

食品卫生检验手册



王秉栋 主编

上海科学技术出版社

内 容 提 要

本书内容主要介绍食品卫生检验基本知识、检验结果的评价和质量控制 ;各种药物、农药、有害有毒元素、致癌物质、添加剂、腐败变质、天然毒素、掺假、加工污染物等残留及其检测 ;微生物 (包括病原菌与病毒)及其检测。附录介绍各种药物、防腐剂、着色剂、硝酸盐、亚硝酸盐和微生物等残留量、用量和卫生标准等。

本书内容丰富 ,检测方法具体、可靠 ,颇有参考价值。

| | | | |
|-----|-----|-----|-----|
| 主 编 | 王秉栋 | | |
| 副主编 | 谢恺舟 | 肖 蓉 | 苏建华 |
| | 万洪全 | 黄玉军 | 黄金林 |
| 编著者 | 曹 斌 | 季建刚 | 蔡宝亮 |
| | 李超美 | 谢 群 | 仇桂琴 |
| | 顾亚凤 | 徐昆龙 | 蒋云升 |

前 言

改革开放以来,我国工农业生产迅速发展,人们生活水平不断提高,食物结构逐步合理,人们对食品需要、品种选择、安全消费都提出了更高的要求。随着我国加入 WTO 后,对外贸易的不断扩大,不仅要大力发展生产,而且要力求保证产品的质量与卫生,为人类提供营养价值丰富的无公害食品,以进一步提高我国食品在国际市场的竞争力和产品信誉。因此,食品卫生检验工作在国民经济中具有极为重要的地位与作用。

新中国成立以来,由于党和政府的重视和广大专业技术人员辛勤努力,为我国食品卫生检验工作奠定了基础。1950年我国提出了“预防为主”的卫生工作方针,1953年1月经政务院批准建立了省、市、县卫生防疫站,轻工、商业、农业等部门相应建立了食品卫生检验管理机构;同时,食品卫生标准和法规从无到有地逐步发展起来。1982年《中华人民共和国食品卫生法》试行后,对食品卫生监督提供了立法保证,标志着我国食品卫生工作进入一个新的阶段。但是,近10余年来,工业“三废”、农药、药物(抗生素、激素)等对农作物、畜禽、水产品的污染与残留,以及食品和饲料添加剂的滥用,特别是不法经营者为了牟取暴利,在食品中掺假制假,坑害广大消费者利益,严重危害人们的身体健康。所以,食品卫生检验人员迫切需要一本能够反映当今食品卫生检验水平的工具书,以帮

助和指导日常检验工作的开展,提高检测水平。为此,我们编写了本书。

本书在编写过程中,取材方面注重全、新、实,既有各种先进的常规检测方法,也有简便快速的检测方法;为了便于检索,书中广泛收集了食品卫生指标和基础数据;另外,还增写了食品中抗生素残留、激素残留、天然毒素及掺假制假的检测内容。这在国内外同类书中较为少见。

食品卫生检验是一项严肃、认真的工作,虽然本《手册》的编著者均为长期从事食品卫生检验教学与研究的专家、教授,尽管具有丰富的知识和经验,但书中难免存在疏漏和错误,敬请广大读者批评指正。

编著者

2003年1月

目 录

第一篇 基础篇

| | |
|----------------------------|----|
| 第一章 实验室的设置与管理..... | 2 |
| 一、实验室的布局及设施 | 2 |
| 二、常用仪器设备 | 3 |
| 三、实验室的管理 | 19 |
| 第二章 食品卫生检验概论 | 24 |
| 第一节 抽样与取样 | 24 |
| 第二节 样品的制备与前处理 | 28 |
| 第三节 样品净化与浓缩 | 41 |
| 第三章 检验结果的评价、质量控制与管理体系..... | 58 |
| 第一节 检验结果的评价 | 58 |
| 第二节 质量控制 | 72 |
| 第三节 食品安全卫生质量管理体系 | 81 |

