

Food analysis experiments

食品分析综合实验指导

何晋浙 主编



科学出版社

食品分析综合实验指导

何晋浙 主编

陈伟 陈洪波 能静 副主编

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书以食品分析为基础,按照高校食品类专业的食品分析教学实验类项目和本科毕业环节常用的实验分析项目进行设计。全书内容共11章,主要为:食品分析实验一般知识、食品感官分析及常用物理分析检验、食品常用成分分析、食品中功效组分的分析、食品中添加剂含量分析、食品中有害成分分析、食品安全监测分析、食品中微生物及酶活测定、食品综合设计实验、食品分析现代色谱技术、样品前处理技术。本书涵盖了食品行业常用食品分析项目和食品分析教学类综合分析设计项目,并对现代仪器实验分析技术,如质构技术、超临界萃取技术、微波萃取技术、超滤技术等进行了实验分析项目的设计,对色谱及质谱联用技术、加速溶剂萃取、固相萃取、固相微萃取、样品前处理等技术进行了应用介绍。

本书主要用于高校食品类专业本科生食品分析综合实验指导及相关食品科研和食品分析类实验室检测实验指导。

图书在版编目(CIP)数据

食品分析综合实验指导 / 何晋浙主编. —北京: 科学出版社, 2014. 6

ISBN 978-7-03-041093-1

I. ①食… II. ①何… III. ①食品分析②食品检验 IV. ①TS207.3

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第129165号

责任编辑: 席 慧 / 责任校对: 鲁 素
责任印制: 肖 兴 / 封面设计: 迷底书装

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

铭浩彩色印装有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2014年6月第 一 版 开本: 787×1092 1/16

2014年6月第一次印刷 印张: 16 3/4

字数: 397 000

定价: 36.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

前 言

《食品分析综合实验指导》一书主要是针对食品类专业的学生进行食品分析综合类测试技能学习的教学实践环节用书。本书分为两篇，第一篇为基础性与综合性实验，第二篇为实验技术指导，共十一章，较全面地对食品行业的食品分析的基础知识、常规分析技术、现代分析测试技术、样品提取、前处理的技术进行了系统性和综合性设计。

本书内容主要围绕食品分析基础知识，QS 中 28 大类食品产品常见的营养成分、微生物、食品添加剂和有害成分的分析，以及科研热点，如多糖、单糖成分、黄酮、多酚类物质、氨基酸、维生素、农药残留分析，现代食品行业中的现代分析测试技术应用：液相色谱（HPLC）、气相色谱（GC）、气质联用（GC-AES）、原子吸收（AAS）、原子发射光谱（ICP-AES）、质构测试技术、流变测试技术，样品提取分离技术应用：超临界提取技术、微波萃取技术、快速溶剂萃取技术、固相微萃取技术、膜分离技术、大孔树脂分离技术等展开。

本书为适应现代食品分析技术的发展需要，注重食品领域内的食品分析技术的基础性、系统性和综合性知识内容的设计，循序渐进地对学生综合素质和能力进行培养。希望学生通过专业性实践教学环节的学习，了解和掌握食品行业领域中常用的分析和检验的实践应用知识和实验基础操作能力，食品及加工产品的分析检测方法和原理。从而进一步巩固食品分析基础知识，掌握食品分析中的误差、回收率、样品前处理等概念与方法，准确做好食品分析、实验原始数据记录、仪器正确规范使用等基本知识和技能，了解有关食品检验方面的发展趋势，掌握不同分析项目的实验方法、原料取样、前处理、实验记录的规范化操作，了解常用现代仪器的性能和基本操作，能独立完成实验，正确处理分析结果，具有较强的综合实验能力。本书在专业分析实验基础上，通过综合设计实验进一步系统地对对学生进行科研综合素质能力的训练。对不同产品的制备、提取、分析检测及多项实验技术的运用及文献资料的查阅、工艺方法的设计、正交实验、优化分析、各类数据处理、实验开题报告写作、小论文写作，培养学生科研工作素养和科研工作思路，加深对食品分析专业理论知识的理解，提高学生实验综合动手能力，培养严谨的科学作风，提升学生的综合素质和基础工作能力，拓展学生专业知识面和工作视野，从而具有食品领域里的产品制备、分析、质量控制的综合操作能力，为今后学生职业发展打下良好的基础。

