**一、样品的浸泡检验**

**浸泡试验**是模拟所接触食品的性质，选择适当的溶剂，在一定的温度和时间内，对食品容器、食具和包装材料（或其原料）进行浸泡，然后对浸泡液中有害物质进行分析。

**原理：**将食品包装用的各种塑料材料用各种浸泡剂对塑料制品进行溶出试验，然后测其浸泡液中有害成分的迁移量。

**溶剂选择：**按容器、食具和包装材料接触食品的种类而定。

**常见浸泡液有：** 蒸馏水（代表中性食品及饮料）；4%乙酸（代表酸性食品及饮料）；20%或60%的乙醇（代表酒类及含醇饮料）；正己烷（代表油脂性食品）

**浸泡条件：**不同的样品其浸泡温度与时间不同；

浸泡温度通常为室温、60℃、100℃，浸泡时间为0.5h、1h、2h、6h、24h；

**特殊检验项目：**按样品性质而定

**综合检验项目：**高锰酸钾消耗量；蒸发残渣（提取物）；重金属（以铅计）；脱色试验。

**浸泡注意事项：**

浸泡液总量不能太少，应满足各测定项目的需要；

浸泡时适当搅动，样品表面如附有气泡要清除；

对带彩饰的容器食具，应将其倒扣于浸泡液，离边缘2cm.

