

Food

A Series of Food Science
& Technology Textbooks

食品科技
系列

普通高等教育“十三五”规划教材



食品化学与 分析实验

严奉伟 丁保淼 主编



化学工业出版社

Food

A Series of Food Science
& Technology Textbooks

食品科技
系列

普通高等教育“十三五”规划教材

食品化学与 分析实验

藏书

严奉伟 丁保淼 主编



化学工业出版社

·北京·

本书系统阐述了食品化学及分析的相关要求、实验技术、数据处理等方面的内容。既阐述理论性内容,又总结实践经验,且兼顾近年来在食品化学及分析领域中的一些新方法、新技术。全书共分为9章,第1章介绍了对样品的预处理、实验方法的选择、数据的处理,以及常用的数据处理软件,另外,还介绍了在数据处理时常用的几种现代智能算法;第2章至第9章分别介绍了食品主要成分分析、食品物性测定与感官评定、食品功能成分分析与评价、食品成分的重要性质研究、食品贮藏加工中的化学变化、食品安全检测、食品掺假检验,以及探索性综合检测技术和方法。

本书可作为食品科学与工程专业、食品质量与安全专业、食品营养专业等各相关专业的实验教材,也可供食品企业、食品质量与安全管理部门、食品安全检测机构等的从业人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

食品化学与分析实验/严奉伟,丁保森主编. —北京:
化学工业出版社, 2016. 12
普通高等教育“十三五”规划教材
ISBN 978-7-122-28393-1

I. ①食… II. ①严… ②丁… III. ①食品化学-
实验-高等学校-教材 ②食品分析-实验-高等学校-教材
IV. ①TS201. 2-33 ②TS207. 3-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2016)第259782号

责任编辑:魏巍 甘九林 赵玉清
责任校对:王素芹

文字编辑:周 侗
装帧设计:关 飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印 装:高教社(天津)印务有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张11 字数265千字 2017年1月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:28.00元

版权所有 违者必究

前言

随着社会的发展,人类工业化进程的推进和人们生活节奏的加快,食品工业化和商品化的程度越来越高。对于食品质量进行科学系统地评价已经成为必须,食品分析检测手段是实现这种评价的基础。

食品化学及分析是检测和评价食品组分、食品品质、食品变化、食品安全等方面的一门学科。它以化学、物理学、营养学、现代仪器学等学科的知识为基础,对食品质量进行检验,涉及的内容广泛,分析的对象十分庞杂,分析的方法和手段更是各种各样。

本书的编写宗旨是内容易于理解、流程易于实现、方法便于操作,同时兼顾知识的系统性、合理性和新颖性,以锻炼学生的基本实验操作为起步线,重点培养学生的动手能力、实验技巧和对问题的发现、分析、解决的能力。

本书参考了国内外众多高校教材和国家标准的相关资料,结合当前教学实际,根据课程性质和激发学生学习兴趣、综合应用知识能力的培养等要求编写而成。教材定位于食品类专业应用型本科教学,坚持科学性、先进性和适用性的原则。

本书结合实际工作的需求,共分为9章,内容主要包括了样品准备和实验数据处理、食品主要成分分析、食品物性测定与感官评定、食品功能成分分析与评价、食品成分的重要性质研究、食品贮藏加工中的化学变化、食品安全检测、食品掺假检验,以及为锻炼学生综合能力而设计的探索性综合实验。具体地介绍了食品化学、食品分析中一系列基础性实验。在内容上充分贯彻了最新国家标准。

本书可作为高等院校食品科学与工程、食品质量与安全、食品营养等相关专业的食品化学、食品分析等理论课的配套教材,也可作为食品企业、食品检验、食品质量监督等企事业单位相关从业人员的参考用书。

本书在编写过程中得到了长江大学生命科学学院、长江大学教务处的支持和帮助,也得到了长江大学生命科学学院江洪波、苏东晓及食品科学与工程系、食品质量与安全系全体老师的帮助,同时也包含着化学工业出版社编辑的辛勤工作,在此向他们表示感谢。

限于编者的水平及时间所限,书中难免有纰漏之处,敬请读者批评指正,在此表示衷心的感谢!

编者

2016年3月

目 录

第一章 样品准备和实验数据处理 / 1

一、样品的制备和预处理	1
二、实验方法的分类及选择原则	5
三、实验设计和数据处理	6

第二章 食品主要成分分析 / 16

实验 2-1 滴定法测定食品中的总酸含量	16
实验 2-2 直接滴定法测定还原糖含量	17
实验 2-3 果葡糖浆中果糖含量的测定	19
实验 2-4 碘显色法测定淀粉的含量	21
实验 2-5 方便食品中淀粉 α 化程度的测定	23
实验 2-6 茚三酮法测定氨基酸总量	25
实验 2-7 微量凯氏定氮法测定食品中的蛋白质含量	26
实验 2-8 索氏提取法测定食品中粗脂肪的含量	30
实验 2-9 2,6-二氯酚滴定法测定果蔬中维生素 C 的含量	32
实验 2-10 分光光度法测定叶绿素的含量	34
实验 2-11 稻米直链淀粉含量的测定	35
实验 2-12 酸碱处理法测定食品中粗纤维的含量	37
实验 2-13 食品中灰分的测定	39
实验 2-14 蔗糖酶活力的测定	42
实验 2-15 EDTA 法测定食品中钙的含量	44
实验 2-16 邻二氮菲比色法测定食品中的铁含量	46

