

普通高等教育“十一五”国家级规划教材  
高等职业教育食品类专业系列教材

# 食品分析与检验

康 臻 主 编

高等职业教育食品类专业系列教材  
编审委员会成员名单

主任 张安宁

副主任 朱 珠 莫慧平 刘 冬

委员 (按姓氏笔画排序)

马 越 王 锋 马兆瑞 孙连富 刘用成

李五聚 吴云辉 杜克生 杨 君 杨爱萍

杨登想 张旭光 张孔海 梁传伟 翟玮玮

图书在版编目 (CIP) 数据

食品分析与检验/康臻主编. —北京: 中国轻工业出版社, 2006.9

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

ISBN 7-5019-5511-5

I. 食... II. 康... III. ①食品分析-高等学校-教材②食品检验-高等学校-教材 IV. TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 080303 号

责任编辑: 白洁 涂润林

策划编辑: 白洁

责任终审: 滕炎福

封面设计: 宋琳媛

版式设计: 马金路

责任校对: 李靖

责任监印: 胡兵 张可

出版发行: 中国轻工业出版社 (北京东长安街6号, 邮编: 100740)

印刷: 印刷厂

经销: 各地新华书店

版次: 2006年9月第1版第1次印刷

开本: 720×1000 1/16 印张: 20.25

字数: 409千字

书号: ISBN 7-5019-5511-5/TS·3208 定价: 30.00元

读者服务部邮购热线电话: 010-65241695 85111729 传真: 85111730

发行电话: 010-85119817 65128898 传真: 85113293

网址: <http://www.chlip.com.cn>

Email: [club@chlip.com.cn](mailto:club@chlip.com.cn)

如发现图书残缺请直接与我社读者服务部联系调换

51051J4X101ZBW

# 前 言

《食品分析与检验》是食品类专业中重要的专业课程之一。本书编写的宗旨是使本教材以基础知识为主体，着重提高学生的综合素质能力，培养技能型、应用型人才，突出高职高专职业教育的特色。

本书在编写过程中，以“必需”和“够用”为度，选题恰当，层次清晰，内容包括绪论、食品样品的采集和前处理技术、食品的感官检验法、食品的物理检测法、食品一般成分的检验、食品添加剂的测定、食品中微量元素的测定、食品中有毒有害物质的测定、食品中食品卫生微生物的测定、食品分析中的质量保证、实验方法评价与数据处理等共十一章。

本书由康臻主编，参加编写的有：湖北大学职业技术学院康臻（第二、五章）；河南漯河职业技术学院秦明利（第一、七章）；北京电工科技职业技术学院刘亚红（第三章）；山东日照职业技术学院倪雪朋（第四章）；徐州工业职业技术学院刘辉（第六章）；苏州农业职业技术学院周建俭（第八章）；湖北大学职业技术学院陈洁（第九章）、章焰（第十、十一章）。

本书适用于高职高专食品加工技术、食品生物技术、食品质量与安全等专业，也可供质量监督、管理和检测技术人员参考。

在编写过程中，曾得到各方面的大力支持和帮助，在此表示感谢。

由于编者水平有限和时间关系，书中不妥之处敬请读者批评指正。

编者

# 第一章 绪 论

## 【学习目标】

了解食品分析与检验的任务、现状及发展趋势；熟悉食品分析与检验的内容；掌握食品分析与检验的方法。

## 一、食品分析与检验的对象、任务

食品是指各种供人们使用或饮用的成品、原料以及按照传统认定的既是食品又是药品的物品。食品是人类进行生命活动的能量和营养来源，是人类生存不可缺少的生活资料之一。食品品质的优劣，直接关系着人们的身体健康。食品品质优劣的评价，就是看它的营养均衡性、安全性和可接受性，即营养成分含量多少，有毒、有害物质存在与否和感官性状如何。食品分析与检验就是专门研究各类食品组成成分的检测方法、检验技术及有关理论，进而评定食品品质的一门技术性和应用性的学科。食品分析与检验具有很强的技术性和实践性，是食品科学的一个重要分支。

食品分析与检验的任务是根据制定的技术标准，运用物理、化学、生物化学等学科的基本理论和检测分析技术，对食品生产中的物料（原料、辅助材料、半成品、成品、副产品、包装材料等）的主要成分及其含量进行监测和检验，对产品的品质、营养、卫生与安全等方面作出评价；对食品生产的工艺过程进行监控，以掌握生产情况，保证产品质量；对食品新资源和新产品的开发、新技术和新工艺的研究和应用提供可靠的依据。