**评价：检验中如有一项指标不符合卫生标准，应复检。**

**二、食品摻伪**

**1. 食品掺伪产生的原因**

畸形的消费心理；扭曲的生产经营心理

**2．食品掺伪的规律性**

利用市场价格差；将食品进行伪装、粉饰；非法延长食品保持期

**3. 食品掺伪的方式**

掺入低价营养物质；掺入有毒、有害物质；以次充好；以假充真；抽取；假冒；粉饰

**4.掺杂食品对人体健康的危害**

添加物属于正常食品或原辅料，仅是成本较低，会致使消费者蒙受经济损失。

添加物是杂物，不利于人体健康。

添加物具有明显的毒害作用，或具有蓄积毒性。产生恶性刺激，致癌、致畸、致突变。

添加物细菌污染而腐败变质的，通过加工生产仍不能彻底灭菌或破坏其毒素。

**三、掺假鲜乳的检验**

**1.牛奶掺水的检验（密度或比重法测定）：**

危害：牛奶干物质下降影响产品品质；影响产品风味；影响酸奶凝固状态。

原理：为了确定鲜奶是否掺了水，鲜奶掺水后比重会降低。正常牛乳的比重应为1.028-1.032，因此对于比重低于1.028的牛乳即可视为异常乳。

**2. 牛奶掺碱的检验**

动机：为了掩盖夏季微生物繁殖引起的腐败以及掺羊奶引起的酸败，常常加碱。

危害：出现坏奶的现象；影响消毒奶的风味；影响酸奶的风味

a．溴百里香酚蓝法

原理：溴百里香酚蓝指示剂在pH为6.0～7.6的碱性溶液中颜色由黄变为蓝

b．玫瑰红酸显色反应

原理：玫瑰红酸亦为酸碱指示剂，其pH值变色范围为6.9－8.0，遇到加碱牛奶则由棕黄色变成玫瑰红色，反应灵敏，容易检出。

结果判定：若乳中含碱则呈玫瑰红色，含碱量越大其颜色也越鲜艳，而不含碱的牛奶则呈棕黄色（肉桂色）。

**3. 牛奶中掺尿素的检验（格里斯试剂法）**

原理：尿素与亚硝酸盐在酸性溶液中发生反应生成CO2气体逸出，而亚硝酸盐可与格里斯试剂发生偶氮反应生成紫红色染料，掺尿素就会影响该反应的发生

判定结论：紫红色为不含尿素合格乳；不变色为含尿素异常乳

**4. 牛奶掺淀粉、豆浆、面粉类物质的检验**

这类物质在浓缩工艺中常常会发生焦管现象。

原理：碘遇淀粉变为蓝色

**5. 牛奶掺抗生素的危害（发酵法）**

危害：对人体健康产生危害：过敏、变态反应；休克；慢性毒性

导致畜禽产品的品质下降，影响产品在国际间的贸易。影响动物性产品的风味及加工。

原理：在检验乳中加入指示剂，因为乳酸菌发酵产生乳酸会降低溶液的pH值，通过指示剂颜色变化来判定检验乳是否发酵，从而判定检验中是否有抗生素或防腐剂。

结论判定：如果奶样已发酵，证明无抗生素；反之则为异常乳。

蓝色不变则为含抗生素或防腐剂异常；红色为不含抗生素或防腐剂合格乳。（石蕊试剂）

**6. 牛奶掺防腐剂的检验**

**a.牛奶掺入过氧化氢的检验**

原理：双氧水（H2O2）具有强烈的氧化性，它能把碘化钾中的碘离子氧化成碘，由于碘遇淀粉变成蓝色，因此我们可以很快检出加入双氧水的奶样。

结论判定：合格乳----不变色不含防腐剂；异常乳----蓝色含防腐剂

**b.牛奶掺入甲醛的检验（浓硫酸法）**

结果判定：淡黄褐色合格乳，紫色环异常乳

**7. 区分牛、羊混合乳**

用70度的酒精来试验，掺有羊乳的牛乳往往会出现沾管现象。

**四、粮食的卫生检验**

**1.粮食的主要卫生问题**

霉菌和霉菌毒素的污染；有害金属的污染；农药（包括粮食熏蒸剂）残留；混杂有毒种子及仓库害虫

**2.粮食中马拉硫磷的测定**

a.气相色谱法 b.铜络合物比色法

**3.粮食中磷化物的测定（钼蓝比色法）**

**4.** **粮食中二硫化碳的测定（分光光度法检测）**

**五、食用油脂的卫生检验**

**1.油脂酸败**

**危害：**酸度↑ →变质 ；醛、酮、醇等→有毒；脂溶性维生素破坏增加

**指标：**酸价、过氧化值、羰基价、极性组分

**油脂污染来源：**

（1）油料种子被霉菌及其毒素污染后，其毒素可转移到油脂中，最常见的是AFB1

（2）油脂在生产和使用过程中受到化学有害物污染

（3）油料作物的种子存在天然有毒物质