第二篇 理化检测篇

| | |
|--------------------|-----|
| 第四章 药物残留及其检测 | 94 |
| 第一节 概述 | 94 |
| 第二节 四环素类残留检测 | 96 |
| 第三节 青霉素类残留检测..... | 104 |
| 第四节 氨基糖苷类残留检测..... | 110 |

| | | |
|------|------------------|-----|
| 第五节 | 氯霉素类残留检测..... | 114 |
| 第六节 | 氟喹诺酮类残留检测..... | 121 |
| 第七节 | 大环内酯类残留检测..... | 129 |
| 第八节 | 磺胺类药物残留检测..... | 134 |
| 第九节 | 硝基呋喃类药物残留检测..... | 146 |
| 第十节 | 苯乙胺类药物残留检测..... | 151 |
| 第十一节 | 同化激素类药物残留检测..... | 165 |
| 第十二节 | 抗寄生虫类药物残留检测..... | 180 |
| 第五章 | 农药残留及其检测..... | 204 |
| 第一节 | 概述..... | 204 |
| 第二节 | 有机氯农药残留检测..... | 207 |
| 第三节 | 有机磷农药残留检测..... | 220 |
| 第四节 | 氨基甲酸酯农药残留检测..... | 233 |
| 第五节 | 拟除虫菊酯农药残留检测..... | 242 |
| 第六节 | 沙蚕毒素农药残留检测..... | 245 |
| 第六章 | 有害有毒元素及其检测..... | 249 |
| 第一节 | 概述..... | 249 |
| 第二节 | 总汞残留检测..... | 252 |
| 第三节 | 甲基汞残留检测..... | 256 |
| 第四节 | 铅残留检测..... | 259 |
| 第五节 | 镉残留检测..... | 265 |
| 第六节 | 总砷残留检测..... | 269 |
| 第七节 | 无机砷残留检测..... | 275 |
| 第八节 | 锡残留检测..... | 278 |
| 第九节 | 铜残留检测..... | 282 |
| 第十节 | 铬残留检测..... | 286 |
| 第十一节 | 镍残留检测..... | 291 |

| | | |
|------|-----------------|-----|
| 第十二节 | 铝残留检测..... | 293 |
| 第十三节 | 氟残留检测..... | 296 |
| 第七章 | 致癌物质残留及其检测..... | 299 |
| 第一节 | 概述..... | 299 |
| 第二节 | 黄曲霉毒素残留检测..... | 302 |
| 第三节 | 亚硝胺残留检测..... | 321 |
| 第四节 | 苯并(a)芘残留检测..... | 327 |
| 第五节 | 多氯联苯残留检测..... | 335 |
| 第六节 | 二恶英残留检测..... | 341 |
| 第八章 | 添加剂及其检测..... | 346 |
| 第一节 | 概述..... | 346 |
| 第二节 | 防腐剂检测..... | 348 |
| 第三节 | 发色剂检测..... | 356 |
| 第四节 | 抗氧化剂检测..... | 364 |
| 第五节 | 甜味剂检测..... | 370 |
| 第六节 | 着色剂检测..... | 374 |
| 第七节 | 漂白剂检测..... | 380 |
| 第九章 | 腐败变质及其检测..... | 386 |
| 第一节 | 概述..... | 386 |
| 第二节 | pH 检测..... | 388 |
| 第三节 | 挥发性盐基氮检测..... | 393 |
| 第四节 | 组胺检测..... | 396 |
| 第五节 | 油脂中酸价检测..... | 400 |
| 第六节 | 油脂过氧化值检测..... | 401 |
| 第七节 | 油脂中羰基价检测..... | 403 |
| 第八节 | 油脂中丙二醛检测..... | 405 |
| 第十章 | 天然毒素及其检测..... | 407 |

| | | |
|------|---------------------|-----|
| 第一节 | 概述..... | 407 |
| 第二节 | 河豚毒素检测..... | 408 |
| 第三节 | 罂粟壳检测..... | 412 |
| 第四节 | 四季豆中皂素检测..... | 420 |
| 第五节 | 棉酚检测..... | 422 |
| 第六节 | 毒蘑菇毒素检测..... | 427 |
| 第七节 | 马铃薯毒素检测..... | 431 |
| 第八节 | 芥酸检测..... | 434 |
| 第九节 | 鱼藤酮检测..... | 435 |
| 第十节 | 鲜黄花菜中秋水仙碱检测..... | 438 |
| 第十一章 | 掺假及其检测..... | 440 |
| 第一节 | 概述..... | 441 |
| 第二节 | 肉及其制品掺假检测..... | 442 |
| 第三节 | 乳及其制品掺假检测..... | 446 |
| 第四节 | 蜂蜜及其制品掺假检测..... | 460 |
| 第五节 | 水产品及水发食品中掺甲醛检测..... | 469 |
| 第六节 | 食用油中掺假检测..... | 475 |
| 第七节 | 粮食及其制品掺假检测..... | 481 |
| 第八节 | 酒及饮料掺假检测..... | 487 |
| 第九节 | 其他食品类掺假检测..... | 501 |
| 第十二章 | 加工污染物及其检测..... | 511 |
| 第一节 | 概述..... | 511 |
| 第二节 | 包装溶出物检测..... | 512 |
| 第三节 | 煎炸油中极性化合物检测..... | 527 |