在食品科学研究中，食品分析与检验是不可缺少的手段，无论是理论性研究还是应用性研究，几乎都离不开食品分析与检验。食品分析与检验工作在食品生产中也起着“参谋”和“眼睛”的作用。食品分析与检验在保证食品的营养、卫生与安全，防止食物中毒及食源性疾病，控制食品污染，以及研究食品污染的来源与途径等方面都具有十分重要的意义。

## 二、食品分析与检验的内容

我们知道，食品的种类繁多，组成成分也十分复杂。由于分析目的、分析项目（某些食品还有特定的分析项目）的不同以及分析方法的多种多样，使得食品分析与检验的内容相当广泛。概括起来主要有以下一些内容。

### 1. 食品的感官分析与检验

食品的感官特征是食品的重要质量指标。各种食品除了色、香、味这些食品共有的感官特征外，还具有各自的独特感官特征。例如，液体食品还有澄清、透明等感官特征；固体、半固体食品还有软、硬、黏、滑、弹性、韧性、干燥等感官特征。品质好的食品不但要符合营养、卫生与安全的要求，而且还要有良好的可接受性。随着人们生活和消费水平的不断提高，对食品的色、香、味、外观、组织状态、口感等感官印象提出了越来越高的要求，因此，感官分析与检验已是食品质量检验的主要内容之一。目前，现行的国家食品标准对各类食品都制定有相应的感官指标标准。

## 2. 食品营养成分的分析与检验

人体所必需的营养成分主要有水分、矿物质、碳水化合物、脂肪、蛋白质与氨基酸、维生素等六大类，它们也是构成食品的主要成分。人们为了维护生命和健康，保证生活和生产活动的正常进行，必须从各种食品中摄取足够的、人体所必需的营养成分。不同的食品所含营养成分的种类和含量是各不相同的。天然食品中，能够同时提供人体所需的各种营养成分的品种较少，人们必须根据人体对各种营养成分的需求，进行合理搭配，以获得较全面的营养。为此我们必须对各种食品的营养成分进行分析与检验，以评价其营养价值，为人们选择食品提供依据。此外，在食品生产中，工艺配方的确定、工艺合理性的鉴定、生产过程的控制及成品质量的检验等，都离不开营养成分的分析与检验。

食品营养成分的分析与检验是食品分析与检验的主要内容。

## 3. 食品添加剂的分析与检验

食品企业在生产中，为了改善食品的感官特征、食品原来的品质，为了增加营养、提高质量，为了延长食品的储存时间，或因加工工艺需要，常会加入一些辅助材料——食品添加剂。目前，所使用的食品添加剂多为化学合成物质，有些对人体具有一定的毒副作用，因此，国家食品安全标准对食品添加剂的使用范围及用量均作了严格的规定。为监督食品企业在生产中合理使用食品添加剂，保证食品的安全性，对食品添加剂进行分析、检验已成为食品分析与检验的一项重要内容。

## 4. 食品中有害、有毒物质的分析与检验

正常的食品应当无毒、无害，符合应有的营养要求和具有相应的感官特征。在食品生产、加工、包装、运输、贮存、销售等各个环节中，常产生或引入某些对人体有害、有毒的物质。按有害、有毒物质的来源和性质，有害、有毒物质主要有以下几类。

(1) 有害、有毒元素 主要来自工业三废、生产设备、包装材料等对食品的污染。主要有砷、汞、铬、锡、锌、铅、镉、铜等。

(2) 食品加工中产生的有害、有毒物质 在食品加工中也可产生一些有害、有毒物质。如在腌制加工过程中产生的亚硝酸胺；在发酵过程中产生的醛、酮类物

质；在烧烤、烟熏等加工过程中产生的 3, 4-苯并芘。

(3) 来自包装材料的有害、有毒物质 在食品包装中由于使用不合乎质量要求的包装材料包装食品，使食品中引入有害、有毒物质。如聚氯乙烯、多氯联苯、荧光增白剂等。

(4) 农药 食品原料在生产中由于不合理地施用农药，使动植物生长环境中农药超标，经动植物体的富集作用及食物链的传递，最终造成食品中农药的残留。

(5) 细菌、霉菌及其毒素 由于食品生产或贮藏环节不当而引起的微生物污染，使食品中产生有害的微生物毒素。此类微生物毒素中，危害最大的是黄曲霉毒素。

食品中有害、有毒物质的种类很多，来源各异。且随着工业的高速发展，环境污染的日趋严重，食品污染源将更加广泛。为了确保食品的安全性，必须对食品中有害、有毒物质进行分析检验。