本书由浙江工业大学何晋浙、能静，宁波大学陈伟，浙江省质量检测科学研究院陈洪波共同编写完成，感谢编委以及科学出版社在编写与出版过程中所付出的努力，谢谢！

编 者
2014 年 2 月

实验注意事项

1. 进入实验室必须遵守实验室的各项规定，严格执行操作规程，做好各项实验准备工作。
2. 实验室内不得高声喧哗、随意饮食，保持清洁、整洁、安静又有秩序的实验环境。
3. 实验室内严禁吸烟，一般不建议使用明火电炉。若使用明火电炉时，千万要注意周围化学物质可能产生的易燃易爆环境。
4. 要了解实验方法、原理、操作和注意事项。不正确的操作方法或使用不安全的装置进行实验，往往是发生实验事故的根源，遵守实验室的安全措施。
5. 使用任何试剂，要先看清楚标示、注意事项或查阅相关的安全资料，查明是否对人体造成伤害，药品使用完毕请放回原位，有毒药品应按实验室规定取用。
6. 废液、污物、废纸、碎玻璃等应分别放入指定地方，不得随便乱丢乱倒。更不能丢入水池内，以免堵塞下水道。浓的废酸、废碱应倒入废液罐内，不得倒入水池，以免损坏下水道。或者稀释中和处理后倒入水池。用过的有机溶剂应倒入指定的容器内和送至化学试剂废液指定处理处，不得倒入水池中，以免引起安全隐患。
7. 使用仪器时，严格按照仪器使用规则操作，严禁擅自改变仪器操作要点，随意搬动仪器，仪器使用后应及时做好清理工作和恢复原状。损坏仪器应自觉登记，并主动向指导老师汇报。
8. 做实验时，取用试剂要仔细阅读标签，不要搞错样品，取试剂若备用在其他试剂瓶中时要注意贴标签，以防搞错。按照实验内容、操作规程和试剂用量进行实验，合理安排实验次序。
9. 凡涉及有毒或有刺激性气体发生的实验，均应在通风橱内进行，并做好个人防护，不得把头部伸进通风橱内。
10. 凡接触或使用腐蚀和刺激性药品，如强酸、强碱、氨水、过氧化氢、冰醋酸、溴水等，取用时尽可能戴橡皮手套和在通风橱内操作，瓶口不要直接对着人，禁用手直接拿上述物品。
11. 强酸、强碱必须在耐热容器中溶解。如需将酸碱中和，则必须各自先稀释再中和。开启有毒气体容器时不准瓶口对人，或戴口罩，必要时戴防毒面具。
12. 极易蒸发和引燃的有机溶剂，如乙醚、石油醚、乙醇、丙酮、苯等，使用时必须远离明火，加热时应采用水浴或砂浴，用后要立即塞紧瓶塞，放入阴凉处。用过的试剂倒入回收瓶中，不要倒入水槽中，有机试剂残液不得放入普通冰箱，以防引爆。
13. 注意实验室突然停电、停水的突发事件，及时关闭电源和水源。须经常预计实验可能存在的危险性，做好防范措施。
14. 与实验无关的物品不得带入实验室。实验完毕后要注意做好实验室的安全、卫生工作，离开实验室时应检查水、电是否关好，危险药品是否妥善处理，最后离开实验室的人员还须将门窗关好。

目 录

前言

实验注意事项

第一篇 基础性与综合性实验

第一章 食品分析实验一般知识	3
第一节 常规化学试剂分级与单位	3
第二节 定量分析中的误差	5
第三节 准确度与精密度	7
第四节 样品采集及称量的一般方法	9
第五节 实验原始记录的要求	10
第二章 食品感官分析及常用物理分析检验	11
实验一 食品质量感官分析	11
实验二 旋光法测定粗淀粉含量(盐酸水解法)	15
实验三 折光法测定食品中可溶性固形物的含量	18
第三章 食品常用成分分析	23
实验一 食品中水分含量的测定	23
实验二 水分活度的测定	26
实验三 酱油中氨基酸态氮含量的测定	32
实验四 食品中总酸度的测定	36
实验五 凯氏定氮法测定蛋白质的含量	39
实验六 挥发性盐基氮测定	42
实验七 甜炼乳中乳糖和蔗糖的测定(兰-埃农法)	43
实验八 食品中粗脂肪的测定	49
实验九 食品中粗纤维的测定	51
实验十 食品中过氧化值及酸价的测定	53
实验十一 维生素C含量测定	56
实验十二 食品中灰分的测定	59
实验十三 ICP-AES法测定食品中的微量元素	64
第四章 食品中功效组分的分析	67
实验一 脂溶性维生素的测定	67
实验二 水溶性维生素的测定	69
实验三 食品中总黄酮含量的测定	73

