

●常丽新 田秀红 闫峰 刘晶芝 著

食品分析技术

SHIPIN FENXI JISHU



中国科学技术出版社

食品分析技术

常丽新 田秀红 闫峰 刘晶芝 著

中国科学技术出版社
· 北京 ·

图书在版编目(CIP)数据

食品分析技术/常丽新等著. —北京:中国科学技术出版社,2004.9

ISBN 7-5046-3911-7

I. 食... II. 常... III. 食品分析 IV. TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 095794 号

中国科学技术出版社出版

北京市海淀区中关村南大街 16 号 邮政编码:100081

电话:010-62173210 传真:010-62183872

科学普及出版社发行部发行

北京国防印刷厂印刷

*

开本:787 毫米×1092 毫米 1/16 印张:12 字数:300 千字

2004 年 9 月第 1 版 2004 年 9 月第 1 次印刷

印数:1-1000 册 定价:25.00 元

(凡购买本社的图书,如有缺页、倒页、
脱页者,本社发行部负责调换)

前 言

本书根据烹饪专业食品分析教学的基本要求,考虑当前学生的基础及专业特点和仪器设备等情况,在河北师范大学多年食品分析教学改革和研究的基础上,并借鉴国内外高校在食品分析教学方面的经验及最新的研究成果编写而成。

全书由食品分析基础知识、基本实验仪器及操作、食品的感官鉴定、定性分析、定量分析和附录等几部分组成。本书可作为食品专业学生的教材及有关科技人员的参考用书。

参加编写工作的有常丽新、田秀红、闫峰、刘晶芝。其中第一部分、第二部分由闫峰编写,第三部分由刘晶芝编写,第四部分由田秀红编写,第五部分、附录由常丽新编写。在编写过程中得到了河北师范大学重点学科建设的资助,谨此表示感谢。

由于编者水平有限,不妥之处在所难免,希望广大读者批评指正。

编 者

2004 年 7 月

目 录

第一部分 食品分析实验的基础知识	(1)
一、食品分析实验室规则	(1)
二、食品分析实验室事故的预防	(1)
三、实验结果的表示和分析数据的处理	(2)
第二部分 常用仪器的使用方法	(9)
一、恒温箱	(9)
二、电热恒温水浴	(9)
三、电动离心机	(10)
四、分析天平	(11)
五、电子分析天平	(12)
六、比重计	(13)
七、折光计	(14)
八、旋光仪	(16)
九、酸度计	(17)
十、721 型分光光度计	(18)
十一、751G 型分光光度计	(19)
十二、原子吸收分光光度计	(21)
第三部分 食品感官鉴定	(23)
一、食品感官鉴定概述	(23)
二、食品感官鉴定实验	(27)
实验一 基本味觉训练试验	(27)
实验二 嗅觉训练试验	(28)
实验三 鲜蛋鲜度的感官鉴定	(29)
实验四 鲜牛肉鲜度感官鉴定	(31)
实验五 注水猪肉的感官鉴别	(32)
实验六 大米品质的感官鉴定	(33)
实验七 色拉油酸败的感官鉴定	(34)
第四部分 定性分析	(36)
实验一 脂类物质的性质	(36)
实验二 糖类性质 (一) ——还原性糖的性质	(38)
实验三 糖类性质 (二) ——淀粉的性质	(41)
实验四 凝胶的形成及其性质的测定	(43)
实验五 蛋白质性质 (一) ——蛋白质和氨基酸的呈色反应	(44)

实验六 蛋白质性质 (二) ——蛋白质等电点的测定和两性反应	(48)
实验七 蛋白质性质 (三) ——蛋白质的沉淀反应和变性	(50)
实验八 蛋白质性质 (四) ——蛋白质的起泡性和稳定性	(52)
实验九 酶的特性	(53)
实验十 植物性食品色素的分离	(56)
实验十一 影响食品色素变化的研究	(57)
实验十二 影响褐变因素的研究	(59)
第五部分 定量分析	(61)
实验一 样品的采集、制备、保存与处理	(61)
实验二 比重计的使用	(66)
实验三 折光计的使用	(67)
实验四 食品中水分的测定	(69)
实验五 食品中灰分的测定	(73)
实验六 食品中总酸度的测定	(75)
实验七 食品中有效酸度 (pH) 的测定——电位法	(77)
实验八 挥发酸的测定	(79)
实验九 食品中脂类的测定	(81)
实验十 食品中还原糖的测定	(87)
实验十一 食品中可溶性总糖的测定	(95)
实验十二 食品中淀粉含量的测定	(97)
实验十三 食品中粗纤维和膳食纤维的测定	(101)
实验十四 食品中氨基酸态氮的测定	(106)
实验十五 食品中氨基酸总量的测定	(108)
实验十六 食品中可溶性蛋白质的测定	(110)
实验十七 食品中粗蛋白的测定	(114)
实验十八 食品中维生素 A 的测定	(120)
实验十九 食品中胡萝卜素的测定	(123)
实验二十 食品中维生素 C 的测定	(126)
实验二十一 食品中钙的测定	(130)
实验二十二 食品中铁的测定	(132)
实验二十三 食品中铜的测定	(136)
实验二十四 食品中锌的测定	(138)
实验二十五 食品中汞的测定	(141)
实验二十六 食品中镉的测定	(147)
实验二十七 食品中铅的测定	(152)
实验二十八 食品中砷的测定	(156)
实验二十九 食品中亚硝酸盐的测定	(162)