第三章 食品物性测定与感官评定 / 49

实验 3-1 pH 对明胶凝胶形成的影响	49
实验 3-2 红曲色素色价的测定	51
实验 3-3 豆类淀粉和薯类淀粉的老化——粉丝的制备与质量的感官评价	52
实验 3-4 基本味觉辨别实验	53
实验 3-5 嗅觉辨别实验	56
实验 3-6 三点检验法	59

第四章 食品功能成分分析与评价 / 61

实验 4-1	大豆低聚糖中水苏糖和棉子糖的检测	61
实验 4-2	食品中游离赖氨酸含量的测定	62
实验 4-3	海水鱼中功能性油脂成分 EPA 和 DHA 的检测	64
实验 4-4	HPLC 法测定 β -胡萝卜素的含量	65
实验 4-5	植物组织中总黄酮类化合物含量的测定	66
实验 4-6	黄酮类化合物的 HPLC 法测定	68
实验 4-7	多酚总量的测定——酒石酸铁法	69
实验 4-8	比色法测定单宁的含量	70
实验 4-9	EDTA- Na_2 络合滴定法测定单宁含量	72
实验 4-10	高锰酸钾滴定法测定单宁含量	73

第五章 食品成分及其重要性质研究 / 75

实验 5-1	食品水分活度的测定——直接测定法	75
实验 5-2	蛋白质功能性质的测定	77
实验 5-3	淀粉的糊化温度测定	79
实验 5-4	柑橘皮天然果胶的制备、测定及应用	80
实验 5-5	蛋白质的盐析和透析	83
实验 5-6	从牛奶中分离乳脂、酪蛋白和乳糖	84
实验 5-7	从番茄中提取番茄红素和 β -胡萝卜素	86
实验 5-8	茶叶中咖啡因的提取、分离和鉴定	88
实验 5-9	卵磷脂的提取、纯化和鉴定	89

第六章 食品贮藏加工中的化学变化 / 91

实验 6-1	非酶褐变、褐变程度的测定	91
实验 6-2	玉米淀粉的糖化程度对其甜度、黏度的影响	92
实验 6-3	油脂过氧化值及酸价的测定（滴定法）	95
实验 6-4	猪肉肌红蛋白颜色变化影响因素分析	97
实验 6-5	食品香气形成实例	99
实验 6-6	热处理温度对果汁中维生素 C 的影响	100
实验 6-7	高甲氧基果胶酯化度的测定	103
实验 6-8	葡萄皮中花青素的测定及稳定性研究	104
实验 6-9	酶的底物专一性	106
实验 6-10	紫外分光光度法测定啤酒中双乙酰的含量	108
实验 6-11	食品胶体	109
实验 6-12	酵母蔗糖酶的提取及分离纯化	112

实验 6-13	茶叶多酚类氧化产物的快速测定	114
实验 6-14	水产品中组胺的检测	116

第七章 食品安全检测 / 119

实验 7-1	食品中防腐剂苯甲酸的提取分离与光谱法测定	119
实验 7-2	亚硝酸盐测定(盐酸萘乙二胺法)	120
实验 7-3	品红亚硫酸比色法测定白酒中甲醇的含量	122
实验 7-4	银盐比色法测定食品中总砷的含量	124
实验 7-5	双硫脲比色法测定食品中的铅	127
实验 7-6	冷原子吸收法测定食品中的汞	130
实验 7-7	比色法测定食品中镉的含量	134
实验 7-8	薄层色谱法检测红辣椒粉中苏丹红 I 号的含量	136
实验 7-9	面粉中吊白块的检测	138
实验 7-10	分光光度法检测水发食品中甲醛的含量	140
实验 7-11	酱油中 3-氯-1,2-丙二醇含量的 GC 法测定	142
实验 7-12	牛奶中雌三醇、雌二醇和雌酮残留的 HPLC 分析	144
实验 7-13	牛奶中罗红霉素残留的紫外分光光度法测定	146
实验 7-14	气相色谱法测定食品中有机磷农药残留量	147

第八章 食品掺假检验 / 150

实验 8-1	原料乳与乳制品中三聚氰胺的 HPLC 检测	150
实验 8-2	牛奶及奶粉掺假检测	152
实验 8-3	蜂蜜掺假检测	155
实验 8-4	饼干中喷涂矿物油的检测	158

