

国外优秀食品科学与工程专业教材

# 食品分析实验指导

[美] S.Suzanne Nielsen 著

杨严俊 译

## Food Analysis Laboratory Manual

 中国轻工业出版社

# 食品分析实验指导

[美] S. 苏珊娜·尼尔森, 普渡大学

《食品分析实验指导》是美国普渡大学S. 苏珊娜·尼尔森主编的《食品分析》(第三版)(中文版即将由中国轻工业出版社出版)的配套实验教材,可以与“食品分析”课程配套使用。

全书包含19项实验课程内容,每项实验内容均包括:背景知识、阅读作业、实验目的、实验原理、化学药品(包括CAS编号和危害性)、预防和废弃物处理、实验材料、实验设备、实验步骤、数据与计算、问题和参考文献。这种按照实验课程流程编排的内容设计,最大限度地便捷了老师的授课以及学生的自学。

全书的实验课程内容主要基于美国FDA推荐的适用于“营养标签”的美国官方分析化学家协会(AOAC)食品分析检测方法而设计的,它可以为今后任何其他实验提供基础,同时尽可能的紧跟最新技术发展,注重同一实验目的下不同实验方法的比较。以期学生在掌握最基本的实验方法后,能发散思维,掌握更全面的实际应用技能。

## 本书特点

- \* 书中引入FDA推荐的适用于“营养标签”的AOAC中的检测方法
- \* 全书内容编排非常适于实验课程教学,也便于学生循序渐进的自学
- \* 可以作为完整的实验教材使用,并有配套的主课程理论教材

上架建议:轻工教材

ISBN 978-7-5019-6597-7



定价: 23.00元

数据与计算

附录 (C) 目 录

国外优秀食品科学与工程专业教材

# 食品分析实验指导

[美] S. Suzanne Nielsen 著

杨严俊 译

Food Analysis Laboratory Manual by S. Suzanne Nielsen Copyright © Springer Academic Plenum Publishers, being a part of Springer Science + Business Media  
All rights reserved.  
Translation from the English language edition

什么是粘度？  
什么是牛顿流体？什么是非牛顿流体？你测定的哪一种？  
温度对液体食品粘度有何影响？  
食品的成分和结构对粘度有何影响？色拉酱的什么成分导致了它的粘度？

责任编辑：李桂  
封面设计：曹海英  
版式设计：曹海英  
印刷：北京印刷厂  
出版发行：中国轻工业出版社（北京东长安街25号）邮编：100029  
社址：北京市西城区德胜门内大街2号  
电话：(010) 64411330  
电邮：qiche@china-light-industry.com  
网址：http://www.clip.com.cn

 中国轻工业出版社

30441R1Z101ZYW

## 图书在版编目 (CIP) 数据

食品分析实验指导 / (美) 尼尔森 (Nielsen, S. S.) 著; 杨严俊译. —北京: 中国轻工业出版社, 2009. 1

国外优秀食品科学与工程专业教材

ISBN 978-7-5019-6597-7

I. 食… II. ①尼…②杨… III. 食品分析—实验—教材 IV. TS207.3—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 134707 号

Translation from the English language edition: *Food Analysis Laboratory Manual* By S. Suzanne Nielsen Copyright © Kluwer Academic/Plenum Publishers, being a part of Springer Science + Business Media

All Rights Reserved

责任编辑: 李 佳

策划编辑: 李亦兵 责任终审: 唐是雯 封面设计: 锋尚设计

版式设计: 王培燕 责任校对: 杨 琳 责任监印: 胡 兵 马金路

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: 三河市世纪兴源印刷有限公司

经 销: 各地新华书店

版 次: 2009 年 1 月第 1 版第 1 次印刷

开 本: 787 × 1092 1/16 印张: 10

字 数: 231 千字

书 号: ISBN 978-7-5019-6597-7/TS · 3845 定价: 23.00 元

著作权合同登记 图字: 01-2005-5311

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

发行电话: 010-85119845 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

50441K1X101ZYW

## 译者序

本书是为美国普渡大学 S. Suzanne Nielsen 主编的《食品分析》(第三版)(中文版即由中国轻工业出版社出版)配套而编写,作者在前言中已经对本书的出版作了详细的解释。

