and Safety of Fruits and Derived
Products—Nutritional Quality and Functional Components

聂继云 闫 震 李志霞 主编

中国质检出版社
中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

果品及其制品质量安全检测 营养品质和功能成分/聂继云, 闫震, 李志霞主编. —北京: 中国质检出版社, 2017. 12

ISBN 978-7-5026-4509-0

I. ①果… II. ①聂… ②闫… ③李… III. ①果品加工—质量检验 IV. ①TS255.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 267210 号

中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号 (100029)

北京市西城区三里河北街 16 号 (100045)

网址: www.spc.net.cn

总编室: (010) 68533533 发行中心: (010) 51780238

读者服务部: (010) 68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 850×1168 1/32 印张 10.375 字数 285 千字

2017 年 12 月第一版 2017 年 12 月第一次印刷

*

定价: 58.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68510107

主 编 简 介

聂继云，男，研究员，博士，博士生导师，主要从事果品质量安全与标准研究。现任中国农业科学院果树研究所果品质量安全研究中心主任、农业部果品质量安全风险评估实验室（兴城）主任、农业部果品及苗木质检中心（兴城）常务副主任、中国农业科学院科技创新工程“果品质量安全风险监测与评估团队”首席科学家、国家苹果产业技术体系质量安全与营养品质评价岗位科学家、辽宁省“百千万人才工程”百层次人选、农业部农产品质量安全专家组成员、全国果品标准化技术委员会委员，《Journal of Integrative Agriculture》《中国农业科学》《农产品质量与安全》《中国果树》等期刊编委。“十五”以来，主持完成国家级和省部级科研项目 25 项；发表论文 110 余篇，其中，SCI/EI 收录论文和一级学报论文 50 余篇；主编《农产品质量与安全·果品卷》《果品质量安全标准与评价指标》《苹果安全生产技术手册》等著作 9 部，参编著作 7 部；制定《水果和蔬菜可溶性固形物含量的测定 折射仪法》（NY/T 2637—2014）、《水果、蔬菜及其制品中叶绿素含量的测定 分光光度法》（NY/T 3082—2017）等农业行业标准和国家标准 30 余项；取得省部级科技成果奖 4 项，其他获奖成果多项。

丛书编委会

主 编 聂继云

编 委 (按姓氏拼音排序)

程 杨 冯晓元 郭永泽 焦必宁

匡立学 李银萍 李志霞 王 蒙

王 艳 闫 震

本书编委会

主 编 聂继云 闫 震 李志霞

副主编 王 艳 沈友明

编 者 (按姓氏拼音排序)

陈秋生 程 杨 董雅凤 冯晓元

高 芳 关棣锴 郭永泽 胡 莉

焦必宁 匡立学 李海飞 李 静

李银萍 刘 璇 庞荣丽 邢丽杰

徐国锋 岳 强 赵多勇

前 言

随着我国果业的快速发展,果品及其制品在农业增效、农民增收和农村经济发展中发挥着越来越重要的作用。我国果品种类丰富,作为商品栽培的果品超过 70 种,为满足消费者多样化需求奠定了坚实基础。我国是世界第一大果品生产国和消费国,果品产量约占全球的四分之一,苹果、柑橘、梨、葡萄、桃等许多果品的产量均居世界首位,果品及其制品早已成为我国居民膳食的重要组成部分。随着社会的进步和生活水平的提高,果品及其制品质量安全日益受到生产者、经营者、消费者和政府主管部门的高度关注和重视。营养品质、功能成分、农药残留、矿质元素、真菌毒素、致病微生物、食品添加剂和过敏原果品成分是影响果品及其制品质量安全的主要因素,事关消费者健康、安全。无论是果品及其制品的生产、贮运和贸易,还是对其进行研究、教学和监管,质量安全检测内容均必不可少。为此,特组织有关专家编写了这套果品及其制品质量安全检测方法丛书,以向读者提供重要的技术和参考依据。

国家标准和行业标准都是公认的技术规则,兼具科学性、先进性和实用性。本套丛书是在收集 260 余项果品及其制品检测相关国家标准和行业标准基础上,结合我国果品及其制品检测工作实际需要和编者多年的检测工作经验而编写的。丛书共分 5 册,《果品及其制品质量安全检测 营养品质和功能成分》《果品及其制品质量安全检测 农药残留(上)》《果品及其制品质量安全检测 农药残留(下)》《果品及其制品质量安全检测 元素、添加