	实验四	食品中氨基酸含量的测定	74
	实验五	食品中多酚类物质的测定	78
	实验六	粗多糖含量的测定	80
	实验七	多糖中的单糖组分分析	81
	实验八	芦荟食品中芦荟苷含量的测定(荧光法)	83
	实验九	食品中 β -胡萝卜素含量的测定	86
第五章	食品中添加剂含量分析		90
	实验一	饮料中苯甲酸钠含量的测定	90
	实验二	硝酸盐、亚硝酸盐含量的测定	92
	实验三	食品中亚硫酸及二氧化硫含量的检测	97
	实验四	食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠含量检测(HPLC法)	101
	实验五	食品中人工合成色素的含量测定	103
	实验六	食品中的抗氧化剂BHA、BHT、PG的测定	105
	实验七	食品中甜蜜素的测定	107
	实验八	食品中脱氢乙酸钠的测定	109
第六章	食品中有害成分分析		112
	实验一	水果和蔬菜中多种农药残留量的测定(GC-MS法)	112
	实验二	食品中有机磷农药残留的检测	115
	实验三	拟除虫菊酯农药残留的检测	117
	实验四	原子吸收光谱法测定食品中有害元素(As、Pb、Hg)	121
	实验五	食品中的丙烯酰胺成分测定(GC-MS法)	126
	实验六	食品中反式脂肪酸的测定(GC法)	128
	实验七	食品中黄曲霉素的测定	131
第七章	食品安全监测分析		135
	实验一	食品中苏丹红染料的测定	135
	实验二	水发食品中甲醛含量检测	138
	实验三	食品中邻苯二甲酸酯(塑化剂)的测定(GC-MS法)	141
	实验四	奶制品中三聚氰胺的检测(HPLC法)	144
	实验五	食品中瘦肉精的测定	147
第八章	食品中微生物及酶活测定		150
	实验一	食品中大肠菌群测定	150
	实验二	食品中菌落总数测定	153
	实验三	食品中霉菌的测定	156
	实验四	糖化酶活力测定	158
第九章	食品综合设计实验		162
	实验一	果胶的制作及黄酮提取综合设计实验	162
	实验二	麦芽糊精制备技术综合设计	173
	实验三	食品流变性及质构性测定	185
	实验四	蛋白质分离综合设计性实验(凝胶层析技术和电泳技术)	196

实验五 乳品检验综合设计实验	204
----------------------	-----

第二篇 实验技术指导篇

第十章 食品分析现代色谱技术	211
第一节 高效液相色谱 (HPLC)	212
第二节 气相色谱 (GC) 技术	212
第三节 气相色谱-质谱联用 (GC-MS) 技术	219
第十一章 样品前处理技术	226
第一节 加速溶剂萃取技术	236
第二节 固相萃取技术	236
第三节 固相微萃取技术	237
主要参考文献	248
附 录	249

第一篇

基础性与综合性实验

第一章 食品分析实验一般知识

第一节 常规化学试剂分级与单位

一、试剂规格

常规化学试剂分级与单位

试剂规格基本上按纯度(杂质含量的多少)划分,主要划分为以下内容:

- 国标试剂:该类试剂为我国国家标准所规定,适用于检验、鉴定、检测。
- 基准试剂(JZ,绿标签):作为基准物质,标定标准溶液。
- 优级纯(GR,绿标签)(一级品):主成分含量很高、纯度很高,适用于精确分析和研究工作,有的可作为基准物质。
- 分析纯(AR,红标签)(二级品):略次于优级纯,主成分含量很高、纯度较高,干扰杂质很低,适合于重要分析及一般研究工作。
- 化学纯(CP,蓝标签)(三级品):主成分含量高、纯度较高,存在干扰杂质,适用于化学实验和合成制备。
- 实验纯(LR,黄标签):也称工业试剂。主成分含量高,纯度较差,杂质含量不做选择,只适用于一般化学实验和合成制备。
- 高纯试剂(EP):是为了专门的使用目的而用特殊方法生产的纯度最高的试剂。它的杂质含量要比优级试剂低2个、3个、4个或更多个数量级。因此,高纯试剂特别适用于一些痕量分析。包括超纯、特纯、高纯、光谱纯。
- 色谱纯(GC、LC):气相、液相色谱分析专用。一般指在色谱条件下只出现指定化合物的峰,不出现杂质峰。
- 光谱纯(SP):用于光谱分析。分别适用于分光光度计标准品、原子吸收光谱标准品、原子发射光谱标准品。
- 指示剂(ID):配制指示溶液用。质量指标为变色范围和变色敏感程度。可替代CP,也适用于有机合成用。
- 生化试剂(BR):配制生物化学检验试液和生化合成。质量指标注重生物活性杂质。可替代指示剂,可用于有机合成。
- 生物染色剂(BS):配制微生物标本染色液。质量指标注重生物活性杂质。可替代指示剂,可用于有机合成。

二、溶液浓度

(1) 当量浓度 (N 或当量/L): 表示 1L 溶液中溶质的物质的量, 现多用物质的量浓度。

(2) 摩尔浓度 (mol/L): 表示溶液中溶质的物质的量, 可称为物质的量浓度。

(3) 质量-质量百分浓度 [% (m/m)]: 表示 100g 溶液中所含溶质的质量 (g)。可用符号 W_B 表示, B 代表溶质, 如 $W_{\text{HCl}}=37\%$, 表示 100g 溶液中含有 37g 氯化氢。如果分子和分母的质量单位不同, 则质量分数应加上单位, 如 mg/g、 $\mu\text{g/g}$ 等。

(4) 体积-体积百分浓度 [% (V/V)]: 表示 100mL 溶液中所含溶质的体积 (mL)。可用符号 V_B 表示, B 代表溶质, 如 $V_{\text{CH}_3\text{COOH}}=5\%$, 表示 100mL 溶液中含有 5mL 乙酸。

(5) 质量-体积百分浓度 [% (m/V)]: 表示 100mL 溶液中所含溶质(多为固体)的质量 (g)。

(6) 质量、容量单位: 表示溶质的质量与溶液的体积之比, 可用符号 ρ_B 表示, B 代表溶质, 如 $\rho_{\text{NaOH}}=10\text{g/L}$, 指 1L 溶液中含有 10g 氢氧化钠; 当浓度很稀时, 可用 g/L、g/mL、 $\mu\text{g/L}$ 、ng/L 表示。可表示为克每升或以其适当分倍数表示 (g/L 或 mg/mL)。

a. 质量分数 (%): 表示溶质的质量与溶液的质量之比;

b. 体积分数 (%): 表示在相同的温度和压力下, 溶质的体积与溶液的体积之比;

c. 质量浓度 (g/L): 表示溶质的质量与溶液的体积之比, 可用符号 ρ_B 表示;

d. 物质的量浓度 (mol/L): 表示溶质的物质的量与溶液的体积之比, 可用符号 c_B 表示, B 代表溶质的基本单元, 如 $\text{HNO}_3=1\text{mol/L}$, 表示 1L 溶液中含有 1mol HNO_3 ;

e. 滴定度 (g/mL): 表示 1mL 标准溶液相当于被测物的质量, 可用 $T_{s/x}$ 表示, s 和 x 分别代表标准溶液和待测物质的化学式, 如 $T_{\text{HCl}/\text{Na}_2\text{CO}_3}=0.005\ 316\text{g/mL}$, 表示 1mL 盐酸标准溶液相当于 0.005 316g 碳酸钠。

三、溶液配制

稀释度 “1+x” 稀释度 “1+x” 是指 1 体积的原装酸或碱的浓溶液用 x 体积水稀释而成的溶液的浓度。例如, (1+5)HCl 溶液, 是指把 1 体积市售原装浓盐酸溶于 5 体积水而成的溶液, 并以符号 “1 : x” 表示。