本书面向所有想要掌握食品分析技术的在校大学生、企业食品检验及研发人员,既可作为食品及相关专业的本科实验教材,又可作为食品企业从事食品检验与品质控制人员的参考手册。

在翻译过程中,我们最大的体会是本书的实验内容非常实用,其主旨是保证读者能切实掌握食品分析技术的实际应用,并且尽可能紧跟最新技术的发展,不至于在新版本推出时落伍。从而让读者在巩固实验知识的同时能提高理论水平,从而解决实际中的复杂问题。

全书主要由杨严俊翻译,胡新平、徐雅琴、张亚辉、苏宇杰、刘佳、车永真、张维等参与了相关部分的翻译工作,徐榕榕等检查了术语,并对全书进行审校,在全体人员共同努力下完成了本书的翻译工作。

在此深深地感谢家人和朋友们。在翻译过程中,他们给予了我们莫大的关心、支持和帮助。

由于时间仓促和水平有限,译文中难免会有一些错误和疏漏,敬请读者批评指正。

译者

## 前言和致谢

本书是为教科书《食品分析》第三版配套而编写的。本书的章节与《食品分析》第三版内容密切相关，共 19 章，涵盖了教科书全部 32 章的内容。大部分的实验章节均包含如下内容：背景知识、阅读作业、实验目的、实验原理、化学药品（包括 CAS 编号和危害性）、预防和废弃物处理、实验材料、实验设备、实验步骤、数据与计算、问题和参考文献。

使用本书的指导教师应该注意以下几点：

(1) 在进行食品分析实验教学时，由于不同的学校用于实验的时间和设备各不相同，同时学生的人数和实际操作水平也会有明显的差异，因此指导教师需要对实验方法（如分析的样品和平行样品的数量）进行一定的调整以适应不同的要求和学校的实际情况。

(2) 在每个章节中有关所用化学药品的危害与预防的信息并不全面，但必须提醒学生和实验室人员要着重关注化学药品的处理和废弃。

(3) 因为学生的实验时间有限，所以在本书中建议许多化学试剂由实验员在实验前预先配制。但在每个实验章节的实验材料与实验设备清单中，并没有包括实验员在准备试剂时所需的材料与实验设备。

(4) 本书每个实验章节中的数据与计算部分都提供了详细的数据记录和计算方法。指导教师需要对学生详细说明在要求提交的实验报告中是只需要提供样品数据，还是必须提交所有的数据处理。

作为第一版，本书一定存在着不少遗漏和错误，本人将诚恳地接受来自指导教师、实验员和学生的建议和指正。

本人衷心感谢支持本书编写的食品分析的指导教师们，他们为本书的实验提供了完整的实验方法或材料。在此本人也要特别感谢犹他州立大学的 Dr. Charles Carpenter 提供的相关实验的建议。还要感谢本人实验室研究小组的学生和其他人员，他们为帮助解决和验证所编写的实验方法做了大量工作，他们是：Susan Axel Bedsaul、Kirby Hayes、Christina Kokini、Noel Davis Larson、Carla Mjier、Carol Rainford 和 Katie Rippel。另外还要对 Susan Axel Bedsaul 和 Christina Kokini 在编辑、文字处理和审核实验内容方面所做的工作表示感谢。