**食用煎炸油理化指标：**酸价；羰基价；极性组分

**酸价（AV）的意义：**油脂酸败时游离脂肪酸增加，酸价也随之增高，所以酸价是衡量油脂酸败程度的主要指标

**过氧化值（POV）的意义：**POV是油脂酸败的早期指标，在油脂分解的早期，酸败尚不明显时，POV上升。POV并非随酸败程度的加剧而持续升高，到一定程度时POV反而下降

**羰基价（CGV）的意义：**一般油脂随贮藏时间的延长和不良条件的影响，羰基价（CGV)呈现不断增加的趋势，它与油脂的酸败劣变紧密相关，特别是油脂加热劣变时，醛、酮化合物增加，CGV是灵敏指标

**2.游离棉酚的测定**

长期食用游离棉酚引起中毒，导致导致性功能减退及不育症←烧热病

**去毒：**热榨法；碱炼法

**检测：**

a.紫外分光光度法

b. 苯胺比色法

原理：样品中游离棉酚经70%丙酮提取后，在95%乙醇溶液中与苯胺反应生成黄色的二苯胺棉酚，与标准系列比较定量

**六、酱油的卫生问题**

1.氨基酸态氮低→质量低 2.三合一酱油→色素、食盐、水

3.化学法生产酱油→砷、铅含量超标 4.添加剂→防腐剂、焦糖色素

5.微生物污染→肠道传染病或食物中毒 6.含氮物质分解→产品质量下降

7.白膜→产品失去食用价值 8.氯丙醇残留→遗传毒性

9.酸度增加→酱油酸败→品质下降或失去食用价值

**七、食品包装材料的卫生检验**

1.纸、竹、木、天然纤维：微生物污染

2.金属、搪瓷、陶瓷、玻璃等：有害金属的溶出

3.塑料、橡胶、化学纤维、涂料：低聚物、游离单体、添加剂和降解产物向食品迁移等。

**八、有毒有害物质**

**有害物质：**普通有害物质、有毒物质、致癌物质、危险物质

**食品中的有害物质：**生物性有害物质（李斯特菌、口蹄疫病毒）

化学性有害物（有害元素、农兽药残留、黄曲霉毒素、苯并吡、亚硝基化合物）

物理性有害物质（金属屑、石子、动物排泄物）

**九、微量元素的浓度与功能**

**范围内：**微量元素在特定的范围之内可使组织的结构与功能的完整性得到维持。

**范围低：**当含量低于机体需要的浓度时，组织功能会减弱或不健全，甚至会受到损害并处于不健康的状态。

**范围高：**如果含量高于特定的范围，则可能导致不同程度的毒性反应，甚至可以引起死亡。

**十、破坏有机物的方法**

①干法灰化法（以高温灼烧的方式破坏样品中有机物，无机成分以金属盐的形式残留下来。）

②湿法消化法（向样品中加入强氧化剂，并加热消煮，使样品中的有机物质完全分解、氧化，呈气态形式逸出，而待测成分留在消化液中。）

**十一、样品中元素的分离浓缩方法**

测定微量元素：比色法 分离浓缩：金属鳌合物溶剂萃取法。

测定微量元素：原子吸收分光光度法 分离浓缩：离子交换法。

**1、金属螯合物溶剂萃取法**

**原理：**金属离子先与螯合剂生成金属螯合物，然后用与水不相溶的有机溶剂萃取金属螯合物，使金属螯合物进入有机相，而另一些组分留在水相中，从而达到分离、浓缩的目的。

**优势：**如果被萃取的组分是有色化合物，则可以取有机相直接进行比色测定。

**萃取溶剂的选择：**相似相溶

**萃取溶剂要求：**（1）萃取溶剂要与水互不混溶（2）一般尽量采用惰性溶剂

（3）萃取溶剂与水的密度差别大，黏度小，这样才便于分层

（4）萃取溶剂应无毒，无特殊气味，挥发性较小

**萃取剂:** 一般都选用CCl4作为萃取溶剂。CHCl3易溶于水、容易挥发，且毒性较大

**在食品分析中应用最普遍的鏊合剂：**双硫腙、二乙基二硫代氨基甲酸钠、丁二酮肟

铜铁试剂等

**干扰离子的消除：**①控制PH：②使用掩蔽剂（最普遍）：使干扰离子生成稳定的络合物。

**2、离子交换法**

**原理：**利用离子交换树脂与待测溶液中的离子之间所发生的交换反应来进行分离

**离子交换树脂的特性：**

（1）离子交换树脂有许多活性基团

（2）离子交换树脂本身性质稳定，对酸、碱、有机溶剂不溶解，对氧化剂、还原剂不起氧化还原反应，对热也较稳定。

**离子交换树脂的种类：**

阳离子交换树脂（酸性基团—强酸性、弱酸性）

阴离子交换树脂（碱性基团—季胺 强碱性、仲胺叔胺 弱碱性）