实验三十 食品中硝酸盐的测定	(164)
实验三十一 食品中农药残留量的测定	(167)
附 录	(176)
附表1 观测糖锤度温度改正表	(176)
附表2 酒精计温度浓度换算表	(178)
附表3 乳稠计读数变为温度 20℃时的度数换算表	(182)
附表4 相当于氧化亚铜质量的葡萄糖、果糖、乳糖和转化糖的质量表	(183)
参考资料	(185)



第一部分 食品分析实验的基础知识

食品分析是以实验为基础的科学,重视和学好这门课程,对于培养素质型人才起着很重要的作用。

一、食品分析实验室规则

1. 切实做好实验前的准备。实验前应认真预习,明确实验的目的和要求,了解实验的原理和方法。如果准备工作做得好,不仅会使实验进行得顺利,而且可以从实验中获得更多的知识。

2. 进入实验室时,应熟悉实验室及其周围的环境,熟悉灭火器材、急救药箱的使用和放置地方。严格遵守实验室的安全守则和具体实验操作中的安全注意事项。如有意外事故发生应报请教师处理。

3. 实验前要清点仪器,若发现有破损或缺少,应报告老师,按规定手续补领。学生必须在指定的位置上进行实验,未经教师同意不得擅自更换位置。实验时不得迟到早退,不要大声喧哗,不要随地吐痰,保持室内安静和卫生。

4. 实验时要爱护国家财物,小心使用仪器和设备,注意节约水、电、药品。使用精密仪器时,要严格按照操作规程进行。若发现仪器出现故障或破损,应立即停止使用,及时报告指导教师,按规定赔偿。

5. 实验时严格按照操作规程认真操作,仔细观察实验中出现的现象,如实记录实验结果,及时处理实验数据,写出实验报告。

6. 注意保持实验室的整洁。废物、废纸等应分别放在指定的地点,不得乱丢,更不得丢入水槽;废酸、废碱应分别倒入指定的废液缸中。

7. 实验完毕后,必须将所用的玻璃仪器清洗干净,放回原处,并将所用药品按原样摆好。值日生应做好实验室清洁卫生,把废物缸倒净。

8. 离开实验室时,应检查水、电、窗是否关闭。

二、食品分析实验室事故的预防

由于食品分析实验所用的药品有的有毒,有的可燃,有的有腐蚀性或易爆性,所用的仪器大部分又是玻璃制品,所以在实验室中工作,稍有粗心大意,就易发生事故,如割伤、烧伤,乃至火灾、中毒和爆炸等,必须认识到实验室是潜在危险的场所。然而,只要我们经常重视安全问题,思想上提高警惕,实验时严格遵守操作规程,加强安全措施,大多数事故是可以避免的。下面介绍实验室的安全守则和实验室事故的预防和处理。

1. 火灾的预防 实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,着火是实验室常见的事故之一,应尽可能避免使用明火。防火的基本原则及注意事项有下列几点:

(1) 在操作易燃的溶剂时要特别注意:①应远离火源;②勿将易燃液体放在敞口容器中如烧杯中直火加热;③加热必须在水浴中进行,切勿使容器密闭,否则,会造成爆炸。当附近有露



置的易燃溶剂时,切勿点火。

(2)在进行易燃物质试验时,应养成先将酒精一类易燃物质搬开的习惯。

(3)蒸馏易燃的有机物时,装置不能漏气,如发现漏气时,应立即停止加热,检查原因。若因塞子被腐蚀时,待冷却后,才能换掉塞子。接收瓶不宜用敞口容器,如广口瓶、烧杯等,而应用窄口容器,如三角瓶。从蒸馏装置接受瓶出来的尾气的出口应远离火源,最好用橡皮管引到下水道或室外。

(4)回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意:①应放数粒沸石或瓷片或一端封口的毛细管,以防止暴沸。若在加热后才发觉未放入沸石这类物质时,绝不能急躁,不能立即揭开瓶塞补放,而应停止加热,待被蒸馏的液体冷却后才能加入,否则,会因暴沸而发生事故。②严禁直接加热。③瓶内液量最多只能装至半满。④加热速度宜慢,不能快,避免局部过热。总之,蒸馏或回流易燃低沸点液体时,一定要谨慎从事,不能粗心大意。