S. Suzanne Nielsen

## 目 录

( 88 )	.....	.....	.....
( 88 )	.....	.....	.....
( 90 )	.....	.....	.....
( 92 )	.....	.....	.....
( 92 )	.....	.....	.....
<b>第一章 计算机营养标签</b>	.....		( 1 )
方法 A: 准备一个酸奶配方的营养标签	.....		( 2 )
方法 B: 在一个配方中加入新组分, 测定它们如何影响营养标签	.....		( 3 )
方法 C: 产品开发中逆向工程的例子	.....		( 4 )
<b>第二章 准确度和精密度的估计</b>	.....		( 6 )
<b>第三章 水分含量的测定</b>	.....		( 11 )
方法 A: 鼓风干燥箱法	.....		( 12 )
方法 B: 真空干燥法	.....		( 14 )
方法 C: 微波干燥法	.....		( 16 )
方法 D: 快速水分分析仪测定法	.....		( 17 )
方法 E: 甲苯共沸蒸馏法	.....		( 18 )
方法 F: 卡尔费休法	.....		( 19 )
方法 G: 近红外吸收光谱法	.....		( 22 )
<b>第四章 脂肪含量的测定</b>	.....		( 25 )
方法 A: 索氏抽提法	.....		( 25 )
方法 B: Goldfish 法	.....		( 28 )
方法 C: 莫乔恩厄尔法	.....		( 30 )
方法 D: 巴布科克法	.....		( 33 )
<b>第五章 蛋白质氮含量的测定</b>	.....		( 36 )
方法 A: 凯氏定氮法	.....		( 36 )
方法 B: 氮燃烧法	.....		( 40 )
<b>第六章 苯酚 - 硫酸法测定碳水化合物总量</b>	.....		( 43 )
<b>第七章 靛酚法测定维生素 C</b>	.....		( 49 )
<b>第八章 钙的络合滴定法</b>	.....		( 55 )
方法 A: EDTA 滴定法测定水的硬度	.....		( 55 )
方法 B: 用检测条测定水的硬度	.....		( 59 )
<b>第九章 离子选择性电极、摩尔滴定法以及检测条测定钠的浓度</b>	.....		( 61 )
方法 A: 离子选择性电极法	.....		( 61 )
方法 B: 莫尔滴定法	.....		( 64 )
方法 C: Quantab <sup>®</sup> 检测条测定法	.....		( 68 )
<b>第十章 原子吸收光谱法和电感耦合等离子 - 原子发射光谱法测定钠和钾</b>	.....		( 73 )
<b>第十一章 标准溶液和可滴定酸度</b>	.....		( 80 )
方法 A: 碱液及酸液的制备及标定	.....		( 80 )
方法 B: 可滴定酸度和 pH	.....		( 84 )

第十二章 脂类特性测定 .....	( 88 )
方法 A: 皂化值的测定 .....	( 88 )
方法 B: 碘值的测定 .....	( 90 )
方法 C: 游离脂肪酸值的测定 .....	( 93 )
方法 D: 过氧化值的测定 .....	( 95 )
方法 E: 薄层色谱法分离简单的脂类 .....	( 98 )
第十三章 鱼肌肉蛋白的提取、定量和电泳 .....	( 101 )
第十四章 酶法分析测定葡萄糖含量 .....	( 110 )
第十五章 免疫分析测定食品中的麦醇溶蛋白 .....	( 114 )
第十六章 食品中外源物的检测 .....	( 120 )
方法 A: 软质干酪中的外源物 .....	( 121 )
方法 B: 果酱中的外源物 .....	( 122 )
方法 C: 婴儿食品中的外源物 .....	( 124 )
方法 D: 马铃薯片中的外源物 .....	( 125 )
方法 E: 柑橘汁中的外源物 .....	( 126 )
第十七章 高效液相色谱 .....	( 128 )
方法 A: HPLC 法测定饮料中的咖啡因 .....	( 128 )
方法 B: 果蔬中花色素的固相萃取和 HPLC 分析 .....	( 132 )
第十八章 气相色谱 .....	( 138 )
方法 A: 气相色谱测定葡萄酒中的甲醇和高级醇类 .....	( 138 )
方法 B: 脂肪酸甲酯 (FAMES) 的制备和气相色谱法测定 油脂中的脂肪酸组成 .....	( 142 )
第十九章 采用布氏黏度计测定黏度 .....	( 149 )



## 第一章 计算机营养标签

周志德文

### 背景知识

1990年营养标签与教育法要求大部分食品都要进行营养标签,因此,大部分的食品分析是以营养标签为目的的。食品标签指南以及完全营养标签规则的链接可以在 <http://vm.cfsan.fda.gov/~dms/flg-toc.html> 上找到,然而,对这些规则及四舍五入原则的正确用法、食品营养成分含量声明、参考量和每份量等项目可能很难解释。

此外,在产品开发过程中,配方的变化对营养标签的影响可能很重要。例如,某一个组分含量的微小变化可能会决定到该产品是否可以标注为低脂食品。因此,具有从配方的变化马上推算出是否影响到营养标签的能力就很有意义。但有时也可能会出现相反的情况,就是使用所谓的“逆向工程”的概念。在逆向工程里,可以根据营养标签提供的信息反过来决定产品的配方。在反推过程中必须注意,在大多数情况下,只能得到一个大致配方,可能还必须提供营养标签以外的额外信息。

针对上述各种情况,使用营养数据库和计算机程序进行营养标签的准备和分析将是非常有价值的。在本实验中,将要利用计算机程序,根据一个产品的配方来准备其营养标签,并测定配方的变化如何影响营养标签,同时观察一个逆向工程的例子。

### 阅读作业

Nielson, S. S., and L. E. Metzger. 2003. Nutrition labeling. Ch. 3, in *Food Analysis*, 3rd ed. S. S. Nielson (Ed.), Kluwer Academic, New York.