第九章 探索性综合实验 / 159

实验 9-1	热烫处理对过氧化物酶活力以及对色泽、维生素 C 保存的影响	159
实验 9-2	曲奇饼干配方对其质构和口感的影响	162
实验 9-3	添加剂及加工工艺对肉制品肌肉蛋白质保水能力和嫩度的影响	164
实验 9-4	外界因素对酶活力的影响——用正交实验确定几种因素 对酶活力的影响	167

参考文献 / 170

一、样品的制备和预处理

采集的原始样品一般不能直接分析，须先制备成样品溶液。样品没有统一的前处理方法，必须根据样品的种类、待测项目、测试目的及分析方法等几方面制订具体的预处理方案。如果样品的预处理不恰当，那么再好的分析技术也不可能得到正确的数据，而且会给测定结果带来重大失误，甚至造成判断错误。因此，样品的预处理是关系到检验成败的关键步骤。样品的预处理方法很多，具体运用时，往往采用几种方法配合使用，以期收到较好的效果。

（一）样品制备

样品制备的目的是保证分析试样十分均匀，并去掉检验样品中的杂质和不值得分析的部分。有时候，整个平均样品是在被制备后才被分为检验、复检和保留样品的，这样三者的差异更小。例如干燥固体样品常应该这样做。正确选择制样工作的开始阶段可使制出的分析样品具有更高的代表性和精度。

液体样品的制备只需搅匀或摇匀。固体样品的制备稍复杂，并且各不相同。一般地，粮谷、茶叶等干燥固体样品反复被粉碎，每粉碎一遍过一次筛，直到样品全部通过 20 目筛；肉食样品按肥瘦比例、器官和组织部位先取分量，将各分量切碎后混合，然后用绞肉机反复绞 3 遍；水产、禽类制样时，将样品个体先各取半只，切除非食用部分，将可食用部分用绞肉机反复绞碎；罐头食品制样时，将罐头打开，固体和汤汁分别称重，小心去除固体中的不可食用部分（如骨头）后再称重，按可食固体和液体的质量比各取一定量，混合后于捣碎机内捣碎；水果、蔬菜先经清洗，洗净后除去表面附着的水分，除去非食用部分（如卷心菜的外叶、洋葱的根部和顶部、水果的柄和核），可食部分沿纵轴剖开，四分法缩分到体积较小后，混合不同个体的缩分样，于捣碎机内捣碎；核果经去壳、仁，再经粉碎后，四分法缩分到适当量。

样品经制备后，应当立即进行分析。有时候，仅经上述制备后的样品还不能直接用于分析。这是因为食物成分很复杂，经常有被测成分的分析可能受到样品中其他物质严重干扰的情况。如果遇到这种情况，就要对样品做进一步的预处理。

（二）常见的预处理方法

1. 粉碎

粉碎是将块状或大颗粒样品细化的过程，目的是增大样品表面积，有利于待测组分的提取。

2. 有机物破坏法

在进行食品矿物质成分含量分析时，尤其是进行微量元素分析时，由于这些成分可能与食品中的蛋白质或有机酸结合牢固，严重干扰分析结果的精密度和准确性。破除这种干扰的常用方法就是在不损失矿物质的前提下全盘破坏有机质。有机物破坏法分为以下两类。

(1) 干法（又称灰化法）

先将称量后的样品置于坩埚中，于普通电炉上小心炭化（除去水分和黑烟），然后将坩埚转入高温炉于 $500\sim 600^{\circ}\text{C}$ 灰化，如不能灰化彻底，取出放冷后，加入少许硝酸或双氧水润湿残渣，小心蒸干后再转入高温炉灰化，直至灰化完全。取出冷却后用稀盐酸溶解，过滤后滤液供测定用。此法设备简单、操作容易、破坏彻底、使用试剂少，适用于毫克至克数量级的食品样品的处理，可用于除砷、汞、铋、铅等以外的金属元素的测定，是实验室中最常用的分解方法之一。但是在实际使用时还有许多因素需要考虑，包括灰化温度、灰化时间、容器的清洗、添加助灰化剂、坩埚可能存在的瓷效应问题等。

(2) 湿法（又称消化法）

取样品适量，在加热条件下用强氧化剂如 H_2SO_4 、 HNO_3 、 HClO_4 、 H_2O_2 、 KMnO_4 等分解有机物，这个过程称为无机化或消化。用酸分解样品时，最终使样品呈无色或淡黄色液态，故又称为湿式消化法。本法优点是使用的分解温度低于干法，因此减少了金属元素的挥散损失，应用范围较为广泛。但在消化过程中产生大量酸雾以及氮、硫的氧化物等刺激性气体，具有强烈的腐蚀性，对人体有毒害作用，故需有良好的全塑管道的通风设备。