**离子交换树脂的性能指标：**

**颗粒与形状：**颗粒越小，相对表面积越大，交换速度越快

**交联度：**交联度小，交换速度快，但选择性差。（树脂中二乙烯苯的重量百分率）

**交换容量：**交换离子量的大小的指标。

**亲和力**：通常水合离子的半径越小,电荷越高,离子的极化程度越大,其亲和力也越大

**离子交换树脂的柱上操作：**①装柱；②柱上操作（交换、洗脱和再生等过程）

交换：控制流速可以完成离子的交换过程

洗脱：交换的逆过程

再生：用适当的溶液处理使树脂恢复交换前的形式。所以离子交换树脂可以反复使用

**十二、有害元素的测定**

**种类：**铅、镉、汞、砷等

**主要来源：**工业三废、化学农药、食品加工辅料等方面的污染

**检测食品中有害元素的意义：**

1、分析食品中有害元素的种类及含量

2、防止有害元素危害人体健康

3、为加强食品生产和卫生管理提供依据

**重金属中毒症状：**浑身乏力、齿龈发炎、肌肉酸痛、多汗、脱发、便秘、倦怠、嗜睡、睡觉时有轻度的呼吸困难、脖子酸痛等

**形态分析的对象：**①元素天然物种之间的差别 ②人工合成物质

③一些元素以低毒性、低浓度、大范围的形式进入环境，但这种元素可能在食物链底部的生物体内转化为有毒物种，而且在食物链的顶部达到很危险的程度。

**重金属分析检测技术：**紫外-可见分光光度法（金属离子）

原子吸收分光光度法（可测定70多种元素，检出限：10-2 mg/L ）、原子荧光光谱法

电感耦合等离子体－质谱法

**十三、铅的测定：（汽油防爆剂、合金材料）**

**铅中毒：**损伤脑组织、造血系统和肾

**铅中毒症状：**胃肠炎、口腔金属味、头晕失眠、贫血、便秘及腹痛、共济失调和瘫痪

**测定方法：**石墨炉原子吸收光谱法、火焰原子吸收光谱法、双硫腙比色法（考）

氢化物原子荧光法、示波极谱法

**石墨炉原子吸收光谱法**

**原理：**样品经灰化或酸消解后，注入原子吸收分光光度计石墨炉中，电热原子化后吸收283.3nm共振线，在一定浓度范围，其吸收值与铅含量成正比，与标准系列比较定量。

**分析步骤：**（1）样品预处理；（2）样品消解；（3）测定

**基体改进剂作用：**1、消除背景干扰 2、减少铅在灰化过程的损失

3、获得更好的稳定和重现性 4、作为释放剂。

**双硫腙比色法**

**原理：**样品经消化后，加入柠檬酸铵、氰化钾和盐酸羟胺等，消除钙、镁、铁、铜、锌等离子干扰，在pH8.5～9.0时，铅离子与双硫腙生成红色络合物，溶于三氯甲烷。在510nm处有最大吸收，与标准系列比较定量。

**主要试剂：**

掩蔽剂（盐酸羟胺溶液、柠檬酸铵溶液、氰化钾溶液）

二硫腙-三氯甲烷溶液、二硫腙使用液、铅标准使用液

**分析步骤**

**注意事项：**

① 双硫腙法用氰化钾作掩蔽剂，不要任意增加浓度和用量以免干扰铅的测定。

②氰化钾，剧毒，不能用手接触，必须在溶液调至碱性再加入。废的氰化钾溶液应加NaOH和FeSO4(亚铁)，使其变成亚铁氰化钾再倒掉。

③如果样品中含Ca、Mg的磷酸盐时，不要加柠檬酸铵，避免生成沉淀带走使铅损失。

④样品中含锡量＞150mg时，要设法让其变成溴化锡，而蒸发除去，以免产生偏锡酸而使铅丢失。

⑤测铅要用硬质玻璃皿，提前用1-10% HNO3浸泡，再用水冲洗干净。

**十四、砷的测定P157（含砷农药、生长促进剂、食用色素、添加剂）**

**毒性：**三价砷毒性大于五价砷、无机砷（致癌致畸致突变）大于有机砷、单质砷毒性小

**砷中毒**：溶解红细胞、抑制丙酮酸氧化酶活性

**砷中毒症状：**急性：胃肠道损伤、心脏功能失调、剧烈腹痛、昏迷、死亡

慢性：神经衰弱、色素沉积、血管堵塞

**测定方法：**银盐法、硼氢化物还原比色法；氢化物原子吸收荧光光度法

**十五、汞的测定（汞矿开发、含汞农药）**

**毒性：**单质汞易吸收、甲基汞>烷基汞>无机汞、

**汞中毒：**损伤细胞内酶系统、破坏蛋白质、影响胎儿发育

**测定方法：**原子荧光光谱法、冷原子吸收光谱法、液相色谱-原子荧光光谱联用法

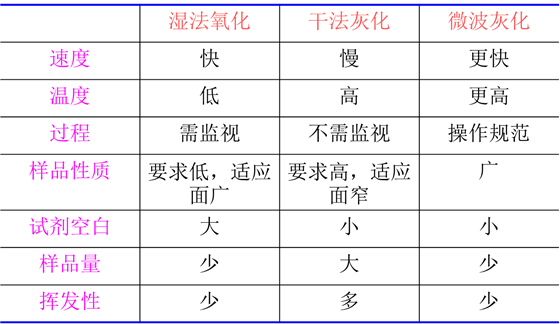
**甲基汞测定：**气相色谱法、薄层层析色谱

**十六、镉的测定（合金、电镀、镉电池、塑料、油漆）**

镉中毒：损害肾、骨骼、消化系统 致癌致畸致突变