(5)用油浴加热蒸馏或回流时,必须十分注意避免由于冷凝水溅入热油浴中致使油外溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的原因,主要是由于橡皮管套进冷凝管上不紧密,开水阀过快,水流过猛把橡皮管冲出来,或者由于套不紧而漏水。所以要求橡皮管套入侧管要很紧密,开水阀时也要慢动作,使水流慢慢通入冷凝管中。

(6)当处理大量的可燃性液体时,应在通风橱中或在指定的地方进行,室内应无火源。

(7)不得把燃着或带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱掷,也不得丢入废物缸中,否则,会发生危险。

2. 爆炸的预防 在食品分析实验里一般预防爆炸的措施如下:

(1)蒸馏装置安装必须正确,不能造成密闭体系,应使装置与大气相连通;减压蒸馏时,要用圆底烧瓶或吸滤瓶,用接受器,不可用三角烧瓶。否则,易发生爆炸。

(2)切勿使易燃易爆的气体接近火源,有机溶剂如乙醚一类的蒸气与空气相混时极为危险,可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。

(3)在使用乙醚时,必须检查有无过氧化物的存在,如果发现有过氧化物存在时,应立即用硫酸亚铁除去过氧化物才能使用,同时使用乙醚时应在通风较好的地方或在通风橱内进行。

3. 中毒的预防

(1)剧毒药品应妥善保管,不许乱放,实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发,并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须作妥善而有效的处理,不准乱丢。

(2)有些剧毒物质会渗入皮肤,因此,接触这些物质时必须操作后立即洗手,切勿让毒品沾及五官或伤口。如氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身,严重者会造成中毒死亡事故。

(3)在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时,实验开始后不要把头部伸入橱内。

三、实验结果的表示和分析数据的处理

定量分析的任务是准确测定试样中组分的含量,因此必须使分析结果有一定的准确度。不准确的分析结果可以导致生产上的损失,资源的浪费,科学上的错误结论。

在定量分析中,由于受分析方法、测量仪器、所用试剂和分析工作者主观条件等方面的限制,使测得的结果不可能和真实含量完全一致;即使是技术很熟练的分析工作者,用最完善的分析方法和最精密的仪器,对同一样品进行多次测定,其结果也不会完全一样。这说明客观上



存在着难以避免的误差。因此,我们在进行定量测定时,不仅要得到被测组分的含量,而且必须对分析结果进行评价,判断分析结果的准确性,检查产生误差的原因,采取减小误差的有效措施,从而不断提高分析结果的准确程度。

(一)误差及其产生的原因

分析结果与真实值之间的差值称为误差。分析结果大于真实值,误差为正,分析结果小于真实值,误差为负。

根据误差的性质与产生的原因,可将误差分为系统误差、偶然误差和过失误差三类。

1. 系统误差 系统误差又叫可测误差,它是由于分析过程中某些比较固定的原因所造成的。这类误差的性质是:在一定条件下是恒定的,即大小、方向有一定的规律,在多次测定时会重复出现;所有的测定值或者偏高或者偏低;由于误差来自于某一固定的原因,数值基本上是恒定不变的。但它的大小、正负可以测定出来,因而是可以校正的。系统误差产生的主要原因是:

(1)方法误差:这种误差是由于分析方法本身所造成的。其原因是方法不完善、样品及试剂的性质和反应的特性所引起。如在重量分析中,沉淀的溶解损失或吸附某些杂质而产生的误差;在滴定分析中,反应进行不完全或干扰离子的影响,指示剂不能准确指示反应终点以及其他副反应的发生,都会系统地影响测定结果。

(2)仪器、试剂误差:主要是仪器、试剂本身不合格所造成(即仪器灵敏度差、试剂不纯)。如天平及砝码、玻璃量器未经校正,分光光度计的波长或比色皿的光径不够准确;试剂的纯度不符合要求。在使用过程中就会使测定结果产生误差。

(3)环境误差:由于各种环境因素如温度、湿度、气压、照明条件、空气中含尘量等与要求的标准状态不同,以及在空间时间上的变化引起了测量仪器和被测物发生了变化而引起的。

(4)操作误差:主要是操作人员操作不正规或生理上的差异而引起的。如在标志读数时偏高或偏低,对某种颜色的变化辨别不够敏锐等所造成的误差。

系统误差产生的原因有时并非一种误差引起,往往是多种误差综合作用的结果。可以用对照实验、空白试验、校准仪器等办法加以校正,其中对照实验是检验实验过程中有无系统误差最有效的方法。