根据所用的氧化剂，湿法又分为以下几类。

① $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HNO}_3$ 法 将样品置于凯氏烧瓶中，加入适量浓 H_2SO_4 （一般为数毫升），小心混匀，然后在电炉上用小火使样品溶化，再加适量浓 HNO_3 ，渐渐加强火力，保持微沸状态。如在继续加热微沸的过程中发现瓶内溶液的颜色变深或无棕色气体时，说明 HNO_3 已不足，样品炭化，则此时须立即停止加热，待瓶温适度下降后再补加数毫升 HNO_3 ，继续加热保持微沸，如此反复操作直至瓶内溶液变为无色或微黄色时，继续加热至冒出 SO_3 的白烟。自然冷却至常温后，加水 20mL，煮沸除去残留在溶液中的 HNO_3 和氮氧化物，直至再次冒出 SO_3 的白烟。冷却后将消解液小心加水稀释，转入容量瓶中，凯氏烧瓶须用水洗涤几遍，洗涤液并入容量瓶，加水定容后供测定用。

② $\text{HClO}_4\text{-HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$ 法 基本同 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HNO}_3$ 法操作，不同点在于：中途反复加入的是 HNO_3 和 HClO_4 （3：1）的混合液。

③ HClO_4 （或 H_2O_2 ）- H_2SO_4 法 在盛有样品的凯氏烧瓶中加入浓 H_2SO_4 适量，加热消化至淡棕色时放冷，加入数毫升 HClO_4 （或 H_2O_2 ），再加热消化。如此反复操作直至消解完全时，冷却到室温，用水无损失地转移到容量瓶中，用水定容后供测试用。

④ $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ 法 在盛有样品的凯氏烧瓶中加入数毫升浓 HNO_3 ，小心加热至剧烈反应停止后，继续加热至干，适当冷却后加入 20mL HNO_3 和 HClO_4 （1：1）的混合液缓缓加热，继续反复补加 HNO_3 和 HClO_4 混合液，直至瓶中有有机物完全消解时，小心继续加热至干。加入适量稀 HCl 溶解，用水无损失地转移到容量瓶中，定容后供测试用。

3. 溶剂提取法

使用无机或有机溶剂如水、稀酸、稀碱、乙醇等，从样品中提取被测物或干扰物，是

常用的样品处理方法。

提取法的原理是溶质在互不相溶的介质中的扩散分配。将溶剂加入样品中，经过充分混合，溶质从样品中不断扩散进入溶剂，直到扩散分配达到平衡。平衡时，溶质在原介质和溶剂中的浓度比称为分配系数（ K ），它是一次提取所能达到的分离效果的主要影响因素之一，也是选择溶剂的关键参数。经过一次提取达到平衡并将溶剂分出后，又可另加新溶剂进行第2次提取。如此反复，直到溶质都转移到溶剂中。为了提高提取效率和节约溶剂，应采用“少量多次”的原则，即每次少量加入溶剂和多次提取。经 n 次等溶剂量提取后，溶质在原介质中的保留量（ w_r ）理论上可用式（1-1）表示。

$$w_r = w_0 \left(\frac{V_w}{KV_0 + V_w} \right)^n \quad (1-1)$$

式中 w_0 ——样品中溶质的起始含量；

K ——分配系数；

V_w ——提取所用的样品量（体积）；

V_0 ——一次提取所用的溶剂量（体积）。

从式（1-1）中可以看出，随着 n 的增大， w_r 将迅速减小。如果 V_w 为 100mL， K 为 50， V_0 为 25mL， n 为 4 次，则 $w_r/w_0 = 1.9 \times 10^{-4}$ 。即经过 4 次提取后，溶质在原样品中的保留量与起始量之比已小到 1.9×10^{-4} 。而要经过一次提取就达到相同的效果，则需 10440mL 的溶剂。

选择的溶剂对被测物和干扰物的溶解度尽可能有大的差异，同时溶剂应易于与原介质分离，以及尽量不产生泡沫。

4. 蒸馏法

利用物质间汽化温度的差异性，通过蒸馏将它们分离是一种应用相当广泛的方法。样品中的各成分在一定的温度下，汽化温度低的物质，绝大部分变成蒸气而被馏出，汽化温度高的物质，则大部分仍留在原液中，经多次蒸馏从而可将样液中的某成分分离为纯物质。如果所处理的物质耐高温，可采用简单蒸馏或分馏的方法；如果所处理的物质不耐高温，可采用减压蒸馏或水蒸气蒸馏的方法。

5. 沉析法

通常用沉析法分离溶液中的蛋白质、多糖等杂质。常见的方法有盐析、有机溶剂沉析和等电点沉析 3 种。

① 盐析 在含有蛋白质的液体分散系中加入一定量 NaCl 或 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 可将蛋白质沉析出来。

② 有机溶剂沉析 这种方法可用于蛋白质和多糖的沉析。在含有蛋白质和/或多糖的液体分散系中加入适量乙醇、丙酮等有机溶剂，可降低介质的极性和介电常数，从而降低蛋白质和/或多糖的溶解度，从而使蛋白质和/或多糖沉析下来。