### 三、食品分析与检验的方法类型

在食品分析与检验工作中，由于分析目的的不同，或由于被测组分和干扰成分的性质以及它们在食品中存在的含量差异，所选择的分析检验方法也各不尽相同。常用的分析检验方法有感官分析检验法、化学分析检验法、仪器分析检验法、微生物分析检验法和酶分析检验法等。

#### 1. 感官分析检验法

感官分析检验，是在生理学、心理学和统计学的基础上发展起来的一种分析检验方法。食品的感官分析检验是借助人的感觉器官（视觉、嗅觉、味觉、触觉等）对食品的色、香、味、口感及组织状态等质量特征及人们自身对食品的嗜好倾向做出评价，再根据统计学原理对评价结果进行统计分析，从而得出理性的结论。感官分析检验有两种类型，一是以人的感官作为测量工具，测定食品的质量特征；二是以食品作为测试工具，测定人的嗜好、偏爱倾向。

目前，有些产品的质量特征还不能用仪器检验，只能靠感官检验。即使拥有先进的测量仪器，感官检验的重要性也不随之降低，只有仪器分析与感官分析相结合，感官指标与理化指标相互补充，才能得到产品质量的完整信息。因此感官分析法是重要的食品分析与检验手段之一。

#### 2. 化学分析检验法

化学分析检验法是以物质的化学反应为基础，使被测成分在溶液中与试剂作用，由生成物的量或消耗试剂的量来确定食品组成成分和含量的方法。在食品的常规检验中相当一部分项目都必须用化学分析检验法进行检测，化学分析检验法是食品分析与检验中最基础、最重要的分析检验方法。化学分析检验法包括质量法和容量法。

### 3. 仪器分析检验法

仪器分析检验法是以物质的物理或物理化学性质为基础，利用光电分析仪器来测定物质含量的分析检验方法。它包括物理分析检验法和物理化学分析检验法。

物理分析检验法是根据食品的一些物理常数与食品的组成成分及含量之间的关系，通过对一些物理常数（如密度、沸点、凝固点、体积、折射率等）进行测定，从而了解食品的组成成分及其含量的分析检验方法。物理分析检验法具有准确、快速、方便等特点，是食品企业生产中常用的方法。如密度法测定糖液的浓度、酒中酒精含量，检验牛乳是否掺水、脱脂等；折光法测定果汁、番茄制品、蜂蜜、糖浆等食品中的固形物含量，牛乳中乳糖含量等；旋光法测定饮料中蔗糖含量，谷类食品中淀粉含量等。

物理化学分析检验法是通过测量物质的光学性质、电化学性质等物理化学性质来求出被测组分含量的方法。它包括光学分析检验法、电化学分析检验法、色谱分析检验法、质谱分析检验法和放电化学分析检验法等。如光学分析检验法用于测定食品中无机元素、碳水化合物、蛋白质与氨基酸、食品添加剂、维生素等成分。色谱分析检验法是近几年迅速发展起来的一种分析技术，它极大地丰富了食品分析与检验的内容，解决了许多用常规化学分析检验法不能解决的微量成分分析检验的难题，为食品分析与检验技术开辟了新途径。

仪器分析检验法具有灵敏、快速、操作简单、易于实现自动化等优点。随着科学技术的发展，仪器分析检验法已越来越广泛地应用于现代食品分析与检验中。

### 4. 微生物分析检验法

微生物分析检验法是基于某些微生物生长需要特定的物质，通过对细菌、病毒进行观察、培养与检测，来判断微生物的污染程度的分析检验方法。微生物分析检验法条件温和，克服了化学分析检验法和仪器分析检验法中某些被测成分易分解的缺点，方法的选择性也较高。此法已广泛应用于维生素、抗生素残留量、激素等成分的分析检验中。

### 5. 酶分析检验法

酶是生物催化剂，它具有高效和专一的催化特征，而且是在温和的条件下进行。酶分析检验法是利用生物酶的特效反应进行物质定性、定量的分析检验方法。生物酶作为分析试剂应用于食品分析与检验中，解决了从复杂的组分中检测某一成分而不受或很少受其他共存成分干扰的问题。酶分析检验法具有简便、快速、准确、灵敏等优点，目前，它已应用于食品中有机酸（如乳酸、柠檬酸等）、糖类（如果糖、乳糖、葡萄糖、麦芽糖等）、淀粉、维生素 C 等成分的测定。