2. 偶然误差 偶然误差又叫不可测误差或随机误差,产生的原因与系统误差不同,它是由于某些偶然的因素所引起的,其性质是误差的绝对值和正负没有一定的方向,时大时小,时正时负。偶然误差难以察觉,也难以控制。但是消除系统误差后,在同样条件下进行多次测定,则可发现偶然误差的分布也是服从一定规律的。

(1)大小相等的正负误差出现的几率相等。

(2)小误差出现的概率大于大误差,特别大的误差出现的概率非常小,故偶然误差出现的几率与其大小有关,因此通过增加平行测定次数(一般2~4次),取平均值,即可减少偶然误差。

由偶然误差的性质可知,随着测定次数的增加,偶然误差的算术平均值将逐渐接近于零,使多次测定结果的平均值更接近于真值;试验表明,在测定次数较少时,偶然误差随测定次数的增加而迅速减小,当测定次数大于10时,误差已减小到不很显著的数值,所以,在一般测定中,同时平行测定10个试样就已足够了。

3. 过失误差 过失误差是指分析人员工作中的差错,主要是由于分析人员的粗心或疏忽而造成的,没有一定的规律可循。例如,在称重时砝码的数值读错了,滴定时刻度读错了,甚至记录错了或计算错了,这些错误有时无法找到原因。



这一类误差在工作上应该属于责任事故,是不容许存在的。通常,只要我们增强工作的责任心,认真细致做好原始记录,反复核对,过失误差是完全可以避免的。

在分析工作中,当出现较大的误差时,应查明原因,如系由过失所引起,则应将该次测定结果弃去不用,不能将它和其他数据加在一起求平均值。然而,对于仅属于怀疑的数据,就不能任意地作为错误数据来处理。

(二)提高分析结果准确度的方法

从误差产生的原因来看,只有尽可能地减小系统误差和偶然误差,才能提高分析结果的准确度。现分析如下:

1. 消除测定过程中的系统误差 造成系统误差的原因是多方面的,我们应根据具体情况采用不同的方法来检验和消除系统误差。

(1)对照试验:对照试验是用来检查系统误差的有效方法。进行对照试验时,常用已知准确含量的标准试样(或纯物质配成的试液),按同样方法进行分析以资对照,也可以用不同的分析方法,或者由不同单位的化验人员分析同一试样来相互对照。

例如,在进行新的分析方法研究时,常用标准试样来检验方法的准确度。如果用所拟定的方法分析若干种标准试样,均能得到满意的结果,则说明这种方法是可靠的。或者用国家规定的标准方法,或公认可靠的“经典”方法分析同一试样,然后将结果同所拟定的方法所得到的结果进行对照,如果一致,也说明新的分析方法是可靠的。

在生产中,常常在分析试样的同时,用同样的方法做标样分析,以检查操作是否正确和仪器是否正常,若分析标样的结果符合“公差”,说明操作与仪器均无问题,试样的分析结果是可靠的。

另外,在许多生产单位,为了检查分析人员之间是否存在系统误差和其他方面的问题,常在安排试样分析任务时,将一部分试样重复安排在不同分析人员之间,互相进行对照试验。这种方法称为“内检”。有时,又将部分试样送交其他单位进行对照分析。这种方法称为“外检”。

(2)空白试验:由试剂、蒸馏水、实验器皿和环境带入的杂质所引起的系统误差,可以通过做空白试验来消除或减少。

空白试验是在不加入试样的情况下,按照试样的分析步骤和条件而进行分析的试验。得到的结果称为“空白值”。从试样的分析结果中扣除空白值,就可以得到更接近于真实含量的分析结果。

但是,如果空白值过大,扣除空白值会引起更大的误差。这时,就必须采取提纯试剂和蒸馏水,或改用适当器皿等措施来降低空白值。

(3)校准仪器:当允许的相对误差大于1%时,一般可以不必校准仪器。在准确度要求较高的分析中,对所用的仪器如滴定管、移液管、容量瓶、天平砝码等,必须进行校准,求出校正值,并在计算结果时采用,以消除由仪器带来的误差。

(4)校正方法:某些分析方法的系统误差可用其他方法直接校正。例如,在容量分析中,使被测成分沉淀绝对完全是不可能的,必须采用其他方法进行校正。在准确度要求较高时,应将滤液中该成分的比色测定结果加到重量分析结果中去。

2. 增加平行测定次数减少偶然误差 根据前面讨论的偶然误差理论可知,在消除系统误差的前提下,平行测定的次数越多,则测得的算术平均值越接近于真实值。因此,常借助于适当增加测定次数的方法来减少偶然误差以提高分析结果的准确度。通常在定量分析的实验中对于同一试样,平均测定2~4次即可。当分析结果的准确度要求较高时,则可适当的增加测