第三篇 微生物检测篇

| | | |
|------|--------------|-----|
| 第十三章 | 微生物及其检测..... | 532 |
|------|--------------|-----|

| | | |
|--------|----------------------|-----|
| 第一节 | 菌落总数及其检测..... | 532 |
| 第二节 | 大肠菌群及其检测..... | 537 |
| 第十四章 | 病原菌与病毒污染及其检测..... | 546 |
| 第一节 | 沙门氏菌污染及其检测..... | 546 |
| 第二节 | 致泻大肠埃希氏菌及其检测..... | 551 |
| 第三节 | 志贺氏菌及其检测..... | 553 |
| 第四节 | 变形杆菌及其检测..... | 558 |
| 第五节 | 副溶血性弧菌及其检测..... | 561 |
| 第六节 | 金黄色葡萄球菌及其检测..... | 565 |
| 第七节 | 溶血性链球菌及其检测..... | 567 |
| 第八节 | 蜡样芽孢杆菌及其检测..... | 570 |
| 第九节 | 肉毒梭菌与肉毒毒素及其检测..... | 573 |
| 第十节 | 甲型肝炎病毒及其检测..... | 577 |
| 主要参考文献 | | 581 |
| 附录 | | 583 |
| 一、 | 试剂规格和溶液浓度表示方法..... | 583 |
| 二、 | 培养基制备..... | 587 |
| 三、 | 食品中药物最高残留限量..... | 588 |
| 四、 | 水产品中药物残留限量..... | 591 |
| 五、 | 食品中农药最高残留限量..... | 592 |
| 六、 | 食品中有害有毒元素最高残留限量..... | 597 |
| 七、 | 食品中致癌物质最高残留限量..... | 602 |
| 八、 | 食品中防腐剂、发色剂使用量标准..... | 603 |
| 九、 | 食品中抗氧化剂使用量标准..... | 604 |
| 十、 | 食品中漂白剂使用量标准..... | 605 |
| 十一、 | 食品中甜味剂使用量标准..... | 606 |
| 十二、 | 食品中着色剂使用量标准..... | 607 |

| | |
|----------------------------|-----|
| 十三、食品中亚硝酸盐、硝酸盐最大残留限量 | 612 |
| 十四、食品中腐败变质卫生标准 | 613 |
| 十五、部分食品卫生标准 | 614 |
| 十六、食品包装用塑料成型品的卫生标准 | 616 |
| 十七、食品中微生物卫生标准 | 616 |
| 十八、食品中致病菌卫生标准 | 619 |



第一篇 基础篇

第一章 实验室的设置与管理

一、实验室的布局及设施

食品卫生检验(以下简称食品卫检)实验室分理化检验实验室和微生物检验实验室。理化检验实验室包括样品处理室、化学分析操作室、试剂贮藏室、试剂配制准备室、天平室、一般仪器与精密仪器室等几个部分。微生物检验实验室除上述几部分外,还应增加无菌操作室、显微镜观察室、分子生物学操作室等。

实验室的选址应合理,如选灰尘少、震动小的地方。房屋结构应考虑能防震、防尘、防火、防潮,且隔热良好,光线充足,各个工作室的布局符合一定顺序(图 1-1)。

室内地面和墙裙可采用水磨石,或铺埤耐酸陶瓷板、塑料地板等。实验台面可贴耐酸的塑料板或橡胶板;放置精密仪器的工作台两侧设水槽,便于洗涤,下水管耐腐蚀。精密仪器室可配备防潮吸湿装置及空调装置等。

实验室的水源除用于洗涤外,还用于抽滤、蒸馏、冷却等,所以水槽上要多装几个水龙头,如普通龙头、尖嘴龙头、高位龙头等。下水管的水平段倾斜度要稍大些,以免管内积水;弯管处宜用三通,留出一端用堵头堵塞,便于疏通。此外,实验室内应有地漏。