③ 等电点沉析 蛋白质的荷电状况与介质的 pH 密切相关，当 pH 达到蛋白质的等电点 pI 时，蛋白质就可能因失去电荷而沉析。

6. 透析法

透析膜允许小分子透过，截留大分子物质。将样品装入具有适当截留分子量的透析袋中，并扎紧袋口悬于盛有适当溶液的烧杯中，不断搅拌烧杯中的溶液，以加速小分子的扩散，促进透析，待小分子达到扩散平衡后，将透析袋转入另一份同样的溶液中继续透析，

如此反复透析多遍，直到小分子全部转移到透析液中，合并透析液。根据需要选择透析液和透析袋中的残留物。

7. 色谱法

色谱法是一组相关分离方法的总称。这些方法都包括固定相和流动相两个相。固定相通常是表面积很大的多孔性固体或涂在固体表面上的高黏度的涂层；流动相通常是液体或气体。当流动相带着样品流过固定相时，由于样品中各物质在两相间分配的差异性，经过多次分配达到分离的目的。

在色谱过程中，不同物质在固定相和流动相中分配的差异性可能来自两相对这些物质的物理吸附力、化学吸附力、溶解度、离子配对键合力、扩散阻力等的不同，由此可将色谱法分为吸附、分配、离子交换和凝胶排阻色谱法。根据固定相的形状不同，可将色谱法分为柱、纸、薄层和凝胶色谱法。根据流动相的物态不同，可将色谱法分为气相和液相色谱。

(1) 柱色谱

柱色谱常用的固定相有硅胶、氧化铝细粉、大孔树脂、离子交换树脂和多糖凝胶等。将样品溶解在一定的溶液中，再小心加到柱床上方，打开阀门让样品液进入床体，然后以一定的洗脱液、适当的流速洗脱，利用分步收集器收集流出液，将被测组分所在的流出液合并，并用于测定。

柱色谱的结果受多种因素的影响，主要因素包括所用的固定相、洗脱液极性或其 pH 和离子强度、相对于样品量的柱径和柱长、洗脱的速率等。

(2) 薄层色谱

薄层色谱是将固定相铺在玻璃板或塑胶板上形成薄层，让展开剂（流动相）带着样品由板的一端向另一端扩散。在扩散中，由于样品中的物质在两相间的分配情况不同，经过多次差别分配达到分离的目的。固定相常用硅胶和氧化铝。硅胶略带酸性，适用于酸性和中性物质分离；氧化铝略带碱性，适用于碱性和中性物质分离。它们的吸附活性又都可用活化处理和掺入不同比例的硅藻土来调节，以适应不同样品中物质最佳分离所需的吸附活性。薄层色谱效果与展开剂有直接关系，当展开剂极性大时，样品中极性大的组分跑得快，极性小的组分跑得慢；展开剂极性小时，样品中极性小的组分跑得快，极性大的组分跑得慢。为了使样品中各组分更好分开，常采用复合展开剂。

薄层色谱操作简单、设备便宜、速度快、使用样品少、灵敏度较高、可单相和双相展开、分离后可用薄层扫描仪直接定量分析，但它的分辨率低，重复性不很好，有时清晰显迹有较大难度、定量分析误差较大。

(3) 气相色谱

气相色谱中的流动相一般为 N_2 、Ar、He、 CO_2 等，称载气。固定相为多孔固体或附着在固体表面的高黏液体，如活性炭、氧化铝、硅胶、分子筛和高分子多孔小球，以及十八烷、角鲨烷、甲基聚硅氧烷类、甲基苯基聚硅氧烷类、聚乙二醇类等。用多孔固体或表面附着有高黏液体的多孔固体填充在相对较粗和较短的柱子中形成的气谱柱称填充柱，其分辨率相对较差。由高黏液体涂覆在很长的毛细管内壁上形成的气谱柱称空心毛细管柱，其分辨率相对较高。

气相色谱制备气样的方法常为顶空收集法，将样品装在一密闭容器中，容器中留有顶隙，经过一段时间的扩散，顶隙气被收集使用。制备液样的方法犹如制备一般溶液，但要

注意使用的溶剂不得干扰样品成分在进行色谱时的分离。溶液形式的样品进入柱子前需先在汽化室里汽化，然后才能进入色谱柱。汽化室的温度不得高于样品中被测组分的热解温度。

汽化后的样品在柱内随载气流动，样品中的组分在过柱的途中不断在固定相和流动相间反复（数千次）分配，于是样品中的不同组分便因差别分配而被彼此分离，在不同时间流出色谱柱。