## 四、食品分析与检验课程的学习要求

食品分析与检验是一门实践性很强的专业技术，在学习中要求学生要具有一定的基础化学知识、分析化学知识，具备一定的化学分析技能。在学习食品分析与检验课程时，要树立辩证唯物主义的科学态度，实事求是，理论与实际相结合。在理论学习中，对各种分析方法及有关原理必须深刻理解，力求融会贯通。在实践过程中要实事求是、耐心细致、一丝不苟，养成良好、严谨、科学的工作作风。通过食品分析与检验课程的学习，培养独立的动手能力、独立思考问题、分析问题和解决问题的能力，培养出初步开展科学研究工作的能力。在此基础上，重点掌握对各类食品在分析前的样品处理方法；掌握食品分析与检验中常用的感官检验法、各种化学分析法、常用的仪器分析方法；掌握食品营养成分分析的标准方法，掌握食品添加剂、食品中微量元素、有害、有毒物质等常见项目的常用分析方法；熟练掌握分析操作技能和技巧。

## 五、食品分析与检验的现状与发展方向

### 1. 食品分析与检验测定方法的现状

目前，食品分析与检验的测定方法中蛋白质和脂肪的测定方法变动不大，但已实现半自动化分析。糖类的测定仍是多种方法并存，至今未能统一。粗纤维的测定方法已用膳食纤维测定法代替。近红外光谱分析法已应用于某些食品中水分、蛋白质、脂肪、纤维素等多种成分的测定，但尚存在一些问题，不能用于多种食品的测定，因而有一定局限性。食品中的微量元素的含量日益引起人们的重视，分析检验方法也层出不穷，微波炉高压消化罐消化法和氧等离子体低温灰化法都已用于食品中无机元素的分析检验中，但仍需要研究铬、硒、锌等元素适用于工厂常规检验的简便、快速方法以及高效率的多种元素同时测定方法。测定维生素一直沿用化学法和微生物法等，操作繁琐费时，干扰多，准确度差，目前均可用仪器分析法或自动化操作法代替；维生素 K、胆碱的测定方法和维生素 C 的简易测定方法以及多种维生素同时测定方法都已相继研究出来。气相色谱仪问世以来，脂肪酸的测定方法得到了飞跃发展，目前多采用填充柱分离多种饱和及不饱和脂肪酸；毛细管色谱法以其更佳的分离效果也已得到应用。氨基酸自动分析仪的出现，完全革新了原有的微生物法测定氨基酸的手段，分析效果大大提高。高效液相色谱法附加柱前或柱后反应装置也已用于氨基酸的测定，其效果甚至优于氨基酸自动分析仪。气相色谱法和液相色谱法测定游离糖已有较可靠的分析检验方法，但尚未作为常规分析检验法。随着各种新型食品添加剂的相继出现及食品污染源的增多，食品卫生检验的任务越来越重，色素、溴酸盐、硝酸盐及亚硝酸盐等食品添加剂的简易测定方法都已问世，但黄曲霉毒素以外的其他霉菌毒素、残留动物性激素及抗生素的分析检验方法亟待研究，某些有害残留物的分析检验方法仍需继续研究。

## 2. 食品分析与检验的发展方向

近几年来，随着科技的发展，食品分析与检验技术主要朝着以下几个方向发展。

(1) 食品分析与检验的仪器化和快速化 科技先进的国家在食品分析与检验中已基本上采用仪器分析代替手工操作的老方法。气相色谱仪、高效液相色谱仪、氨基酸自动分析仪、原子吸收分光光度计以及可进行光谱扫描的紫外-可见分光光度计、荧光分光光度计等均在食品分析与检验中得到了普遍应用。我国改革开放以来也采用了上述仪器开展了各种食品成分的分析工作。为提高检测精度和准确度，还需要发展综合型仪器；为提高常规分析的工作效率，还需研究快速和简便的分析检验方法，如多功能试纸、检验盒等。

(2) 食品分析与检验的自动化 自动化分析检验技术的开发研究始于 20 世纪 50 年代末期。由程序分析器的应用发展至连续流动分析检验方法，近十年来，又出现了流动注射分析检验法。食品中的某些维生素、常量和微量元素、脂肪酸、部分氨基酸等的测定均可用上述自动化流程进行分析检验，免除了繁重的手工操作。我国正在逐步开展上述各种自动化分析检验方法，某些方法已由实验阶段过渡到应用阶段，流动注射分析检验技术也在实验之中。