测定方法：石墨炉原子吸收光谱法、火焰原子吸收法、比色法

**十七、有机物破坏方法对比**



**十八、农药残留量的测定**

**种类：**有机磷类、氨基甲酸酯类、有机氯类、拟除虫菊酯类、苯氧乙酸类

**分析过程:**提取→净化→浓缩→检测

**提取：**将样品中的农药溶解分离出来（前处理）

**净化**：液一液作用，液一固作用， 液一气作用及化学反应。（前处理）

**检测**：是指利用仪器检测样品中的农药残留。

**样品制备技术：**微波萃取、溶剂萃取、固相萃取、固相微萃取、超临界萃取、衍生化

**固相萃取：**填料保留目标化合物 操作步骤：活化、上样、淋洗、洗脱

填料保留杂质（例如去除色素） 操作步骤：活化、上样（开始收集）、洗脱

**经典检测技术：**气相色谱法GC、气相色谱-质谱联用法GC-MS、高效液相色谱法HPLC、

液相色谱-质谱联用法LC-MS、超临界流体色谱法SFC

**快速检测方法：**

**酶抑制法：**检测蔬菜、水果或农产品中的有机磷类和氨基甲酸酯类农药残留。（显色无农药）

**免疫分析法：**利用抗原和相应抗体在体外也能特异性结合的原理

**生物传感器：**将传感器技术与农药免疫分析技术相结合而建立起来的检测方法

**活体检测：**利用发光细菌、大型水蚤、家蝇检测农药残留

**十九、常见农药残留测定**

**有机氯农药残留量的测定**

**测定方法：**气相色谱法或薄层层析色谱法

最为常用的气相色谱－电子捕获检测器：灵敏度高、分离效果好、定量准确

**原理：**样品处理后，用气相色谱法测定，通过电子捕获器，以保留时间定性，外标法定量。

**操作要点：提取与分配、净化**（将样品浓缩液过凝胶柱，用乙酸乙酯－环乙烷(1+1)溶液洗脱，弃去0-35ml流分，收集35-70ml流分，旋转蒸发至约1ml，再经凝胶柱净化收集35～70ml流分，蒸发浓缩，用氮气吹除溶剂以石油醚定容至1ml。）、**测定**

**有机磷农药残留量的测定**

**测定方法：**气相色谱法（用柱色谱净化）

**原理：**样品经提取净化后，用气相色谱法分离测定，火焰光度检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。

**二十、有毒化学物质的测定**

**食品中黄曲霉毒素的测定**

**测定方法：**纸色谱、薄层色谱、荧光法、微柱色谱法、HPLC法。（液－液分配法）

**食品中N-亚硝胺类的测定**

**测定方法：**气相色谱一质谱联用法、气相色谱一热能分析仪法、分光光度比色法

**食品中苯并(a)芘的测定**

**测定方法：**荧光分光光度法、目测比色法

**二十、动物性食品中兽药残留的测定**

**兽药种类：**抗生素类、磺胺类、硝基呋喃类、抗寄生虫类、激素类

**抗生素残留量的测定：**高效液相色谱法、ELISA

**己烯雌酚残留量的测定:**高效液相色谱法

**盐酸克伦特罗残留量的测定：**气质联用法、高效液相色谱法、酶联免疫法

**二十一、食品添加剂的测定**

**常用的分离方法：**蒸馏法、溶剂萃取法、沉淀分离法、色谱分离法、掩蔽法等

**常用的分析方法：**容量法、分光光度法、薄层层析、高效液相色谱法等

**发色剂的测定**

**发色剂（护色剂或呈色剂）：**主要指一些能够使肉与肉制品呈现良好色泽的物质，最常用（硝酸盐、亚硝酸盐）。

**发色原理：**亚硝酸盐和硝酸盐添加在制品中后转化为亚硝酸，亚硝酸分解出亚硝基，亚硝基会很快与肌红蛋白反应生成鲜艳的、亮红色的亚硝基肌红蛋白，亚硝基肌红蛋白遇热后，放出琉基，变成了具有鲜红色的亚硝基血色原，从而赋予食品鲜艳的红色。

**二十二、理化检验常用方法**

**1、感官检查：**视、嗅、味、听、触

**2、物理检测：**相对密度、折射率、旋光度、其他指标

**3、化学分析：**包括定性分析和定量分析。化学分析适用于常量分析

主要包括**质量分析法**（食品中水分、灰分、脂肪、膳食纤维等成分的测定采用质量分析法）**容量分析法**（包括酸碱滴定法、氧化还原滴定法、配位滴定法、沉淀滴定法，食品中蛋白质、酸价、过氧化值等的测定采用滴定分析法）