（4）高效液相色谱

高效液相色谱柱的固定相一般是固体或液体，流动相为液体。由于一般固定相密度很大，因此流动相的流动阻力也很大，需要很高的压力推动，流动相才能较快过柱。通过流动相的流动，样品中各组分根据在固定相和流动相中分配差异，反复分配后，实现各组分的分离。

高效液相色谱是分离和分析使用最广的色谱法，它灵敏度高、分离效能高、速度快、选择性高、样品不需受热汽化，所以是最有用、最高级的色谱法。

二、实验方法的分类及选择原则

在进行食品化学与分析实验时，需要根据分析目的、实验室现有条件等选择分析方法。分析方法选择得当，才能以所需的速度和精度获得所需的数据。否则分析结果难以满足需要，甚至劳而无功。

（一）分析方法分类

根据对标准的性质分，可分为标准方法和非标准方法。

标准方法是指国际、区域、国家发布的经过严格认证的和公认的方法，如：ISO（国际标准化组织）、AOAC（美国官方分析化学家协会）、FDA、GB、SN、QB、地方标准实验室方法等。标准方法包括参考方法和公定方法。参考方法是指适用于特殊待验目标的经过国际或国家公认的方法。标准方法也分为国际食品标准和国家食品标准。

标准方法是一种技术规范，它明确规定产品的品质、尺寸、成分等特性，以及试验方法、标示、包装等，食品质量检测体系的标准化是保证食品安全的关键。

非标准方法，是指标准方法中未包含的、需要确认后才能采用的方法。非标准方法种类主要包括：①实验室研发的未出版的方法；②由知名技术组织或有关科学文献和期刊公布的，或由设备生产厂家指定的；③扩充或修改过的标准方法；④企业标准；⑤部分地方标准。

根据分析中获得关键数据所主要使用的仪器和工具，分析方法主要分为容量分析、重量分析和仪器分析。前两类方法所需设备简单，速度较慢，结果较准确，适应一般小型实验室使用。后一类方法需要使用专门的分析仪器，速度一般高于前两种方法，灵敏度高，通常需用前两种方法校准，分析结果也准确，但要求分析者熟练掌握大型精密仪器的操作过程。因此使用大型精密分析仪器的分析主要适用于专门的分析机构。高等学校学生应较充分地掌握前两种方法，同时掌握一部分常用的仪器分析方法。

根据对方法本身误差的认识，分析方法又被分为：决定性方法、常规方法、参考方法。

① 决定性方法 此类方法的准确度最高，系统误差最小，需要高精度的仪器和设备、高纯试剂和训练有素的技术人员进行操作。决定性方法用于发展及评价参考方法和标准品，通常不直接用于常规分析。

② 常规方法 即日常工作中使用的方法。这类方法应有足够的精密度、准确度、特异性和适当的分析范围等性能指标。

③ 参考方法 此类方法已用决定性方法鉴定为可靠，或虽未被鉴定但暂时被公认可靠，并已证明其有适当的灵敏度、特异性、重现性、直线性和较宽的测定范围。参考方法的实用性在于评价常规方法，决定常规方法是否可被接受，新型分析仪器及配套试剂的质量也必须用参考方法进行评价。

(二) 分析方法的选择原则

通常按食品检验的目的可将其分为3类，即筛选性检验、常规分析检验和确证性检验。不同的实验目的对实验结果的要求不同，因而对分析方法的准确度和精密度要求也不相同。一般地，筛选性检验对分析方法只要求具有半定量和一定的定性能力；常规分析检验要求方法具有准确的定性、定量能力；而确证性检验则要求准确度很高。

原则上选出准确、稳定、简便、快速、经济的方法，可按下列步骤进行。

① 根据被分析对象考虑待测物的含量范围、含有哪些杂质和它们可能对测定的干扰，提出所需分析方法的选择性要求。

② 根据分析任务提出对分析方法速度、精密度、准确度的要求。

③ 根据本实验室的设备、分析仪器、标准参考物质等装备情况考虑最可能选用的方法。

④ 综合以上要求和考虑，详细查阅资料、文献，特别是查找别人在做类似研究时已用过的方法及其分析效果，初步确定何种方法为适宜。

⑤ 做一系列方法评价试验，考察方法误差的大小。若方法误差小于分析任务的允许误差范围，则方法可用，否则另选方法。

检验时必须做空白试验和平行试验。同一检验项目，如有两个或两个以上检验方法时，应根据不同条件选择使用。必须以国家标准(GB)方法的第一法为仲裁方法。

三、实验设计和数据处理

(一) 实验设计

食品检验实验设计时，要在考虑实验目的、检验对象、处理因素、客户要求等基本因素的基础上，进行搜集资料、整理资料和分析资料，再从样品信息推断是参数估计还是假设检验。实验设计要保证实验条件要具有代表性，实验结果具有可靠性和重复性。

1. 资料搜集

通过查阅文献资料，充分了解样品信息和方法信息，如待测组分的极性、酸碱性、溶解性、稳定性等理化特性，可能适用的提取分离方法、溶剂等，以及可能适用的测定方法、测定条件、标准物的选择等。