(3) 无损分析检验和在线分析检验 食品分析与检验在操作中大多采取对抽检的样品进行破坏实验，虽然抽检的样品占总体积的比例很小，但是从经济角度来看也是一种消耗。随着分析检验技术的提高，已出现和发展了低耗和无损耗的分析检验技术。目前，有些项目的分析检验已经可以在生产线上完成，如线上细菌检测，线上容量检测等，这样不仅降低了消耗，减少了检测工作量，而且加快了生产的节奏，提高了经济效益。

(4) 综合性学科内容及其技术的融合分析检验 随着生物技术、材料力学理论的发展及其在食品分析与检验中的应用，已出现了许多新的检验方法和方式。如生物传感检验技术、酶标检验、生物荧光、酶联免疫分析、流变性检验、分子印模技术等跨学科跨专业的综合性分析检验方法的出现，使得食品分析与检验技术无论从成分到结构形态的定性、定量及检测范围和检出限方面都得到了极大的进步和改善。

总之，随着科学技术的进步和食品工业的发展，食品分析与检验技术的发展十分迅速，国际上有关食品分析与检验技术方面的研究开发工作至今方兴未艾，许多学科的先进技术不断渗透到食品分析与检验中来，形成了日益增多的分析检验方法和分析仪器设备。许多自动化分析检验技术在食品分析与检验中已得到普遍的应用。这些不仅缩短了分析时间，减少了人为的误差，而且大大提高了测定的灵敏度和准确度。同时，随着人们生活和消费水平的不断提高，人们对食品的品种、质量等要求越来越高，相应地要求分析的项目也越来越多，食品分析与检验由单一组分的分析检验正发展为多组分的分析检验，食品纯感官项目的评定正发展与与仪器分

析结果相结合的综合评定。

为适应当今社会发展的需要，食品分析与检验在保障测定灵敏、准确的前提下，正朝着简易、快速、微量、可同时测量若干成分的自动化仪器分析检验的方向发展。

### 思考题

1. 简述食品分析与检验的任务。食品分析与检验的方法有哪些？
2. 食品分析与检验包括哪些内容？
3. 食品分析与检验的方法有哪些？你打算如何学习食品分析与检验？

## 第二章 食品样品的采集和前处理技术

### 【学习目标】

了解样品的分类，熟悉样品采样的一般方法，掌握食品样品的前处理技术，针对各种类型的样品采取不同的处理方法，以利于后续操作。

### 第一节 样品的采集

食品分析的一般程序为：样品的采集、制备和保存、样品的预处理、成分分析、分析数据处理、撰写分析报告。食品的种类繁多，成分复杂，来源不一，食品分析的目的、项目和要求也不相同，为了保证分析结果准确、无误，首先要正确地采样。

#### 一、采样的意义

采样是从大量的分析对象中抽取具有代表性的一部分作为分析材料（分析样品），这项工作称为样品的采集，简称采样。

采样过程中必须遵循的原则是：第一，采集的样品要均匀，具有代表性，能反映全部被检食品的组成，质量及卫生状况；第二，采样中避免成分逸散或引入杂质，应保持原有的理化指标。

#### 二、样品的分类

按照样品采集的过程，依次得到检样、原始样品和平均样品三类。

检样：由组批或货批中所抽取的样品称为检样，检样的多少，按该产品标准中检验规则所规定的抽样方法和数量执行。

原始样品：将许多检样综合在一起称为原始样品，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。

平均样品：将原始样品按照规定方法经混合平均，均匀地分出一部分，称为平均样品。从平均样品中分出3份，一份用于全部项目检验；一份用于对检验结果有争议或分歧时作复检用，称做复检样品；另一份作为保留样品。需封存保留一段时间（通常是一个月），以备有争议时再作验证，但易变质食品不作保留。

#### 三、采样的一般方法

样品的采集有随机抽样和代表性取样两种方法。随机抽样，即按照随机原则从

大批物料中抽取部分样品。操作时，应使所有物料的各个部分都有被抽到的机会。代表性取样，是用系统抽样法进行采样，即已经了解样品随空间（位置）和时间变化的规律，按此规律进行采样，以便采集的样品能代表其相应部分的组成和质量，如分层取样，随生产过程的各环节采样，定期抽取货架上陈列不同时间的食品的采样等。

随机采样可以避免人为的倾向性。但是，在有些情况下，如难以混匀的食品（如黏稠液体，蔬菜等）的采样，仅用随机取样法是不行的，必须结合代表性取样。因此，采样通常采用随机抽样与代表性抽样相结合的方法。