Owl Software. 2002. Techwizard™ Version 3 Manual, LaVic, Inc., Lancaster, PA

### 实验目的

准备一个酸奶配方的营养标签,测定配方变化如何影响营养标签,观察一个逆向工程的例子。

### 实验材料

Techwizard™ Version 3: 配方和营养标签软件,装有 Microsoft® Excel 97 或 Excel 2000 的个人计算机。

### 注意事项

关于如何获得和安装本节实验课所要求的软件的说明可以登录 [www.owlsoft.com](http://www.owlsoft.com)。在网页左边点击标题下方的“Food Analysis Student (食品分析学生)”。Techwizard™ 程序可能已经在书出版后进行过更新,下面提到的实验步骤的改变也可以在该网页上找到。

\* 实验课之前安装好软件,并确保它可以在计算机上正常运行。

## 方法 A: 准备一个酸奶配方的营养标签

### 实验步骤

1. 启动 Techwizard™ 程序 (点击 Enable Macros), 选择进入程序 (点击 OK)。进入程序的营养标签的选项 (从 Labeling 菜单选择 View Nutrition Section and Nutrition Formula)。
2. 输入表 1-1 中 1#配方中的各组分 (点击 Add Ingredients, 从组分列表中选择每一个组分, 并点击 Add, 当所有组分都加入后, 点击 × 以关闭窗口)。
3. 输入 1#配方/% 栏中各组分的质量分数, 再点击 Sort, 配方中各组分将按照 % (w/w) 进行排序。

表 1-1 酸奶样品配方

	1#配方/%	2#配方/%
牛奶 (3.7% 脂肪)	38.201	48.201
脱脂乳 (不添加维生素 A)	35.706	25.706
浓缩脱脂乳 (35% 总固形物)	12.888	12.888
甜味剂, 糖溶液	11.905	11.905
变性淀粉	0.800	0.800
稳定剂, 明胶	0.500	0.500

4. 输入食品的每份量 (普通的常用单位和等量的公制单位) 以及份数 (首先点击 Common Household unit 下方的 Serving Size, 在窗口中输入 8, 点击 OK, 在单位下拉列表中选择 oz; 然后点击 Equivalent Metric Quantity 下方的 Serving Size, 在窗口中输入 227, 点击 OK, 在单位下拉列表中选择 g; 最后点击 Numbers of Servings, 在窗口中输入 1, 点击 OK)。

\* 注意点击 Show Ref. Table, 就会显示出 CFR 101.12 表 2 “每次食用时一般的消费参考量”的摘要。

5. 输入名称保存 1#配方 (点击 Formula Name, 在上方 Formula Name 窗口输入 “食品分析 1#配方”, 点击 × 关闭窗口, 从 File 菜单中选择 Save Formula)。

6. 查看营养标签, 选择标签选项 (点击 View Label, 点击 Label Options, 选择您想显示的标签类型: 标准型、列表型、长条型或简洁型; 选择您所想要标注的营养成分: 由于酸奶中蛋白质含量高, 你可能会选择 protein - show ADV; 如果不选 Hide Footnote 和 Hide Calorie Conversion Chart, 就会显示每日需要量的脚注和卡路里换算表。当选择完标签选项后, 就可选择 Apply, 然后点击 Close 按钮, 再查看标签)。

7. 编辑组分说明表 (点击 View/Edit Declaration, 当出现对话框: Do you wish to generate a formula declaration using individual ingredient declarations? 点击 Yes, 配方中的每一个组分都可以在上部窗口中选择, 可以在中部窗口中编辑组分说明)。