剂和污染物》和《果品及其制品质量安全检测 真菌毒素、致病菌和果品成分》。第一册由聂继云、闫震和李志霞主编，第二册和第三册由聂继云主编，第四册由聂继云、匡立学和程杨主编，第五册由聂继云、李志霞和李银萍主编。丛书由聂继云统稿。参加编写的还有常维霞、陈秋生、董雅凤、冯晓元、高芳、关棣锴、郭永泽、胡莉、焦必宁、李海飞、李静、刘红弟、刘璇、庞荣丽、沈友明、王蒙、王艳、王玉娇、邢丽杰、徐国锋、岳强、赵多勇等。

本丛书内容丰富，覆盖果品及其制品质量安全检测的各个方面，共收录检测方法近 330 种。其中：营养品质检测方法 39 种，以分光光度法、水解法和滴定法为主，覆盖 17 种（类）营养品质指标；功能成分检测方法 40 种，以液相色谱法居多，覆盖 32 种（类）功能成分；农药残留检测方法 111 种，以气相色谱-质谱法和液相色谱-质谱/质谱法为主，包括 64 种单残留方法和 47 种多残留方法，多残留检测方法可检测 2 种~512 种农药及相关化学品残留；元素检测方法 45 种，包括 39 种单元素方法和 6 种多元素方法（多元素方法可检测 4 种~26 种元素），前者主要是原子吸收光谱法、原子荧光光谱法和分光光度法，后者均为 ICP-OES 法或 ICP-MS 法；添加剂检测方法 28 种，以液相色谱法为主，覆盖 43 种食品添加剂；污染物检测方法 7 种，覆盖 30 种污染物；真菌毒素检测方法 12 种，覆盖 4 种（类）真菌毒素和产毒青霉属、曲霉属及其毒素；致病菌检测方法 18 种，覆盖 11 种致病菌；果品成分检测方法 11 种，均为 PCR 法，覆盖 11 种水果成分；过敏原果品成分检测方法 15 种，主要是 LAMP 法和实时荧光 PCR 法，覆盖 9 种过敏原果品成分。

本丛书内容全面、语言精练、条理清晰、重点突出，为全面、科学、公正地开展果品及其制品质量安全检测、鉴定、评价提供了重要技术支持和依据，可供高等院校、科研院所和企业业

单位从事果品及其制品质量安全分析检测的科研人员、师生和技术人员参考。本书得到现代农业产业技术体系（CARS-27）、中国农业科学院科技创新工程（CAAS-ASTIP）、国家农产品质量安全风险评估重大专项等项目资助。

由于水平有限，书中难免有遗漏、错误和欠妥之处，敬请广大读者批评指正。对于检测方法未涵盖的样品种类，读者可在验证、优化基础上对相关检测方法进行拓展。若有疑问，读者可查阅相关方法来源标准。

编者

2017 年 12 月

目 录

第一篇 果品及其制品营养品质的检测	1
一、水分的测定	1
二、灰分的测定	8
三、蛋白质的测定	14
四、氨基酸的测定	22
五、脂肪的测定	28
六、脂肪酸的测定	32
七、淀粉的测定	38
八、糖的测定	47
九、可溶性固形物的测定	79
十、酸的测定	81
十一、pH 的测定	98
十二、石细胞的测定	99
十三、硬度的测定	101
十四、叶绿素的测定	103
十五、水分活度的测定	104
十六、过氧化值的测定	110
十七、羰基价的测定	114
第二篇 果品及其制品中维生素的检测	117
一、维生素 B ₁ 的测定	117

二、维生素 B ₂ 的测定	126
三、维生素 B ₅ (泛酸) 的测定	134
四、维生素 B ₆ 的测定	142
五、维生素 B ₁₂ 的测定	150
六、生物素的测定	153
七、维生素 C 的测定	158
八、烟酸和烟酰胺的测定	171
九、维生素 B ₁ 等 6 种维生素的测定	176
十、维生素 D 的测定	181
十一、维生素 E 的测定	188
十二、维生素 A 和维生素 E 的测定	192
十三、维生素 K ₁ 的测定	197
 第三篇 果品及其制品中其他功能成分的检测	 208
一、叶黄素的测定	208
二、胡萝卜素的测定	213
三、总黄酮的测定	220
四、游离酚酸的测定	223
五、多甲氧基黄酮的测定	226
六、花青素的测定	229
七、类黄酮的测定	232
八、酚类物质的测定	237
九、白藜芦醇和白藜芦醇苷的测定	241
十、熊果苷的测定	244
十一、单宁的测定	250
十二、柠碱的测定	252
十三、果胶的测定	255
十四、粗多糖的测定	258