**4、仪器分析**

色谱法：纸色谱、薄层色谱、气相色谱、高效液相色谱

光谱法：紫外可见分光光度法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法、荧光分析法、红外光谱法、X射线法

**5、酶和免疫分析**：分离培养方法、免疫学方法、分子生物技术、生物传感器技术

**二十三、标准分类**

我国标准分为四级：国家标准、行业标准、地方标准、企业标准；食品卫生标准中的理化检验部分均为推荐性国家标准

**国际性标准化组织：**国际标准化组织（ISO）；食品法典委员会（CAC）

**二十四、样品采集和处理**

**食品分析的程序：**

样品的采集→制备和保存→样品的预处理→成分分析→数据记录，整理→分析报告的撰写。

**食品样品的保存原则：**1.稳定待测成分 2.防止污染 3.防止腐败变质 4.稳定水分。

**采样原则：1、**样品对总体应该有充分的代表性

2、对于特定的检验目的，应采集具有典型性的样品

3、采样过程中要设法保持原有的理化性质，防止待测成分的损失或污染。

**二十五、湿消解**

**湿消解的特点：**消化速度快、温度低，挥发损失少、产生大量有害气体、试剂用量较大，空白值较高、必须在通风橱中进行，需细心操作。

**湿消解三种常用氧化性强酸及其特点：**

**硝酸HNO3：**应用最广泛，氧化能力较强，沸点较低，易挥发。氧化能力不持久，消化液常残留较多氮氧化物，须加水并加热去除，常与其他酸配合使用。

测Sn和Sb时禁用（会生成偏锡酸 偏锑酸）

**高氯酸HClO4：**热的高氯酸氧化能力强于硝酸和硫酸，沸点适中，氧化能力持久，过量的酸容易加热除去。高温或接触某些还原性强的物质有爆炸危险。

**浓硫酸H2SO4：**热的浓硫酸氧化能力稍弱，沸点高，对有机物有强烈的脱水作用，并使其炭化，进一步氧化成CO2；不易排除、与碱土金属（如Ca、Mg、Ba、Pb）形成的盐在水中溶解度较小，难于挥发。代表应用：凯式定氮法

**混合酸的使用**

**硝酸-高氯酸消化法：**该法氧化能力强，消化速度快，炭化不明显；消化温度较低、挥发损失少。代表应用：原子吸收测Mn

**注意事项：**①消化过程中注意补加硝酸、②含还原性组分较多的样品不宜采用此法

**硝酸-硫酸消化法：**反应速度适中，对于较难消化的样品，可在消化后期加入少量的高氯酸或过氧化氢，加快消化速度。代表应用：原子荧光法测As

**注意事项：**不宜作食品中碱土金属的分析。

**消解影响因素：**

1、酸的组成和用量

2、温度：温度的选择依据不同的方法而异，保持微沸状态（太高：挥发性元素易损失；太低：时间较长且消解可能不完全）。

**消化操作注意事项：**

（1）消化所用试剂应采用优级纯或分析纯，并同时作消化试剂的空白试验，以扣除消化试剂对测定的影响。

（2）消化用的玻璃器皿应经过稀硝酸浸泡后使用。

（3）为了防止暴沸，可在消化瓶中加入玻璃球或瓷片。消化产生大量泡沫时，应适当降低消化温度。最好将样品和消化剂在室温下浸泡过夜，次日再加热消化。

（4）消化过程中加入硝酸、硫酸后，应小火缓缓加热，待反应平稳后方可大火加热，以免泡沫外溢，造成试样损失 。需要补加试剂时应停止加热，待消化液冷却后，再沿消化瓶壁缓慢加入，防止炭化现象。