定次数(通常为 10 次左右),但增加更多的测定次数,不仅费事费时,而且效果也不太显著。因此,在实际工作中应该权衡轻重予以处理。

(三)分析结果的表示方法

在食品检验过程中从分析数据的记录、结果计算及做出检测报告时,都应注意有效数字的正确应用及误差的控制问题。除此之外,还必须对检测数据进行数理统计和分析,从而对检测对象做出客观的评价和报告。

食品检验过程中的各种数据,是利用各种检测方法和仪器设备进行实验和观测所获得的对检测对象的定量描述。由于检测方法、仪器、试剂、环境因素以至人为因素的影响等,即使精密的多次重复测定的结果也或多或少都会存在一定的差异。

在一般的分析检验中通常用准确度和精密度对一组检测结果进行分析、判断与评价,从而校正系统误差及偶然误差。

当需要对一组分析结果的分散程度进行判断,或对一种分析方法所能达到的精密程度进行考察时,就需要对一组检测数据按一定的规则剔除可疑数据,最后按要求的置信度求出这组数据的平均值在一定的置信度下的置信区间。这就是检验结果的数据处理过程。

1. 准确度和精密度 在常规的分析检验中,我们通常是采用某一标准方法进行某一项测定,得到一组检测数据。这组数据的可靠性如何?我们必须进行科学的综合性的评价。通常评价的指标有:准确度与精密度。

(1)准确度:准确度是指测定值与真实值的符合程度,它主要是反映测定系统中存在的系统误差及偶然误差的综合性指标,它决定了检验结果的可靠程度。

准确度通常用误差来表示:

绝对误差 = 多次测定的算术平均值 - 真实值

相对误差 = (多次测定的算术平均值 - 真实值) ÷ 真实值 × 100%

而对某一未知试样的测定来说,实际上真实值是不可能知道的,通常可以通过回收率的测定来判断。

回收率是用于评价检验方法和测定准确度广泛采用的方法。在未知样品中加入已知量的标准物质,称加标样品,同时测定未知样品和加标样品,可测出加入的标准物质的回收率。回收率是目前实验室常用而又方便的确定准确度的方法。多次回收试验后还可以发现检验方法的系统误差。在日常检测工作中,正确使用回收率的方法对评价我们的检测结果、评价一个分析方法,都有很大的帮助。

加入的标准物质的回收率,可按下式计算:

$$P = (X_i - X_0) \div M \times 100\%$$

式中: P ——加入的标准物质的回收率;

M ——加入标准物质的量;

X_i ——加标样品的测定值;

X_0 ——未知样品的测定值。

例:用二氯酚酚滴定法测定天然果汁中维生素 C 的含量,准确取等量的果汁样品,分别进行多次测定,得到以下测定结果:

①果汁中维生素 C 含量为 3.51mg/100g,②在果汁样品中加入标准物质维生素 C 5.00mg,测得维生素 C 含量为 8.36mg/100g。计算该测定的回收率为:



$$P = (8.36 - 3.51) \div 5.00 \times 100\% = 97\%$$

对测定值加以校正,以消除系统误差,此例的测定结果经校正应为:

$$\bar{X} = 3.51 \div 97\% = 3.61 (\text{mg}/100\text{g})$$

即果汁中维生素 C 含量应为 3.61mg/100g。

(2)精密度:精密度是指在相同条件下进行多次测定,每一次测定结果相互接近的程度。它反映了测定方法中存在的偶然误差的大小。可以说精密度是由偶然误差决定的,它表示了各次测定值与平均值的偏离程度。精密度通常用偏差来表示。

$$d = \frac{1}{n} \sum |\bar{X}_i - \bar{X}|$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

$$Cr = \frac{S}{\bar{X}} \times 100\%$$

准确度和精密度是评价分析结果的两种不同的方法,是两个不同的概念,但两者间有一定的关系。前者说明测定结果准确与否,后者说明测定结果稳定与否。精密度高不一定准确度高,而准确度高一定需要精密度高。精密度是保证准确度的先决条件,精密度低说明所测结果不可靠,在这种情况下,自然失去了衡量准确度的前提。

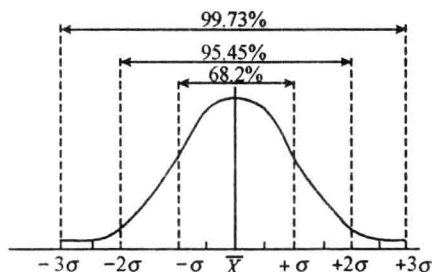


图 1-1 误差的正态分布曲线

2. 置信度与置信区间 在多次测定中,测定值 X 将随机地分布在其平均值 $\bar{X}$ 的两边,若以测定值的大小为横坐标,以其相应的重现的次数为纵坐标作图,可得到一个正态分布曲线,曲线与横坐标从 $-\infty \sim +\infty$ 之间所包围的面积,代表了具有各种大小误差的测定值出现的几率的总和,设为 100% (图 1-1)。由概率统计计算可知:

测定值在 $\bar{X} \pm \sigma$ 区间的占 68.27%

测定值在 $\bar{X} \pm 2\sigma$ 区间的占 95.45%

测定值在 $\bar{X} \pm 3\sigma$ 区间的占 99.73%

由此可见,测定值偏离平均值越大,出现的几率越小。这个几率称为置信度,而测定值所处的区间称为置信区间。

置信区间越窄,表示测定值越接近于真实值。置信区间的大小,直接依赖于测定的精密度与准确度,因此,在报告分析结果时,应该给出测定的精密度与准确度这两项指标。除此之外,还要标明获得这样的精密度和准确度所付出的代价,即通过多少次测定才得到这样的精密度和准确度。由此可见,精密度、准确度和测定次数是报告分析结果时不可缺少的三个参数,三者缺一不可。

在报告测定结果的精密度和准确度时,另外还有一个必须遵守的原则就是取几位有效数字,也就是说,所写出的分析结果的报告,其精密度和准确度的有效数字的位数应与测定时所使用的测定仪器与测定方法的精密度相一致。

(四)有效数字及其运算规则

在科学试验中,为了得到准确的测量结果,不仅要准确地测定各种数据,而且还要正确地



记录和计算。分析结果的数值不仅表示试样中被测成分含量的多少,而且还反映了测定的准确程度。所以,记录试验数据和计算结果要保留几位数是一样很重要的事,不能随便增加减少位数。

1. 有效数字的意义及位数 有效数字是指在工作中实际上能测量到的数字。记录数据和计算结果时究竟应该保留几位数字,须根据测定方法和使用仪器的准确程度来决定。在记录数据和计算结果时,所保留的有效数字中,只有最后一位是可疑的数字。

例如:坩埚重 18.5734g 六位有效数字

标准溶液体积 24.41mL 四位有效数字

由于万分之一的分析天平能称准至 $\pm 0.0001\text{g}$,滴定管的读数能读准至 $\pm 0.01\text{mL}$,故上述坩埚重应是 $18.5734 \pm 0.0001\text{g}$,标准溶液的体积应是 $24.41 \pm 0.01\text{mL}$,因此这些数值的最后一位都是可疑的,这一数字称为“不定数字”。在分析工作中应当使测定的数值,只有最后一位是可疑的。

有效数字的位数,直接与测定的相对误差有关。所以在测量准确度的范围内,有效数字位数越多,测量也越准确。但超过测量准确度的范围,过多的位数是毫无意义的。因此,在记录测量数据和计算结果时,应根据所用仪器的准确度,必须使所保留的有效数字中,只有最后一位是“不定数字”。

2. 有效数字的运算规则 在处理数据时,常遇到一些准确度不同的数据,对于这些数据,必须按一定规则进行计算,一方面可以节省时间,另一方面也可以避免因计算过繁而引起的错误。常用的基本规则是:

(1) 记录测定数值时,只保留一位可疑数字;

(2) 当有效数字位数确定后,其余数字(尾数)应一律弃去。舍弃办法:采用“四舍六入,五后没数看单双”的规则。即当尾数 ≤ 4 时舍去,尾数 ≥ 6 时进位,当尾数恰为五时,则应按下述情况决定进位或舍去:如果 5 后还有数字,由于这些数字均系测定所得,故可以看作该数字总是比 5 大,在这种情况下,该数字以进位为宜。例如,如果将下列测定值整化为两位有效数字时,其结果应为:

3.451 3.5

1.0501 1.1

如果 5 后面的数字全部为 0 时,则看保留下来的末位数是奇数还是偶数,若是奇数时就将 5 进位,若是偶数时,则将 5 舍去。总之,应保留“偶数”。例如,如果将下列测定值整化为两位有效数字时,其结果应为:

0.005 0.00 (“0”以偶数论)

0.125 0.12

0.425 0.42

在整化数字时,只允许对原测定的数值一次整化到所需要的位数,不得分次整化。例如,将 13.4565 整化为两位有效数字时:

13.4565 - 13.456 - 13.46 - 13.5 - 14 (不对的做法)

13.4565 - 13 (对的做法)

(3) 计算有效数字位数时,若数据的首位等于 8 或大于 8,其有效数字的位数可多保留一位。例如,9.37 实际上虽只有三位,但它接近于 10.00,故可以认为它是四位有效数字。