2. 测定方法确定

根据实验方法选择原则确定测定方法，并根据相关文献和具体条件，选择样品前处理

方法并进行预试验，确定样品处理各个具体步骤。根据样品的种类、待测项目、测试目的及分析方法等方面制定具体的预处理方案。样品预处理的效果是检验成败的关键步骤，具体运用时往往采用几种方法配合使用，以期收到较好的分离效果。

3. 分析方法的评价

通过验证分析方法的效能指标，如准确度、精密度、灵敏度，对分析方法的设计进行质量控制和评价。

(二) 数据处理

在一般食品分析中，通常以算术平均偏差或标准偏差表示数据的精密度。在数据处理时，通常会涉及以下几个概念。

(1) 有效数字

实际能测量到的数字。它表示了数字有效意义的准确程度。在分析数据记录、运算与报告时，要注意有效数字问题。报告的各位数字，除末位数外，都是准确已知的，末位数字又被称为可疑数字。

在数据处理中必须遵守下列基本规则：

① 记录数据时只保留一位可疑数字，结果报告中也只能保留一位可疑数字，不能列入无意义的数字。

② 可疑数字后面可根据四舍五入、奇进偶舍的原则进行修约。

③ 数据相加减时，各数所保留的小数点后的位数，应与所给各数中小数点后位数最少的相同，在乘除运算中各因子位数应以有效数字位数最少的为准。

④ 在计算平均值时，若为4个或超过4个数相平均时，则平均值的有效数字可增加一位。表示分析方法的准确度与精密度时大都取1~2位有效数字。

⑤ 对常量组分测定，一般要求分析结果为4位有效数字；对微量组分测定，一般要求分析结果为2位有效数字。

(2) 数据的取舍

在检测到的系列数据中，有时存在某一数值比较异常，较其他数值偏离很大，会影响平均值的准确性。对这类数据应慎重，不可为追求分析结果的一致性而故意舍弃。可通过重复试验进行核对，以确定其是偶然误差造成的还是事实如此。如果测定值在3个以上，应遵循Q检验法或t检验法取舍。

① Q检验法：当测定次数 $n=3\sim 10$ 时，根据所要求的置信度（如取95%）按以下步骤检验是否舍弃。

首先，将各数按递增顺序排列 X_1, X_2, \dots, X_n ；

然后，求出 $Q=(X_n - X_{n-1})/(X_n - X_1)$ 或 $(X_2 - X_1)/(X_n - X_1)$ ；

最后，比较Q与 $Q_{0.95}$ ，若 $Q > Q_{0.95}$ ，则弃去可疑值；若 $Q < Q_{0.95}$ ，则予以保留。

② t检验法：

$$t_i = |x - \bar{x}| / R$$

式中 x ——可疑值；

\bar{x} ——平均值；

R ——在几次测定中最大值与最小值之差。

根据所要求的置信度（如取90%），若 $t_i > t_{0.90}$ ，则弃去该值；若 $t_i < t_{0.90}$ ，则予以保留。

(三) 检测结果的误差及评价

1. 检测结果的误差

误差是指测定值与真实值之间的差别。根据误差的来源和性质可将其分为系统误差和偶然误差。

系统误差是在一定试验条件下，保持恒定或以可预知方式变化的测量误差。它可重复出现且向同一方向发生。系统误差主要来源于仪器误差、试剂误差、环境误差、方法误差及人员误差（如检验者读数的偏低、偏高等）。系统误差可以通过采取一定措施而消除或减免，但系统误差与测量次数无关，亦不能用增加测量次数的方法使其消除或减小。这种误差大小可测，所以又称“可测误差”。

偶然误差是由于未知的因素引起的，大小不一，或正或负。其产生的原因不固定，是由于试验过程中偶然的、暂不能控制的微小因素引起的，如实验过程中仪器故障、仪器本身的不稳定、温度变化、气压的偶然波动等。偶然误差不能修正，也不能完全消除，可通过严格控制试验条件、严格操作规程及增加平行测定次数来加以限制和减小。这种误差大小是不可测的，也称“不可测误差”。至于检测过程中由于粗心所造成的过失如读错、记错数据、样品损失等不属于误差范围。

2. 检测结果的评价

评价检测结果可靠性常用的指标是准确度与精密度。

准确度：指测定值与真实值的符合程度，常用误差来表示。它主要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。误差越小，测定的准确度越高。准确度由两种方法来表示，即绝对误差（测定值与真实值之间的差数）或相对误差（测定值与真实值的差数对真实值的百分数）。

精密度：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，反映了测定方法中存在的偶然误差的大小，表示各次测定值与平均值的偏离程度。在一般情况下，对某一未知样品的测定，实际上真实值是不易知道的，常用精密度来判断分析结果的好坏。分析结果的精密度，一般用算术平均值、算术平均偏差、相对误差、标准偏差和变异系数等来表示，最常用的是标准偏差和相对误差。