**二十六、干灰化法**

**干法特点：**

A：基本不加试剂，空白低 B：操作简便，有机物破坏彻底

C：适合批量样品的前处理 D: 可加大称样量，提高检出率

E：可用于多种痕量元素的分析 F：灰化时间长，温度高，待测成分易挥发损失

G：重复性不好，回收率低

**影响回收率的因素：**

A.高温分解灰化有机物温度为400℃-600 ℃，镉、铅、锌、锑等易逸散损失

B.铜和铅超过550 ℃时，在坩埚壁上的吸附大，从而产生吸附损失

C.瓷坩埚在一定高温下灰化会熔出微量元素

D.温度过低，时间延长，来自炉内壁及环境污染机会增加，还存在碳粒

**提高回收率的措施**（回收率低主要因素：①高温挥发损失， ②被坩埚壁吸收。）

1、采取适宜的灰化温度 在尽可能低的温度下灰化样品

2、加入助灰化剂，如测Se,加入氧化镁和硝酸镁

**加入助灰化剂目的：**促进样品分解和抑制待测组分挥发损失。

**常用的助灰化剂：**硝酸、硫酸、磷酸二氢钠、氧化镁、硝酸镁、氯化钠等。

**注意事项**

（1）样品炭化、加硝酸溶解残渣等操作应在通风橱内进行。

（2）高温炉内各区的温度有较大的差别。

（3）应根据待测组分的性质，采用适宜的灰化温度。

（4）湿润或溶解残渣时，需待坩埚冷却至室温方可进行，不能将溶剂直接滴加在残渣上。

（5）从高温炉中取出坩埚时，避免高温灼伤。

（6）坩埚从炉内取出前，先放置于炉口冷却，并在耐火板上冷却至室温，切忌直接置于木制台面、有机合成台面上以免烫坏台面。

**二十七、酶水解法**

**特点**：1、温度较低、pH值适中 2、作用于特定的化学键，选择性好 3、混合酶提取金属离子的效果比单一酶好得多 4、水解后，物质的化学形态不会发生变化，适用于形态分析。

**二十八、水分的测定**

**测定方法：直接法**—利用水分本身的物理性质、化学性质测定水分（准确度高）

如重量法（直接干燥法、减压（真空）干燥法）、蒸馏法、卡尔•费休法。

**间接法**—利用食品的物理常数通过函数关系确定水分含量。

如测相对密度、折射率、电导、旋光率等。

**直接干燥法：**

**原理：**在常压下于95ºC~105ºC干燥样品2-4h，使其中的水分蒸发逸出，样品质量达到恒重。

**方法说明：**

1. 适用于干燥温度下不易分解、氧化和含较少挥发性物质的样品。
2. 操作中应避免样品损失和落入其他物质 样品中干燥减失的重量包括：吸湿水、部分结晶水和该条件下能挥发的物质。

**减压干燥法：**

**原理：**在压力为45~55kPa，温度为50ºC~60ºC的条件下干燥样品2-3h，使水分蒸发逸出，至样品质量达到恒重。

装置：真空烘箱（带真空泵）连接了几个干燥瓶和一个安全瓶

**方法说明：**

1、适用于干燥温度下易分解、氧化以及含水较多，挥发较慢的样品。（糖果、味精）

2、操作中应避免样品损失和落入其他物质。尽量将样品磨细，降低样品在称量瓶中的厚度，增加水分蒸发面积。

**蒸馏法**

**原理：**在样品中加入某些比水轻且与水互不相溶的有机试剂（常用甲苯和二甲苯），在低于各组分沸点的温度下进行蒸馏，水分和有机溶剂共同蒸出，收集馏出液，根据水的体积计算水的含量。

**方法说明：**

1、适用于含水较多，又有较多挥发性成分的样品。

2、谷类、果蔬、油类香料等多种样品的水分测定，特别对于香料，此法是唯一公认的水分含量的标准分析法。

**卡尔-费休法：**根据碘和二氧化硫在吡啶和甲醇共存溶液中能与水定量反应的原理测定水分含量。

**二十九、蛋白质的测定**

**凯氏定氮法（重点）**

**原理：**将样品与浓硫酸和硫酸钾、硫酸铜催化剂一同加热消化，使蛋白质分解，其中C和H被氧化为CO2和H2O逸出，而样品中的有机氮转化为NH3，并与H2SO4结合成NH4SO4，此过程称为消化。加碱NaOH将消化液碱化，使NH3游离出来，再通过水蒸气蒸馏，使NH3蒸出，用硼酸吸收形成硼酸铵，再以标准盐酸或硫酸溶液滴定，根据标准酸消耗量可计算出蛋白质的含量。