具体的取样方法因分析对象的不同而异，分述如下。

### 1. 液体样品的采集

(1) 散装样品的采集 在批量产品的每一大储存容器中，在不同深度、不同部位、分别采集每份约 0.1~0.2L 的 5 份独立样品（小样），将 5 份样品充分混合成约 0.5~1L 的混合样品。如果检验项目规定的检验批量等于几个储存容器内的物量，可将同批量不同储存容器采得的样品再混合，从中取 1~2L 作为一个检验批的原始样品。如哪一储存容器中采出的样品感官测定异常时，应单独留样。

(2) 包装样品的采集 对于铁桶、塑料桶、瓷缸、水桶等大包装液体样品，如果未规定检验批量，可以一货批中随机均匀抽取数个（数量一般为—货批总包装件数的 5% 左右）包装，如果检验项目规定了检验批的大小，应按一检验批规定的抽取件数随机均匀抽取。用采样管在每一抽取的包装内上、中、下部分别吸取 0.1~0.2L 样品，如果感官测定无特殊异常，将各包装抽取的样品充分混合，从中再取 1~2L 的混合样品作为原始样品。如哪一包装采得的样品感官测定异常，可单独留样。

对于内部包装为盒、瓶、罐等，外部包装为纸箱、塑料等液体样品，应遵照规定随机均匀抽取相应的箱数，再按规定从每箱中随机抽出相应的小包装件数，合并为一检验批的原始样品。如果没有规定检验批，一般可随机均匀抽取  $\sqrt{\frac{x}{2}}$  箱（ $x$  为该批货的总箱数），然后从每箱中随机抽出 1 个小包装，合并为原始样品。

### 2. 固体样品的采集

(1) 散装批量样品的采集 在散装批量颗粒或粉末产品的每一大储存器中，于不同深度，不同部位，分别采取每份约 0.1~0.2kg 的 5~10 份样品，将这些样品充分混合成 0.5~2.0kg 的混合样品。如果检验项目规定的检验批量等于几个储存容器的物量，可将同批量不同储存容器采得的样品再混合，从中取 1~2kg 作为一检验批的原始样品。

(2) 包装样品的采集 对于内部包装为盒、袋、包等，外部包装为纸箱，塑料箱等固体样品，应遵照规定随机均匀抽取相应的箱数，再按规定从每箱中随机抽出相应的小包装件数，合并为一检验批的原始样品。如果没有规定检验批，一般可随

机均匀抽取 $\sqrt{\frac{x}{2}}$ 箱 ( $x$  为该批货的总箱数), 然后从每箱中随机抽出 1 个小包装, 合并为一检验批的原始样品。

### 3. 流水生产线上的采样

流水生产线上的取样位点一般都设在作业线上的一定位置 (如罐头生产线的封盖前点, 又如码头散装货输送线上抓斗前), 每隔一定时间, 从该位置取出流经此位置的一件或一定量的样品作为小样, 然后将一定时间范围 (例如一个工作班、一个工作时等) 内的小样合并, 就形成原始样品。

## 四、样品保存

采回的样品应尽快进行分析, 但有时不能及时检测时, 就需要妥善保存。防止其水分或挥发性成分散失以及其他待测成分含量的变化 (如光解、高温分解、发酵等)。制备好的样品放在密封洁净的容器内, 置于阴暗处保存。易腐败变质的样品应保存在  $0\sim 5^{\circ}\text{C}$  的冰箱中; 易失水的样品应先测定水分。

存放的样品应按日期、批号、编号摆放, 以便查找。

## 第二节 样品的前处理技术

样品前处理是指样品的制备和对样品中待测组分进行提取、净化、浓缩的过程。样品经前处理后再进行定性、定量分析检测。样品前处理的目的是消除基质干扰, 保护仪器, 提高方法的准确度、选择性和灵敏度。

### 一、样品的制备

由于食品的多样性, 前处理方法还需操作者灵活掌握。从处理技术的复杂性来看, 样品制备是一些简单的处理, 包括样品整理、清洗、匀化和缩分等。

样品制备的方法依据法规要求的不同和食品本身特性的差异而不同。

#### 1. 固体样品

应用切细、粉碎、捣碎、研磨等方法将样品制成均匀可检状态。水分含量少, 硬度较大的固体样品 (如谷类) 可用粉碎法; 水分含量较高, 质地软的样品 (如水果、蔬菜) 可用匀浆法; 韧性较强的样品 (如肉类) 可用研磨法。常用的工具有粉碎机、组织捣碎机、研钵等。