(4) 加减法: 当几个数据相加减时, 他们的和或差的有效数字的保留, 应以小数点后位数最少的数据为依据。例如, 0.0121、25.64、1.05782 三数相加, 若各数最后一位为可疑数字, 则 25.64 中的 4 已是可疑数字。因此, 三数相加后, 第二位小数已属可疑, 其余两个数据可按规则 2 的方法整理到只保留两位小数。因此, 0.0121 应写成 0.01; 1.05782 应写成 1.06 三者之和为:

$$0.01 + 25.64 + 1.06 = 26.71$$

在大量的数据运算中, 为使误差不迅速积累, 对参加运算的所有数据, 可以多保留一位可疑数据。如计算 5.2727、0.075、3.7 及 2.12 的总和时, 根据上述规则, 只应保留一位小数。但在运算中可以多保留一位, 故 5.2727 应写成 5.27; 0.075 应写成 0.08; 2.12 应写成 2.12; 因此其和为:

$$5.27 + 0.08 + 3.7 + 2.12 = 11.17$$

然后, 在根据规则 2 把 11.17 整化成 11.2

(5) 乘除法: 几个数相乘除时, 积或商的有效数字的保留, 应以其中相对误差最大的那个数, 即有效数字位数最少的那个数为依据。

例如, 求 0.0121、25.64 和 1.05782 三数相乘之积。设此三数的最后一位数字为可疑数字, 且最后一位数字都有 ± 1 的绝对误差, 第一个数是三位有效数字, 其相对误差最大, 应以此数据为依据, 确定其他数据的位数, 即按规则 2 将各数都保留三位有效数字, 然后相乘:

$$0.0121 \times 25.64 \times 1.06 = 0.328$$

若是多保留一位可疑数字时, 则

$$0.0121 \times 25.64 \times 1.058 = 0.328$$

然后再按“四舍六入五留双”规则, 将 0.3282 写成 0.328

(6) 在对数运算中, 所取对数位数应与真数有效数字位数相等。

(7) 在所有计算式中, 常数 π 、 e 的数值以及乘除因子 $\sqrt{2}$ 等的有效数字位数, 可认为无限制, 即在计算过程中, 需要几位就可以写几位。

(8) 表示准确度和精密度时, 在大多数情况下, 只取一位有效数字即可, 最多取两位有效数字。

3. 有效数字的运算规则在食品分析中的应用

(1) 正确的记录测量数据: 如在万分之一分析天平上称的某物体重 0.2500g, 只能记录为 0.2500g, 不能记成 0.250g 或 0.25g。又如从滴定管上读取溶液的体积为 24mL 时, 应该记成 24.00mL, 不能记为 24mL 或 24.0mL。

(2) 正确地选取用量和选用适当的仪器: 若称取的样品重为 2~3g 时, 就不需要用万分之一的分析天平, 用千分之一的天平即可。因为千分之一的天平已能满足称量准确度的要求。

由此可知, 没有万分之一的分析天平, 同样可以做分析试验, 解决的办法是将样品的质量称取在 1g 以上就行了。

(3) 正确地表述分析结果: 通常填报分析结果的标准是, 对于高含量组分(例如大于 10%)的测定, 一般要求分析结果有四位有效数字; 对于中含量组分的测定, 一般要求有两位有效数字; 另外在多数情况下, 表示误差时, 只需取一位有效数字, 最多取两位即已足够。

定量分析的结果, 一般要求准确到四位有效数字。目前, 电子计算器的运用已相当普遍, 虽然计算器上显示的数值位数较多, 在运算过程中可以不必对每一步的计算结果进行整理, 但应该注意正确保留最后计算结果的有效数字位数。



第二部分 常用仪器的使用方法

一、恒温箱

1. 恒温箱的分类与结构 恒温箱是实验室常用加热设备之一。按最高使用温度分为干燥箱(又称烘箱、烤箱)、保温箱(又称培养箱)两类。干燥箱最高温度 300°C ,用以烘干样品、药品容器等的水分,以及进行灭菌及零配件的热处理。其功率为 $1000 \sim 4000\text{W}$ 。保温箱最高使用温度 60°C ,用以培养、孵化等。其功率 500W 。

按特殊用途恒温箱又可分为真空干燥箱、鼓风干燥箱、防爆干燥箱等。

恒温箱一般由箱体、发热体(镍铬电热丝)、测温仪或温度计、控温机构、信号系统等组成,特殊用途的恒温箱还有水箱、鼓风马达、防爆装置等。进气孔一般在箱体底部,排气孔在顶部。外壳为铁皮或木质箱体,内为保温层,常用石棉板、玻璃纤维或珍珠岩等做绝热材料。电热丝装在底层,单根或多根并联,分主加热丝和辅加热丝,有的在侧壁也装有电热丝。箱外涂烤漆,箱体内壁涂耐高温银粉防腐。