实验室的供电电源功率应根据用电总负荷设计,设计时要留有余地。进户线要用三相电源,整个实验室要有总闸,各

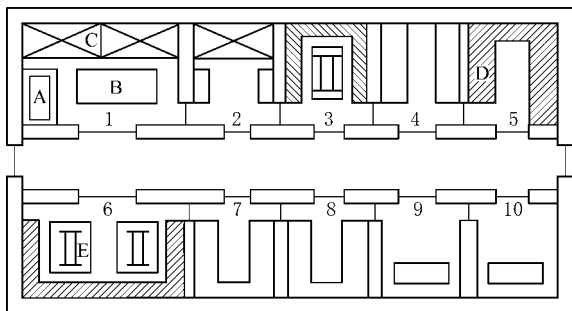


图 1-1 食品理化实验室布局图

1. 样品处理与器皿洗涤室
 2. 有机溶剂萃取、抽提室
 3. 试剂配制与器皿贮存室
 4. 分析天平室
 5. 试剂贮存室
 6. 操作室(离心、振荡、蒸馏等)
 7. 各类分光光度计室(可见光、紫外光及荧光分光光度计)
 8. 电化学仪器室(pH 配度计、离子计及极谱仪等)
 9. 气相色谱、高效液相色谱、质谱仪室
 10. 原子吸收仪室
- A. 洗涤池 B. 水泥台 C. 通风柜 D. 试剂橱或钢橱 E. 实验操作台

间实验室应设分闸,每个实验台都应有插座。凡是仪器用电,即使是单相,也应采用三头插座,零线与地线分开,不要短接。精密仪器要单设地线,以保证仪器稳定运行。

实验室应保持良好的通风,可安装排风扇,通过机械通风进行室内换气,或室内设通风竖井,利用自然通风换气。

二、常用仪器设备

1. 基本设备 包括电冰箱、离子交换纯水器、通风柜、超净工作台、高压消毒锅、喷灯等。

1) 电冰箱:用于低温保存样品及试剂等。电冰箱搬动时,倾斜度不得超过 45° ,放置应与墙壁保持10 cm距离,以保证冷凝器的对流效率。冰箱内存放物品不宜过满过挤,以保持箱内冷空气的流通,并使温度均匀。凡存放配制的强酸强碱及腐蚀性试剂,或细菌菌种等,必须密封后放入。

2) 离子交换纯水器 :系采用一种高分子化合物阴离子和阳离子交换树脂来制备纯水 (也称“去离子水”),为食品检验用水的必备设备。通常在使用时,水应先经过阳离子树脂柱,再流入阴离子树脂柱,这个顺序不应颠倒,以防交换下来的 OH^- 与水中的阳离子杂质生成难溶沉淀物,并吸附在阴离子树脂表面,使交换量降低;同时水经离子交换树脂不应有空气泡或断层,且流速不宜太快。使用后柱内应留有足够水,并高于树脂层,以防树脂干燥。如较长期使用后离子交换树脂失效,可用 7% HCl 与 8% NaOH 溶液交替处理再生。

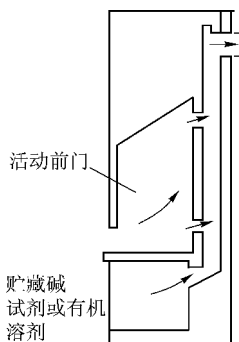


图 1-2 通风柜图 (侧视)

3) 通风柜 (图 1-2):在样品处理过程中,常用强酸、有机溶剂等,会产生一些有害有毒及腐蚀性气体,必须及时排除。因此,通风柜是食品卫生实验室必备的通风设备。制造通风柜时应考虑到有害气体的腐蚀,可全部采用塑料或玻璃钢等材料,并经久耐用。通风柜长 1.5~1.8 m (单个),深(宽)89~90 cm,空间高度 > 1.5 m。前门及侧壁安装玻璃,前门可开启。排气口应高于屋顶 2 m 以上。柜内应安装排风设备、电源、水源等。

4) 超净工作台 :它是微生物检验实验室普遍使用的无菌操作台,台内环境洁净度可达到 100 级。因此,超净工作台比无菌操作室更符合无菌操作要求。超净工作台应放置于洁净度较高的房间中,不应受到外界风力影响,房内应装有紫外灯,供照射灭菌。在工作前 10~20 min 应开机运转,然后操作,操作完毕后,应开紫外灯照射适当时间,以保持超净台内