#### 2. 液体、浆体或悬浮液体

一般将样品充分搅拌、摇匀。常用的简便搅拌工具是玻璃搅拌棒。还有带变速器的电动搅拌器。

#### 3. 互不相溶的液体

应首先使不相溶的成分分离 (如油与水的混合物), 再分别进行采样。

#### 4. 罐头

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、辣椒等）分出后再捣碎。常用捣碎工具有高速组织捣碎机等。

## 二、传统的前处理技术

### 1. 有机物破坏法

食品中的无机元素常与食品中有机物质结合，成为难溶、难离解的化合物，另外，食品中的有机物往往对无机元素的测定有干扰。因此，测定这些无机元素时，必须首先破坏有机结合体，将被测组分释放出来。根据具体操作不同，又分为干法和湿法两大类。

(1) 干法灰化 通过高温灼烧将有机物破坏，除汞以外的大多数金属元素和部分非金属元素的测定均可采用此法。具体操作是将一定量的样品置于坩埚中加热，使有机物脱水、炭化、分解、氧化，再于高温电炉中（500~550℃）灼烧灰分，残灰应为白色或浅灰色。所得残渣即为无机成分，可供测定用。干法特点是分解彻底，操作简便，使用试剂少，空白值低。但操作时间长，温度高，尤其对汞、砷、锑、铅易造成挥散损失。对有些元素的测定必要时可加助灰化剂。

(2) 湿法消化 湿法消化是在酸性溶液中，向样品加入强氧化剂（如  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{O}_2$ 、 $\text{KMnO}_4$  等）并加热消化，使有机物质完全分解、氧化、呈气态逸出，待测组分转化成无机状态存在于消化液中，供测试用。湿法特点是分解速度快，时间短，因加热温度较干法低，减少了金属挥发逸散的损失。但在消化过程中产生大量有害气体，需在通风橱中操作，试剂用量较大，空白值高。

### 2. 溶剂提取法

在同一溶剂中，不同的物质具有不同的溶解度，利用样品各组分在某一溶剂中溶解度的差异，将各组分完全或部分地分离的方法，称为溶剂提取法。常用的无机溶剂有水、稀酸、稀碱；有机溶剂有乙醇、乙醚、氯仿、丙酮、石油醚等。在食品检测中常用于维生素、重金属、农药及黄曲霉毒素的测定。溶剂提取法又分为浸提法、溶剂萃取法。

(1) 浸提法 用适当的溶剂将固体样品中的某种被测组分浸取出来称浸提法，也称液-固萃取法。

① 提取剂的选择：提取剂应根据被提取物的性质来选择，对被测组分的溶解度应最大，对杂质的溶解度最小；提取效果符合相似相溶的原则，故应根据被提取物的极性强弱选择提取剂。对极性较弱的成分（如有机氯农药）可用极性小的成分（如正己烷、石油醚）提取；对极性强的成分（如黄曲霉毒素  $\text{B}_1$ ）可用极性大的溶剂（如甲醇与水的混合溶液）提取。溶剂沸点在 45~80℃ 之间，沸点太低易挥发，沸点太高则不易浓缩，且对热稳定性的被提取成分也不利。此外，提取剂要稳定，不与样品发生作用。

② 提取方法：振荡浸渍法是将切碎的样品放入一合适的溶剂系统中浸渍、振荡一定时间，即可从样品中提取出被测成分。此法简便易行，但回收率较低。捣碎法是将切碎的样品放入捣碎机中，加入溶剂，捣碎一定时间，被测成分被溶剂提取。此法回收率较高，但干扰杂质溶出较多。索氏提取法是将一定量样品放入索氏抽提器中，加入溶剂，加热回流一定时间，被测组分被溶剂提取。此法溶剂用量少、提取完全、回收率高，但操作较麻烦，且需专用的索氏抽提器。

(2) 溶剂萃取法 利用适当的溶剂（常为有机溶剂）将液体样品中的被测组分（或杂质）提取出来称为萃取。其原理是被提取的部分在两互不相溶的溶剂中分配系数不同，从一相转移到另一相中而与其他组分分离。此法操作简单、快速、分离效果好，使用广泛，但萃取试剂易挥发、易燃、有毒性。

① 萃取剂的选择：萃取用溶剂与原来溶剂不互溶，即被测组分在萃取溶剂中有最大的分配系数，经萃取后，被测组分进入萃取溶剂中，同仍留在原溶剂中的杂质分离开。

② 萃取方法：萃取通常在分液漏斗中进行，一般需经 4~5 次萃取，才能达到完全分离的目的。如果用较水轻的溶剂，从水溶液中提取分配系数小，或振荡后易乳化的物质时，可采用连续液体萃取器，仪器如图 2-1 所示。