四、温度和压力的表示

(1) 一般温度以摄氏度表示, 写作 $^{\circ}\text{C}$, 或以开氏度表示, 写作 K (开氏度 = 摄氏度 \pm 273.15)。

(2) 压力单位为帕斯卡, 符号为 Pa (kPa, MPa)。 $1\text{atm}=760\text{mmHg}=1.0332\text{kg/cm}^2=101\ 325\text{Pa}=101.325\text{kPa}=0.101\ 325\text{MPa}$ (atm 为标准大气压)。

第二节 定量分析中的误差

化学实验中误差是客观存在的。实验误差主要是指测定结果与真实值之间的差值，误差产生的原因与性质，主要是系统误差和偶然误差两类。

一、系统误差

系统误差是指在分析过程中由于某些固定的原因所造成的误差。它的大小、正负是可测的。系统误差的特点是具有单向性和重现性，即平行测定结果系统地偏高或偏低。当重复进行测定时系统误差会重复出现。若能找出原因，并设法加以校正，系统误差即可消除，因此也可称为可测误差。系统误差可分为以下几种。

1. 方法误差

方法误差是由于分析方法本身缺陷而引起的误差。例如，在重量分析中由于沉淀溶解损失而产生的误差；在滴定分析中，化学反应不完全，指示剂选择不当，以及干扰离子的影响等原因而造成的误差。

2. 仪器误差

仪器误差主要是仪器本身缺陷所引起的，如天平、砝码、滴定管和容量器皿刻度不准或未校正等，在使用过程中就会使测定结果产生误差。

3. 试剂误差

试剂误差是由于试剂不纯或蒸馏水中含有微量杂质所引起的误差。

4. 操作误差

操作误差是指由于操作人员的操作不完全正确或主观原因造成的误差，如个人对颜色的敏感程度不同，在辨别滴定终点颜色时，偏深或偏浅，或者滴定管读数偏高或偏低等都会引起误差。

二、偶然误差

偶然误差是指在分析过程中由于某些偶然的原因造成的误差，是因一些偶然和意外的原因产生的，也叫随机误差或不确定误差。通常是环境条件和测量仪器的微小波动，如温度、湿度、风吹或电压波动等，是随机的不可控制的，使某次测量值异于正常值。偶然误差的特征是大小和正负都不定，是非单向性的，在操作中不能完全避免，只能采取一定措施使之减小。

除了上述两类误差外，往往还可能由于分析人员失误造成误差，如工作上的粗枝大叶、不遵守操作规程等，或器皿不干净、丢失试液、加错试剂、看错砝码、记录及计算错误等，这些都属于不应有的过失，会对实验结果带来严重的影响，必须注意避免。

三、误差的减少

从误差的分类和各种误差产生的原因看,分析人员需要花时间进行原理、方法和仪器操作的学习,加强分析练习、熟练操作技能,尽可能地减少系统误差和随机误差,才能提高分析结果的准确度。减免误差的主要方法如下。

(1) 选择适当的分析方法:了解不同方法的灵敏度和准确度,根据分析样品、分析目的及结果的要求,选择适当的分析方法,如提高仪器的精度。

(2) 减少测量误差:为保证分析结果的准确度,必须尽量减少各步的测量误差。通常化学分析中,测量的量主要是质量和体积。例如,分析天平的一次称量误差为0.1mg,每个数据都通过两次称量得到,两次的读数误差为 $2 \times 0.1 = 0.2$ (mg),若要使称量的相对误差小于1‰,则要求称样质量至少为200mg。

$$\text{相对误差} = \frac{2 \times 0.1 \text{ mg}}{W} \times 100\% \leq 0.1\%$$

式中:W表示称样品质量,单位为mg。

滴定分析中,滴定管的读数误差为0.01mL,每个数据都通过两次滴定得到,两次的读数误差为 $2 \times 0.01 = 0.02$ (mL),若要使测量的体积相对误差小于1‰,则要求消耗的溶液体积至少为20mL。