注意: 组分说明的规则可以在 CFR 101.4 中找到。

8. 打印 1#配方的营养标签 (点击 Print Label, 再点击 Print, 回到标签格式化菜单,

点击 Close)。点击 Close)。

9. 返回到程序的 Nutrition Info & Labeling 部分 (点击 Return)。

10. 输入 2# 配方/% 栏中各组分的质量分数。

11. 输入名称保存 2# 配方 (点击 Formula Name, 在上方配方名称窗口输入“食品分析 2#”配方, 点击 × 关闭窗口, 从 File 菜单中选择 Save Formula)。

12. 查看和打印 2# 配方的营养标签 (点击 View Label, 点击 Print Label, 再点击 Print, 回到标签格式化菜单, 点击 Close)。

## 方法 B: 在一个配方中加入新组分, 测定它们如何影响营养标签

有时候可能需要在在一个配方中加入一些附加组分。例如, 你需要在酸奶 1# 配方中加入一些外源钙。在与若干供应商联系后, 你决定在酸奶配方中加入 Fieldgate Natural Dairy Calcium 1000, 一种由 First District Association (Litchfield, MN) 生产的磷酸钙产品。该产品是从天然牛乳中得到的浓缩乳清盐, 含有 25% 的钙。你要求计算出要使每份酸奶的含钙量达到每日需要量 (DV) 的 50% 和 100% 时, 需要加入多少 Dairy Calcium 1000。表 1-2 列出了你将要使用的 Dairy Calcium 1000 的组成。

表 1-2 Fieldgate Natural Dairy Calcium 1000 (First District Association) 的组成

组分	含量
灰分	75%
钙	25000mg/100g
热量	167J/100g
乳糖	10%
磷	13000mg/100g
蛋白质	4.0%
糖类	10g/100g
总碳水化合物	10g/100g
总固形物	92%
水	8.0%

### 实验步骤

1. 在数据库中添加新组分 (从 Formula Dev 菜单选择 View Form Dev Section, 然后选择 Formula Development, 从 File 菜单选择 Ingredients Files, 然后选择 Edit Current Ingredient File)。

2. 输入新组分的名称和组成 (从 Edit Ingredients 菜单选择 Add Ingredient, 输入组分名称“Dairy Calcium 1000”, 点击 OK, 在适当的栏里输入每一种营养成分的含量, 点击 Finish Edit)。

3. 编辑新组分的组分说明 (它将会出现在组分列表中)。(从 Edit Ingredients 菜单选择 Edit/View Reference #, Source Information and Declaration, 在底部的 Ingredient Declara-

tion 窗口输入组分说明“浓缩乳清盐”，点击 Update Information，点击 OK，再点击 Close)。

4. 保存组分文件所做的改变（从 File 菜单选择 Save Ingredient File，从 File 菜单选择 Close Ingredient File，返回到 Formula Development 部分）。

5. 在程序的 Formula Development 部分打开“食品分析 1#配方”（从 File 菜单选择 Open Formula，选择“食品分析 1#配方”，点击 Open，对每个提问均点击 Yes）。

6. 在“食品分析 1#配方”中添加新组分 Dairy Calcium 1000（点击 Add Ingredients，然后从组分列表中选择 Dairy Calcium 1000，点击 Add，再点击 × 以关闭窗口）。

7. 计算要达到 DV 的 50% 和 100% 所需要的钙量 (mg/100g)（见下面的例子）。

所需要的钙 = (钙的 DV/每份量) × 100g × 所要求的 DV%

达到 50% DV 所需要的钙 = (1000mg/227g) × 100g × 0.50 = 220mg/100g

8. 在配方中输入所需要的钙量，限定配方中除脱脂乳和 Dairy Calcium 1000 外的所有组分（在 Properties 栏中找到钙，在钙的 Minimum 和 Maximum 栏中输入 220——这就是让程序知道你要求每 100g 产品中含有 220mg 的钙。在配方组分的 Min 和 Max 栏中输入 38.201 牛奶 (3.7% 脂肪)，12.888 浓缩脱脂乳 (35% 总固形物)，11.905 甜味剂、糖液，0.800 变性淀粉，0.500 稳定剂明胶——这会让程序调节脱脂乳和 Dairy Calcium 1000 的量并保持其他组分的含量不变。点击 Formulate，点击 OK)。

9. 输入一个名称保存修改后的配方（点击 Formula Name 窗口，在上方的 Formula Name 窗口中输入“食品分析 1#配方加钙”，点击 × 关闭窗口，从 File 菜单中选择 Save Formula)。