十五、粗纤维的测定	261
十六、膳食纤维的测定	262
十七、总膳食纤维的测定	270
十八、甜菜碱的测定	272
十九、肌醇的测定	275
附录	281
附录 1 维生素 B ₂ 标准溶液的浓度校正方法	281
附录 2 泛酸测定用培养基的配制方法	282
附录 3 维生素 B ₆ 各组分标准溶液的浓度校正方法	284
附录 4 维生素 B ₆ 微生物法测定用培养基的配制	285
附录 5 生物素测定用相关培养基的配制	286
附录 6 无水乙醇中醛类物质检查方法	287
附录 7 维生素 A、维生素 D、维生素 E 标准溶液浓度 校正方法	288
附录 8 乙醚中过氧化物检查方法	289
附录 9 维生素 K ₁ 标准溶液浓度校正方法	289
附录 10 胡萝卜素标准溶液浓度标定方法	290
附录 11 胡萝卜素保留时间确认和色谱纯度计算	291
附录 12 胡萝卜素百分吸光系数	292
附录 13 3 种酶的活性要求和判定标准	293
附录 14 肌醇测定的培养基及其试剂	294
附表	297
附表 1 脂肪酸甲酯转换系数表	297
附表 2 氧化亚铜与还原糖和转化糖的质量对应表	300
附表 3 可溶性固形物含量温度校正表	317

第一篇 果品及其制品营养品质的检测

一、水分的测定

(一)蒸馏法

适用于含水较多又有较多挥发性成分的样品中水分的测定,不适用于水分含量小于 1g/100g 的样品。

1. 原理

利用样品中水分的物理化学性质,用水分测定器将样品中的水分与甲苯或二甲苯共同蒸出,根据接收的水的体积计算出试样中水分的含量。

2. 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》规定的三级水。

(1) 试剂

甲苯或二甲苯。

(2) 溶液配制

甲苯或二甲苯制备:取甲苯或二甲苯,先用水饱和,分去水层,蒸馏,收集馏出液,备用。

3. 仪器和设备

(1) 水分测定器:如图 1 所示(带可调电热套)。水分接收管容量 5mL,最小刻度值 0.1mL,容量误差小于 0.1mL。

(2) 天平:感量 0.0001g。

4. 分析步骤

准确称取适量试样(应使最终蒸出的水在 2mL~5mL,但最多取样量不得超过蒸馏瓶的 2/3),放入 250mL 蒸馏瓶中,加入新蒸

馏的甲苯(或二甲苯)75mL,连接冷凝管和水分接收管,从冷凝管顶端注入甲苯(或二甲苯),装满水分接收管。同时做甲苯(或二甲苯)的试剂空白。

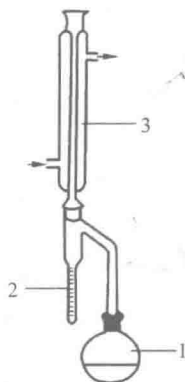


图1 水分测定器

1—250mL 蒸馏瓶;2—水分接收管,有刻度;3—冷凝管。

加热慢慢蒸馏,使每秒钟的馏出液为2滴,待大部分水分蒸出后,加速蒸馏,使每秒钟的馏出液约为4滴。当水分全部蒸出,接收管内水的体积不再增加时,从冷凝管顶端加入甲苯(或二甲苯)冲洗。如冷凝管壁附有水滴,可用附有小橡皮头的铜丝擦下,再蒸馏片刻至接收管上部和冷凝管壁无水滴附着,接收管水平面保持10min不变为蒸馏终点,读取接收管水层的容积。

5. 结果计算

试样中水分的含量按式(1)计算,以两次平行测定结果的算术平均值表示,计算结果保留3位有效数字。两次平行测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

$$X = \frac{V - V_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中水分的含量,单位为毫升每百克(mL/100g)(或按水在20℃的密度0.99820g/mL计算质量);

V ——接收管内水的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——做试剂空白时,接收管内水的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

方法来源

《食品安全国家标准 食品中水分的测定》(GB 5009.3—2016)