2. 恒温箱的正确使用方法

(1)使用前做好内、外检查,箱内如有他人存物,取出放好。试验开关、调温手柄等是否灵活好用。打开风顶(排气孔),插好温度计(干燥箱一定要用 250°C 或 300°C 的高温温度计)。注意电源和铭牌上标称电压是否相符。箱壳要接好地线,以防漏电。

(2)通电后指示灯应亮,如加热指示红灯不亮应将调温旋钮顺时针方向转动至红灯发亮。恒温箱如有辅助加热丝及鼓风马达,应将它们的开关都打开。若时间充裕,可关掉主加热丝以延长其使用寿命。

(3)当箱内温度(由温度计读出)接近所需温度时,关掉辅助加热丝,只用主加热丝继续加热;箱内温度即将达到所需温度时,反时针旋转调温旋钮使红灯灭、绿灯亮。待红绿灯自动交替明灭时,表示箱内温度已处恒温状态。由温度计读数看是否为所需温度,如有偏离可稍调节调温旋钮。

(4)当箱内温度稳定在所需温度后放入待干燥或待培养(保温)样品。温度计指示最上层网架中心 $2/3$ 面积的近似温度,所以样品尽量放在这个部位,其他层次和部位实际温度要偏离一些。

(5)使用完毕,关掉各个开关,并把调温钮反时针退回零位。

(6)要等箱内温度不很高时才可以打开箱门,以防骤然降温造成玻璃门破裂。

(7)调温旋钮所指刻度并非箱内温度。每次恒温后可把恒温温度及旋钮所指刻度对应记录,以后使用时作为参考,可以节省时间。

二、电热恒温水浴

电热恒温水浴(槽)用于恒温加热及蒸发等。常用的有 2 孔、4 孔、6 孔和 8 孔,单列式或双列式。工作温度从室温以上至 100°C ,恒温波动 $\pm 1^{\circ}\text{C} \sim \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。



1. 使用方法

(1) 关闭水浴底部外侧的放水阀门,将水浴内注入蒸馏水至适当的深度。加蒸馏水是为了防止水浴槽体(铝板或铜板)被侵蚀。

(2) 将电源插头插在插座上,合上电闸。插座的粗孔必须安装地线。

(3) 将调温旋钮沿顺时针方向旋转至适当温度位置。

(4) 打开电源开关,接通电源,红灯亮表示电炉丝通电开始加热。

(5) 在恒温过程中,当温度计的指数上升到距离需要的温度约 2°C 时,沿反时针方向旋转调温旋钮至红灯熄灭为止。此后,红灯就不断熄灭,表示恒温控制发生作用,这时再略微调节调温旋钮即可达到需要的温度。

(6) 调温旋钮度盘的数字并不表示恒温水浴内的温度。随时记录调温旋钮在度盘上的位置与恒温水浴内温度计指示的温度的关系,在多次使用的基础上,可以比较迅速地调节,得到需要控制的温度。

(7) 使用完毕,关闭电源开关,拉下电闸,拔下插头。

(8) 若较长时间不使用,应将调温旋钮退回零位,并打开放水阀门,放尽水浴槽内的全部存水。

2. 注意事项

(1) 水浴内的水位绝对不能低于电热管,否则电热管会被烧坏。

(2) 控制箱部分切勿受潮,以防漏电损坏。

(3) 使用时应随时注意水浴槽(锅)是否有渗漏现象。

(4) 初次使用时应加入与所需温度相近的水后再通电。

三、电动离心机

1. 离心方法适用范围 在实验过程中,欲使沉淀与母液分开,有过滤和离心两种方法。在下述情况下,使用离心方法较为合适。

(1) 沉淀有黏性。

(2) 沉淀颗粒小,容易透过滤纸。

(3) 沉淀量过多而疏松。

(4) 沉淀量很少,需要定量测定。

(5) 母液黏稠。

(6) 母液量很少,分离时应减少损失。

(7) 沉淀和母液必须迅速分离开。

(8) 一般胶体溶液。

离心机是利用离心力对混合溶液进行分离和沉淀的一种专用仪器。电动离心机通常分为大、中、小三种类型。在此只介绍食品分析实验室使用的小型台式或落地式电动离心机。

2. 操作

(1) 使用前应先检查变速旋钮是否在“0”处,外套管应完整不漏,外套管底部需放置橡皮垫。

(2) 离心时先将待离心的物质转移到大小合适的离心管内,盛量不宜过多(占管的 $2/3$ 体积),以免溢出。将此离心管放入外套管,再在离心管与外套管间加入缓冲用水。

(3) 一对外套管(连同离心管)放在台秤上平衡,如不平衡,可调整离心管内容物的量或缓