10. 将新配方（加磷酸钙盐）转入程序的 Nutrition Label 部分（从 Formula Dev 菜单选择 Send Formula Info to Nutr Label Section，对每个提问均选择 Yes）。

11. 确定你的每份量信息是否正确（见方法 A，第 4 步）。

12. 查看和打印钙含量达到 50% DV 的新配方的营养标签（点击 View Label，点击 Print Label，再点击 Print，点击 Return 回到 Formula Development Section）。

13. 做一个钙含量达到 100% DV 的配方和营养标签。（重复步骤 7、步骤 12，但要根据步骤 7 后面的例子重新计算满足 100% DV 所需要的钙量）。

## 方法 C：产品开发中逆向工程的例子

### 实验步骤

本例中程序会自动进行逆向工程的处理。从 Help 菜单选择 Cultured Products Automated Examples 开始，点击例 4#。本例中通过点击 Next 逐步进行到下一步骤。

1. 你要进行逆向工程的产品营养标签信息已输入到程序中（注：本例中，已输入了每份量、热量、脂肪热量、总脂、饱和脂肪、胆固醇、盐、总碳水化合物、糖、蛋白质、维生素 A、维生素 C、钙、铁等信息）。

2. 每种营养物的最小和最大水平以 100g 为基准计算（注：程序运用了整套规则来确定 100g 基础上每种营养物质的可能范围）。

3. 将营养物的最小和最大水平的信息转入程序中的配方组成 (Formula Development) 中 (注: 程序已将营养物含量水平的范围转换成配方程式中可用的形式)。

4. 在营养标签的组分说明的基础上选择配方组分 (注: 选择合适的组分可能很难, 因此有必要非常了解组分说明的规则。此外, 有些必要的组分可能不在数据库中, 需要添加进去)。

5. 要尽可能地利用每一种组分含量的限制条件 (注: 这是关键的一步, 必须了解该产品中各组分典型的含量水平。此外, 根据组分说明中组分的排列顺序, 可以确定一个大致的范围。本例中, 变性淀粉的含量限制在 0.80%, 明胶含量限制在 0.50%, 培养物含量限制在 0.002%)。

6. 程序计算出一个大致的配方 (注: 程序运用营养物的含量范围和配方的组成等信息计算出配方中每一组分的含量)。

7. 程序对开发配方的营养信息和原始的营养标签比较 (注: 选择 View Reserve Engineering Section, 再在 Reverse Engineering 菜单中选择 Label to Spec, 即可在程序的 Nutrition Label to Formula Spec 部分查看该信息)。

### 问题

1. 根据由方法 A 中得到的酸奶 1# 配方和 2# 配方的标签, 你将给每一个配方作出怎样的营养物质含量说明 (营养物质含量说明可在 Nielsen 的《食品分析》的表 3-7、表 3-8 中找到)?

2. 要达到 50% DV 和 100% DV 的钙, 需向酸奶配方中加入多少 Dairy Calcium 1000?

3. 如果 Dairy Calcium 1000 价格 \$ 2.50/lb, 要是你的酸奶产品含有 100% DV 的钙, 该酸奶的单价需要增加多少才能抵消该成分的成本?

4. 假设你加入了足够的 Dairy Calcium 1000 使产品含钙达到 100% DV, 你希望加入的钙导致酸奶质构变化吗?

5. 为你最喜欢的巧克力薄饼制作一个营养标签。你将需要收集以下信息: 每种组分的质量 (不是杯、茶匙等), 数据库中没有的组分的组成, 焙烤过程中的水分损失量。

### 参考文献

Nielsen, S. S., and L. E. Metzger. 2003. Nutrition labeling. Ch. 3, in *Food Analysis*, 3rd ed. S. S. Nielsen (Ed.), Kluwer Academic, New York.