(二) 卡尔·费休法

适用于样品中微量水分的测定。

1. 原理

碘能与水和二氧化硫发生化学反应,在有吡啶和甲醇共存时,1mol 碘只与 1mol 水作用。碘是作为滴定剂加入的,滴定剂中碘的浓度是已知的,根据消耗滴定剂的体积,计算消耗碘的量,从而计算出试样中水分的含量。

2. 试剂和材料

(1) 卡尔·费休试剂。

(2) 无水甲醇:优级纯。

3. 仪器和设备

(1) 卡尔·费休水分测定仪。

(2) 天平:感量 0.0001g。

4. 分析步骤

(1) 卡尔·费休试剂的标定

在反应瓶中加一定体积(浸没铂电极)的甲醇,在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点。加入 10mg 水(精确至 0.1mg),滴定至终点并记录卡尔·费休试剂的用量。卡尔·费休试剂的滴定度按式(2)计算。

$$T = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

T ——卡尔·费休试剂的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——水的质量,单位为毫克(mg);

V ——滴定水消耗的卡尔·费休试剂的用量,单位为毫升(mL)。

(2) 试样前处理

可粉碎的固体试样尽量粉碎,使之均匀。不易粉碎的试样可切碎。

(3) 试样中水分的测定

于反应瓶中加一定体积的甲醇或卡尔·费休测定仪规定的溶剂浸没铂电极,在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点。迅速将易溶于甲醇或卡尔·费休测定仪规定的溶剂的试样直接加入滴定杯中,用卡尔·费休试剂滴定至终点。不易溶解的试样采用对滴定杯加热或加入已测定水分的其他溶剂辅助溶解后,用卡尔·费休试剂滴定至终点。试样中的含水量应大于 $100\mu\text{g}$ 。滴定时平衡时间较长且引起漂移的试样需扣除漂移量。

(4) 漂移量的测定

在滴定杯中加入与测定样品一致的溶剂,并滴定至终点,放置不少于 10min 后再滴定至终点,两次滴定之间的单位时间内的体积变化即为漂移量。

5. 结果计算

固体试样的水分含量按式(3)计算,液体试样的水分含量按式(4)计算,以两次平行测定结果的算术平均值表示。水分含量 $\geq 1\text{g}/100\text{g}$ 时,计算结果保留 3 位有效数字,否则保留 2 位有效数字。两次平行测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

$$X = \frac{(V_1 - D \times t) \times T}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$X = \frac{(V_1 - D \times t) \times T}{V_2 \times C} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

X ——试样中水分的含量,单位为克每百克($\text{g}/100\text{g}$);

V_1 ——滴定试样时消耗的卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

D ——漂移量,单位为毫升每分钟(mL/min);

t ——滴定所消耗的时间,单位为分钟(min);

T ——卡尔·费休试剂的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

V_2 ——液体试样的体积,单位为毫升(mL);

C ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

方法来源

《食品安全国家标准 食品中水分的测定》(GB 5009.3—2016)

(三)减压干燥法

适用于高温易分解的样品和水分较多的样品中水分的测定,不适用于水分含量小于0.5g/100g的样品。

1. 原理

利用样品中水分的物理性质,在达到40kPa~53kPa压力后加热至 $60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$,采用减压烘干方法去除试样中的水分,再通过烘干前后的称量数值计算出样品的水分含量。

2. 仪器和设备

- (1) 扁形铝制或玻璃制称量瓶。
- (2) 真空干燥箱。
- (3) 干燥器:内附有效干燥剂。
- (4) 天平:感量0.0001g。

3. 分析步骤

取已恒重的称量瓶称取2g~10g(精确至0.1mg)试样,放入真空干燥箱内,将真空干燥箱连接真空泵,抽出真空干燥箱内空气(所需压力一般为40kPa~53kPa),同时加热至所需温度($60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$)。关闭真空泵上的活塞,停止抽气,使真空干燥箱内保持一定的温度和压力,4h后打开活塞,使空气经干燥装置缓缓通入真空干燥箱内,待压力恢复正常后打开,取出称量瓶,放入干燥器中,0.5h后称量。重复以上操作至前后两次质量差不超过2mg,即为恒重。

4. 结果计算

试样中水分的含量按式(5)计算,以两次平行测定结果的算术平均值表示。水分含量 $\geq 1\text{g}/100\text{g}$ 时,计算结果保留3位有效数字,否则保留2位有效数字。两次平行测定结果的绝对差值不得