$$\text{相对误差} = \frac{2 \times 0.01 \text{ mL}}{V} \times 100\% \leq 0.1\%$$

式中:V表示滴定消耗体积,单位为mL。

一般分析天平的称样量要适当大一些,要大于0.2g,滴定消耗的标准液要大于20mL。

(3) 系统误差可以采用一些校正的办法和制定标准规程的办法加以校正,使之接近消除。例如,选用公认的标准方法与所采用的方法进行比较,从而找出校正数据。

a. 与经典方法进行比较。用标准方法和所选方法同时测定某一试样,测定结果做统计检验,判断有无系统误差。

b. 校准仪器。对砝码、移液管、酸度计等进行校准,消除仪器引起的系统误差。

c. 对照试验。选用组成与试样相近的标准试样,在相同条件下进行测定,测定结果与标准值对照,判断有无系统误差。进行对照试验是用来检验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(或标准溶液),按同样方法进行分析测定,并与所测试样对照;也可用不同的分析方法,或者由不同单位的化验人员分析同一试样来互相对照。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”规则,说明操作与仪器均符合要求,试样的分析结果是可靠的。

d. 回收试验。称取等量试样两份,在其中一份试样中加入已知量的待测组分,平行进行两份试样测定,由加入被测组分量是否定量回收,判断有无系统误差。

$$\text{回收率} = \frac{\text{加入后测得量} - \text{加入前测得量}}{\text{加入量}} \times 100\%$$

回收率一般应在95%~105%,但对于一些高灵敏的仪器,由于检测限低回收率最佳范

围可在 80% ~ 105%，一般可在 60% ~ 120%。

e. 空白试验。在不加试样的情况下，按试样分析步骤和条件进行分析实验，所得结果为空白值，从试样测定结果中扣除即可以消除试剂、蒸馏水和容器引入的杂质。

(4) 消除方法误差：定期对砝码、天平等仪器进行校正，可消除仪器误差；作空白试验，可消除试剂误差。在消除系统误差的情况下，平行测定的次数越多，则测定的平均值越接近真实值，因此适当增加测定次数，取其平均值，可以减少偶然误差。偶然误差的大小可由精密度表现出来，精密度越高，偶然误差越小，反之，偶然误差越大。

第三节 准确度与精密度

一、准确度

准确度是指测得的数值与真实值的符合程度。准确度是由系统误差决定的，系统误差越小，表示分析结果越准确，即准确度越高，就越接近真实值。准确度可用绝对误差和相对误差来表示。

绝对误差为测得值与真实值之差，相对误差为绝对误差在真实值中所占的百分率。绝对误差与相对误差有正值与负值，正值表示偏高，负值表示偏低。

$$\text{绝对误差} = \text{测得值} - \text{真实值}$$

例：用天平称得某物质量为 2.187 5g，已知它的真实质量是 2.187 6g，绝对误差为： $2.187 5 - 2.187 6 = -0.000 1\text{g}$ 。

绝对误差不能反映这个差值在测定结果中所占的比例。分析工作中，常用相对误差来表示分析结果的准确度。相对误差是绝对误差在真实值中所占的百分比，即有用的误差衡量标准是相对误差。

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\%$$

例：分析样品时，称得甲样品重 0.187 5g，而甲样品的真实值为 0.187 6g；乙样品重 2.187 5g，而乙样品的真实值为 2.187 6g。

两者的绝对误差分别为：

$$0.187 5 - 0.187 6 = -0.000 1\text{g}$$

$$2.187 5 - 2.187 6 = -0.000 1\text{g}$$

两者的相对误差分别为：

$$\frac{0.187 5 - 0.187 6}{0.187 6} \times 100\% = 0.05\%$$

$$\frac{2.187 5 - 2.187 6}{2.187 6} \times 100\% = 0.005\%$$

从例中可看出，乙样品比甲样品质量重 2g，两者的绝对误差相等，但相对误差相差 10 倍。也就是说，同样的绝对误差，当被测定的质量较大时，相对误差就比较小，测定的准确度就比较高。因此，用相对误差来表示各种情况下测定结果的准确度更为确切一些。绝对误差和相对误差都有正值和负值。正值表示实验结果偏高，负值表示实验结果偏低。