Owl Software. 2002. Techwizard™ Version 3 Manual, LaVic, Inc., Lancaster, PA

## 第二章 准确度和精密度的估计

### 背景知识

分析实验室常常用到玻璃量具、机械式移液器、天平等,如果掌握了这些玻璃仪器和设备的基本操作方法,实验就会变得更容易、更有兴趣,实验结果也会更加准确和精确。准确度和精密度可以通过由玻璃仪器和设备得到的数据来计算,并以此来评估操作者的技能和所用仪器设备的好坏。

利用分析天平称量是分析实验室最基本的测量方法,对质量进行测定和比较是水分、脂肪含量的测定等分析的基础。在各种分析中,准确地称量试剂是配制溶液的第一步。

在分析测定中,只要天平经过正确的校准,实验人员操作得当,分析天平的准确度和精密度要高于其他任何的常用仪器。在正确的校准和操作条件下,分析天平的准确度和精密度只取决于天平本身的读数精度,反复称量一个标准样品,可以得到有关天平校准和操作人员技术的有用信息。

如果分析天平的性能和操作人员的技能都已被证明是合格的,那就可以用称量的方法来估计其他分析仪器的准确度和精密度。所有分析实验室都会用到玻璃量具和机械式移液器,要得到可靠的分析结果必须掌握他们的使用方法。要科学公正地报道实验取得的分析结果,就必须理解准确度和精密度。

目前已建立了许多能有效评估所得数据的准确度和精密度的方法。本实验内容包括自动移液器的准确度和精密度的估算。一个应用实例就是通过测定在某项分析或质量保证实验中所用自动移液器的准确度,并估计其可靠性,确定其是否需要修理。实验人员必须定期检查移液器所取水样的体积是否准确。检查的方法是称量移液器所移取的水样,再根据当时的水温下水的密度换算成体积。如果折算的体积显示移液器的准确度和/或精密度有问题时,就必须修理后才能再次放心地使用。

通常报道的数据至少要求包括均值、精密度和平行样本数。均值的有效数字的位数反映了数值本身的不确定度,在衡量某方法的相对精密度时,必定是取决于其中最大的不确定度。均值经常表达为置信区间(CI)的一部分,CI表示的是真实均值所期望的范围。将均值或CI与标准值或真实值比较是准确度评估首先采用的方法。如果CI能覆盖标准值的话,可以认为实验方法或者实验操作是正确的;如果CI明显大于读数精密度,这说明操作人员的技术有待提高。在用标准砝码测定分析天平的准确度时,如果CI未能覆盖标准砝码值,这说明要么是天平需要校正,要么是标准物的质量已不是原来的标示值。有时也用测定平均值和真实值之间的相对误差 $E_{rel}$ (%)来估计准确度,但 $E_{rel}$ (%)只能反应趋势,在实际工作中,即使当均值和真实值之间没有统计差异时,也常常会计算 $E_{rel}$ (%)。并且,必须注意 $E_{rel}$ (%)的计算中没有考虑到平行样本数,这说明平行样本数在任何规模上都不会影响准确度的估算。绝对精密度用标准偏差来反映,而相对精密度用变异系数(CV)来反映。除了平行样本数越多会得到更好的总体方差外,精密度的计算与平行样本数基本无关。

本实验课中所描述的方法或者测定技术,既可以用于实验室常用设备的准确度和精密度的确认,也可以在最基本的水平上用于单项实验的确认。但为得到更广泛的认可,程序经过了数个不同实验室间联合研究的确认。联合评估得到了美国公职分析化学家协会(AOAC)、美国谷物化学家协会(AACC)、美国油脂化学家协会(AOCS)等组织的支持。要将程序作为核准的方法在这些组织的手册中发表时,这样的联合研究是必备的先决条件。

### 阅读作业

如何正确使用天平、玻璃量具、机械式移液器的相关文献。

Smith, J. S. 2003. Evaluation of analytical data. Ch. 4, in *Food Analysis*, 3rd ed. S. S. Nielson (Ed.), Kluwer Academic, New York.

### 实验目的

熟悉或再次熟悉天平、机械式移液器、玻璃量具的使用,并对所得数据的准确度和精密密度进行估计。

### 实验原理

分析测试中,正确使用设备和玻璃仪器有助于确保结果更准确和精确。

### 实验材料

- 烧杯 3 个, 20mL 或 30mL、100mL、250mL 各一个
- 25mL 或 50mL 滴定管
- 500mL 三角瓶
- 漏斗, 直径约 2cm (用于滴定管装液)
- 1000 $\mu$ L 机械式移液器, 配塑料取样吸头
- 塑胶手套
- 铁圈和铁夹 (用于固定滴定管)
- 吸耳球或移液管吸液器
- 50g 或 100g 标准砝码
- 温度计, 测量室温
- 100mL 容量瓶
- 1mL 和 10mL 定量移液管各一支