### 3. 蒸馏法

蒸馏法是利用液体混合物中各组分挥发度不同所进行分离的方法。可用于除去干扰组分，也可用于将待测组分蒸馏逸出，收集馏出液进行分析。根据被测组分性质不同，蒸馏方式有常压蒸馏、减压蒸馏、水蒸气蒸馏。

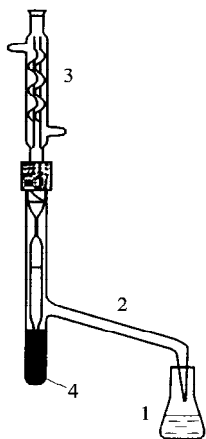


图 2-1 连续液体萃取器

1—三角瓶 2—导管

3—冷凝器 4—预萃取相

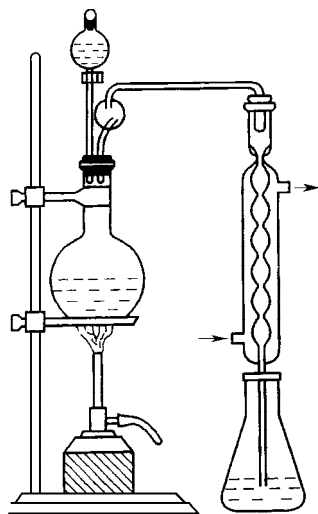


图 2-2 常压蒸馏装置

(1) 常压蒸馏 对于被蒸馏物质受热后不发生分解或沸点不太高的样品,可采用常压蒸馏。加热方式可根据被蒸馏物质的沸点和特性选择水浴、油浴或直接加热,如图2-2所示。

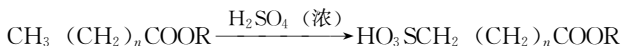
(2) 减压蒸馏 对于样品待蒸馏物质易分解或沸点太高时,可采用减压蒸馏。

(3) 水蒸气蒸馏 水蒸气蒸馏是水蒸气来加热混合液体,使具有一定挥发度的被测组分与水蒸气分压成比例地自溶液中一起蒸馏出来。可用于被测物质沸点较高,直接加热蒸馏时,因受热不均匀易引起局部炭化;或加热到沸点时可能发生分解的物质。

#### 4. 化学分离法

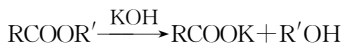
##### (1) 磺化法和皂化法

① 磺化法:油脂与浓硫酸发生磺化反应,生成极性较大,易溶于水的磺化产物,其反应式为:



利用这一反应,使样品中的油脂磺化后再用水洗去,即磺化净化法。磺化法适用于强酸介质中的稳定农药的测定,如有机氯农药中的六六六,DDT,回收率在80%以上。

② 皂化法:脂肪与碱发生皂化反应,生成易溶于水的羧酸盐和醇,可除去脂肪,其反应式为:



如荧光分光光度法测定肉、鱼、禽等中的苯并[a]芘时,样品中加入氢氧化钾溶液,回流皂化,以除去脂肪。

(2) 沉淀分离法 沉淀分离法是利用沉淀反应进行分离的方法。在试样中加入适当的沉淀剂,使被测组分或将干扰组分沉淀下来,从而达到分离的目的。例如:测定冷饮中糖精钠含量时,可在试液中加入碱性硫酸铜,将蛋白质等干扰杂质沉淀下来,而糖精钠仍留在试液中,经过滤除去沉淀后,取滤液进行分析。

(3) 掩蔽法 此法是利用掩蔽剂与样液中干扰成分作用,使干扰成分转变为不干扰测定状态,即被掩蔽起来。运用这种方法可以不经分离干扰成分的操作而消除其干扰作用,简化分析步骤,因而在食品分析中应用十分广泛,常用于金属元素的测定。如用二硫脲比色法测定铅时,在测定条件(pH9)下, $\text{Cu}^{2+}/\text{Cd}^{2+}$ 等离子对测定有干扰。可加入氰化钾和柠檬酸铵掩蔽,消除它们的干扰。

#### 5. 色层分离法

色层分离法是将样品中待测组分在载体上进行分离的一系列方法,又称色谱分离法,根据其分离原理不同分为吸附色谱分离、分配色谱分离和离子交换色谱分离等。该法分离效果好,在食品分析中应用广泛。

(1) 吸附色谱分离 吸附色谱分离是利用聚酰胺、硅胶、硅藻土、氧化铝等吸