选择分析方法时，为了便于比较，通常用相对误差表示准确度。某一分析方法的准确度可通过测定标准试样的误差，或做回收试验计算回收率来判断。在回收试验中，加入已知量的标准物的样品称为加标样品，未加标准物质的样品称为未知样品。在相同条件下用同种方法对加标样品和未知样品进行预处理和测定，按下列公式计算加入标准物质的回收率：

$$p\% = \frac{x_1 - x_0}{m} \times 100\%$$

式中， $p\%$ 表示加入标准物质的回收率； m 表示加入标准物质的量； x_1 表示加标样品的测定值； x_0 表示未知样品的测定值。

二、精密度与偏差

精密度是一个衡量实验重复性的参数，对一样品进行多次重复测定时各测定值相互接近的程度，表示每次测定值与平均值的偏离程度。在实际工作中，真实值往往是未知的，可以用偏差的大小来衡量测定结果的好坏。偏差是指测定值与测定的平均值之差，它可以用来衡量测定结果的精密度。偏差越小，说明测定的精密度越高。偶然误差影响分析结果的精密度。

1. 绝对偏差

单次测量值与平均值之差称为绝对偏差。绝对偏差越大，精密度越低。若令 \bar{x} 代表一组平行测定的平均值，则单个测量值 x_i 的绝对偏差为 $d = x_i - \bar{x}$ ， d 值有正有负。

2. 相对平均偏差

各单个偏差绝对值的平均值称为平均偏差，它是代表一组测量值中任意数值的偏差。

平均偏差不计正负，即 $\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n}$

相对平均偏差是指一组数据中，各数据与平均值的差的绝对值的平均值与这组数据平

均值的比，即 $\frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}| / n}{\bar{x}} \times 100\%$

3. 标准偏差

标准偏差是分析数据精密度时最好、最常用的统计学分析方法。标准偏差能衡量实验值的分散程度以及各个数值之间的接近程度。样品标准偏差常用 SD 来表示，采用下式计算：

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n}}$$

式中， \bar{x} 表示多次测定值的算数平均值（代替真实值 μ ）， n 表示样品总数。

如果重复测定的次数少 (≤ 30), n 将用 $(n-1)$ 代替, 并用下式计算标准偏差:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

4. 相对标准偏差

相对标准偏差 (RSD) 是指标准偏差与计算结果算术平均值的比值, 也称变异系数 (C_v), 即 $RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$ 。

三、准确度与精密度的关系

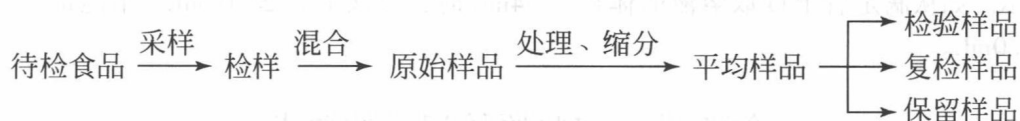
(1) 准确度反映了测量结果的正确性, 精密度反映了测量结果的重现性。

(2) 精密度好坏是衡量准确度高低的的前提。精密度好, 准确度不一定高, 精密度差, 所得结果可信度差。

第四节 样品采集及称量的一般方法

一、样品的采集和保存

1. 采样的一般程序



(1) 检样: 先确定采样点数, 由整批待检食品的各个部分分别采取的少量样品称为检样。

(2) 原始样品: 把许多份检样混合在一起, 构成能代表该批食品的原始样品。

(3) 平均样品: 将原始样品经过处理, 按一定的方法和程序抽取一部分作为最后的检测材料。

(4) 检验样品: 由平均样品中分出, 用于全部项目检验用的样品。

(5) 复检样品: 对检验结果有争议或分歧时, 可根据具体情况进行复检。

(6) 保留样品: 对某些样品, 需封存保留一段时间, 以备再次验证。

2. 采样的一般方法

(1) 样品的采集可分随机抽样和代表性取样两种方法。

(2) 随机抽样, 即按照随机原则, 从大批物料中抽取部分样品。

(3) 代表性取样, 是用系统抽样法进行采样, 采集的样品能代表其相应部分的组成和质量。

(4) 固体样品或半固体样品 (稠状, 如稀奶油、动物油脂、果酱等): 由每批食品上、