### 实验设备

- 分析天平
- 顶加载天平 (精度为 0.1g)

### 注意事项

实验前或实验中,教师应鼓励学生进行下列讨论:(1)从定量移液管和刻度移液管

中放出液体时的区别；(2) 10mL 和 25mL 或 50mL 滴定管的标记有什么不同。

### 实验步骤

(将数据记入下面的表格中)

- 取 400mL 重蒸水，置于 500mL 三角瓶中备用，并用温度计测量水温。
- 分析天平和定量移液管。
  - 100mL 烧杯去皮重，用定量移液管取 10mL 水放入烧杯，记录质量。重复该步骤，去皮，加 10mL 水，记录质量，得到该移液管的六组测量数据（注意此时水的总体积为 60mL，不必每次移液后都倒空烧杯）。
  - 用 20mL 或 30mL 烧杯和 1.0mL 定量移液管重复步骤 2a，测量 6 次。
- 分析天平和滴定管。
  - 用 100mL 烧杯、装满水的 50mL（或 25mL）滴定管重复步骤 2a，放出水 10mL（也就是将 100mL 烧杯去皮，从滴定管放出 10mL 水到烧杯中，记录质量）。（须戴着手套拿取烧杯，防止手上的油脂残留到烧杯上）重复该步骤，去皮，加 10mL 水，记录质量，得到该滴定管的六组测量数据（注意此时水的总体积为 60mL，不必每次移液后都倒空烧杯）。
  - 重复步骤 2a，但改用 20mL 或 30mL 烧杯和 1mL 定量移液管，测量 6 次。
- 分析天平和机械式移液器。
 

用 20mL 或 30mL 烧杯、1.0mL 机械式移液器重复步骤 2a（也就是将 20mL 或 30mL 烧杯去皮，用移液器移取 1mL 水到烧杯中，并记录质量）。重复该步骤，去皮，加 1mL 水，记录质量，得到该移液器的 6 组测量数据（注意此时水的总体积为 6mL，不必每次移液后都倒空烧杯）。
- 总容量（TC）与总移液量（TD）。
- 将 100mL 容量瓶放在顶加载天平上去皮，然后加水至刻度线，称量容量瓶中的水。然后将 250mL 烧杯去皮，再将容量瓶中的水倒入烧杯中，称量倒出的水的质量。
- 可读性与准确性。将顶加载天平调零，并称量 100g 或 50g 标准砝码的质量。拿取标准砝码时应戴上手套或指套，以防手上的油脂残留在砝码上。在两种以上顶加载天平上重复称量同一个标准砝码，记录观察值以及所用天平的种类和型号（例如，Mettler、Sartorius）。

### 数据与计算

表 2-1 不同温度下水的黏度和密度

温度/°C	密度/g/mL	黏度/cp	温度/°C	密度/g/mL	黏度/cp
20	0.99823	1.002	24	0.99733	0.9111
21	0.99802	0.9779	25	0.99707	0.8904
22	0.99780	0.9548	26	0.99681	0.8075
23	0.99757	0.9325	27	0.99654	0.8513

注：1cp =  $1 \times 10^{-3}$  Pa · S。



利用称得的质量及水的已知密度（见表2-1），计算步骤2~5中移取的水的准确体积。并利用体积值，计算准确度和精密度的指标值：均值、标准偏差、变异系数、相对百分误差，95%置信区间。用前3个数据和所有数据分别计算  $n=3$  和  $n=6$  时上述各指标值。

步骤2、步骤3、步骤4中的数据记录

试验	定量移液管				滴定管				机械式移液器	
	1mL		10mL		1mL		10mL		1mL	
	质量	体积	质量	体积	质量	体积	质量	体积	质量	体积
1										
2										
3										
4										
5										
6										
$n=3$										
均值										
标准偏差										
变异系数										
相对百分误差										
95% 置信区间										
$n=6$										
均值										
标准偏差										
变异系数										
相对百分误差										
95% 置信区间										

步骤5中的数据记录

容量瓶中的水  
烧杯中的水

步骤6中的数据记录

天平	天平的类型/型号	标准物的质量
1		
2		
3		