**操作方法：**消化→蒸馏与吸收→滴定

消化——浓硫酸、硫酸铜、硫酸钾； 蒸馏——氢氧化钠；吸收——硼酸；

滴定——盐酸、混合指示剂

**方法说明：**1、消化时，一般加入硫酸铜作催化剂 2、不得使用高氯酸

3、甲基红醇溶液和亚甲基蓝醇溶液滴定指示剂的颜色为：酸（紫红）、碱（蓝绿）、终点（灰）

**其他方法：**双缩脲法、紫外分光光度法、染料结合法、水杨酸比色法等。

**三十、氨基酸的测定**

**原理：**蛋白质经盐酸水解为游离氨基酸，经氨基酸分析仪的离子交换柱分离后，与茚三酮溶液产生颜色反应，生成蓝紫色化合物,在570nm下测定。

**三十一、脂肪的测定**

**测定方法：**索氏提取法（粗脂肪）、酸水解法（总脂肪，游离脂类及结合脂类，磷脂除外）

**索氏提取法：**经典方法，适用于脂类含量较高、含结合态脂肪较少、能烘干磨细、不易吸潮结块的样品。

**原理：**将经前处理而分散且干燥的样品用无水乙醚或石油醚等溶剂回流提取，使样品中的脂肪进入溶剂中，回收溶剂后所得到的残留物，即为脂肪（或粗脂肪）。只能测得游离态脂肪。

**测定方法：**滤纸筒的制备→样品制备→索氏提取器的准备→抽提→回收溶剂

**酸水解法**

此法适用于各类食品总脂肪的测定，特别是易吸潮，结块，难以干燥的食品，但不宜用于高糖类食品（糖类食品遇强酸易炭化）、含大量磷脂的食品（磷脂水解条件下将完全分解为脂肪酸及碱）。

**原理：**利用强酸在加热的条件下将试样成分水解，使结合或包藏在组织内的脂肪游离出来，再用有机溶剂提取，经回收溶剂并干燥后，称量提取物质量即为试样中所含脂类。

**方法说明：**

1、样品应磨细，否则消化不完全，影响测定结果。

2、固体样品消化时加入水是为了防止加盐酸时干试样固化。水解后加入乙醇可使蛋白质沉淀，降低表面张力，促进脂肪球聚合，同时溶解一些糖类。如低聚糖、有机酸。

3、用乙醚提取脂肪时，因乙醇可溶于乙醚，故需加入石油醚，降低乙醇在乙醚中的溶解度，使乙醇溶解物留在水层，并使分层清晰。

**三十二、维生素的测定**

**测定方法：**HPLC法、分光光度法、GC法、GC-MS

**注意事项：**

1、脂溶性维生素常用的提取溶剂是乙醇、乙醚、石油醚等；一般需皂化以除去脂溶性杂质，提高维生素溶解度和提取率。

2、水溶性维生素常用的提取溶剂是水和磷酸、偏磷酸等的缓冲液

3、B族维生素采用荧光检测器灵敏度更高。

**三十三、物质测定方法**

**保健食品功效成分：**主要有皂苷类、花青素类、黄酮类、多糖类等等（采用气相色谱法测定）

**糖精及其钠盐：**薄层色谱、HPLC

**防腐剂：**HPLC

**着色剂分离方法：**滤纸层析法、薄层层析法、柱层析法

**还原型漂白剂：**比色法、中和滴定法 **氧化型漂白剂：**碘量法、钛盐光度法

**发色剂：**盐酸萘乙二胺法

**三十四、酸价和过氧化值**

**酸价：**用中性乙醇-乙醚混合溶剂溶解油样，以酚酞作指示剂，用碱标准溶液滴定其中的游离脂肪酸，根据消耗碱标准溶液的量计算出油脂的AV。

**过氧化值：**在冰乙酸存在下，油脂中过氧化物与碘化钾反应，生成游离碘，用硫代硫酸钠标准溶液滴定，根据消耗硫代硫酸钠的用量，计算油脂的POV