为无菌环境。在使用一段时间后,应做性能检测,必要时应清洗消毒或更换过滤装置。

5) 高压消毒锅:又称高压蒸汽灭菌器。是器皿、培养基、细菌污染物的灭菌、消毒必需设备。高压消毒锅种类较多,一般多选用手提式消毒锅。使用时,注意锅内灭菌物品不宜放置过满,以免影响蒸汽流通,物品包装的体积和量均不应过大,可能导致灭菌不彻底;灭菌操作时,应将锅内冷空气彻底排尽;加压或放汽减压时,应使压力缓慢上升或下降;灭菌操作完成后,应将锅内压力降到“0”位,方可打开锅盖,否则会发生事故。

6) 喷灯:用于一般玻璃器皿的配件拉制,如洗瓶弯管、滴管、安瓿封口等。喷灯有两种:一是煤气喷灯,最高温度可达 $1\ 000\sim 1\ 200\ ^\circ\text{C}$;二是乙醇喷灯,温度可达 $800\sim 1\ 000\ ^\circ\text{C}$ 。

煤气喷灯点火时,先关闭空气,边通煤气边点火。煤气量太大时,火焰会喷离灯管;煤气量不足时,会使火焰内侵,将灯管烧红,遇此情况,应立即关闭煤气,待灯管冷却后,重新点火调节。使用前应检查有无漏气,防止CO中毒。使用时周围不得有易燃、易爆等危险品。

乙醇喷灯点火前先在引火碗中加少许乙醇,再点燃,使灯内乙醇气化;当外部乙醇燃尽时,喷嘴处开始喷火,然后调节火焰为最佳状态时固定。在气化时阀门要关紧。如气孔堵塞,用通针捅。如在正常工作时气孔堵塞,应检查原因,以免引起灯身崩裂,造成事故。如发现乙醇壶底部鼓起,应立即停止使用。灭火时,一定要用灯帽盖灭。待灯灭了,并全部冷却后,再将阀门关紧。

2. 电热设备 包括电炉、电热板、电热套、高温电炉、电热恒温水浴锅、电热恒温干燥箱及培养箱等。

1) 电炉 :为加热设备。按功率大小分为 600 W、1 000 W、1 500 W、2 000 W 几种。另有一种能调节发热量的电炉 ,称为“可调电炉”,实验室内常用的为六联可调电炉。使用时切忌在电炉上面直接加热易燃试剂 ,以防失火。如加热的是玻璃容器 ,一定要垫上石棉网 ;如为金属容器 ,切记不要触及炉丝 ,最好是在断电情况下操作。炉盘内的凹槽要保持清洁 ,在断电的情况下清除污物 ,以保护炉丝散热良好 ;使用时间不宜过长 ,对延长炉丝的寿命有益。更换炉丝时 ,炉盘下的连接导线一定要套上绝缘瓷管 ,以免发生触电事故。

2) 电热板 :一种封闭式加热电炉。其炉丝不外露 ,功率可调节 ,因此使用安全、方便。

3) 电热套 :加热烧瓶的专用电热设备 ,具有热能利用率高、省电、安全、方便等优点。

4) 高温电炉 :又称马福炉。用于样品灰化处理。其工作温度可高达 1 000 °C 以上 ,常配有自动控温仪 ,用来设定、控制、测量炉膛内的温度。高温电炉必须安置在稳固的水泥台上 ,炉膛内要保持清洁 ,炉子周围禁放易燃易爆物品。使用时 ,要常查看 ,防止自控失灵 ,造成电炉丝烧断等 ;夜间无人时 ,切勿启用。用完后应先切断电源 ,不允许立即打开炉门 ,待炉温下降至 200 °C 以下方可开炉门 ,以防炉膛碎裂或外壳剥落等。

5) 电热恒温水浴锅 :用于样液或试剂的蒸发与恒温加热。有二孔、四孔、六孔单列或双列等不同类型。使用前应使锅内的自来水高于电热管 ,以免烧坏电热管。水浴锅应定期检查水箱有否渗漏现象 ,以防漏电损坏。水箱内要保持清洁 ,经常更换水 ,如较长时间不用 ,应放尽水 ,并擦干。

6) 电热恒温干燥箱 :俗称烘箱或干燥箱。用于样品或试