注意的是，准确度是反映真实性，说明结果好坏；精密度是反映重复性，说明测定方法稳定与否。精密度高，不一定准确度高；而准确度高一定需要精密度高。测定值的准确度和精密度如图 1-1 所示。图 1-1 中散点为测定值，圆心为真实值。

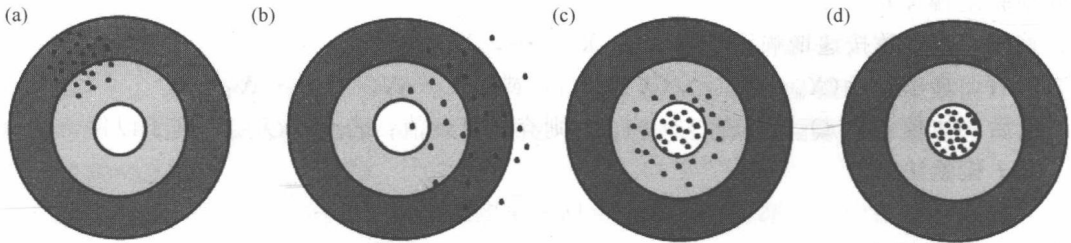


图 1-1 测定值与真实值的关系示意图

- (a) 图中显示测定值精密度高，但准确率低；(b) 图显示测定值准确度和精密度都低；
(c) 图显示测定值准确度高，但精密度低；(d) 图显示测定值准确度和精密度都高

灵敏度：指检验方法和仪器能测到的最低限度，一般用最小检出量或最低浓度来表示。

3. 减少或消除误差的方法

误差越小，测定结果才越准确可靠。通常减少或消除误差的措施有：

- ① 对测定所用各种试剂、仪器及器皿进行校正；
- ② 选取适宜的样品量；
- ③ 增加测定次数；
- ④ 做空白试验；
- ⑤ 做对照试验；
- ⑥ 做回收率试验；
- ⑦ 标准曲线的回归；
- ⑧ 选择用最合适的分析方法。

(四) 常用的数据处理工具介绍

在食品化学分析实验中，很多时候测定的直接数据并不是分析检测人员想要的最终结果，如分光光度法测定出的直接结果是吸光度，而通常分析检测人员更希望知道样品中该物质的浓度，这就需要进行一定的数据处理。当前用于数据处理的软件非常多，由于开发者背景不同，针对的对象各异，不同数据处理软件的功能性具有一定差异性。可用于食品分析数据与结果处理的软件有几十上百种，大多数都能够满足我们分析数据的要求，读者可以根据自己的需要和喜好进行选择，如 SPSS、SAS、SigamPlot 等。下面就在食品分析领域最为常用的 Microsoft Office Excel 和 Origin 进行简单介绍，读者若需要使用相关软件，则需进一步了解该软件的更多使用信息。

1. Microsoft Office Excel

Microsoft Office Excel 是电子表格软件，是微软公司开发的一款具有完成表格输入、统计、分析等多项功能的办公软件。它的基本职能是对数据进行记录、绘图、计算与分析。这里以 Microsoft Office Excel 2007 为例，图 1-2 为其工作界面。

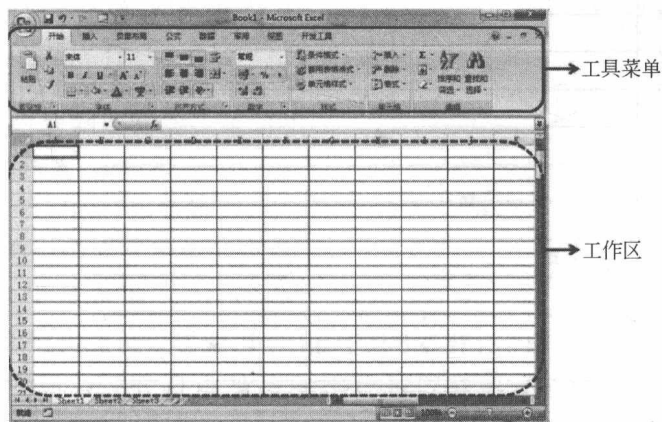


图 1-2 Microsoft Office Excel 2007 工作界面

Microsoft Office Excel 具有强大的绘图功能，以及使用者可以根据需要自己进行一定的程序编写进一步提高 Microsoft Office Excel 处理数据的能力。

以铁的标准曲线的绘制为例说明使用 Microsoft Office Excel 作图的步骤，步骤如下。

① 将铁标准的浓度及其吸光度分别以列（或行）输入工作区的表格，如图 1-3 所示。

② 将输入数据选定，选定的区域会显示为灰色，如图 1-4 所示。

	A	B
1	c/($\mu\text{g/ml}$)	A
2	0	0
3	0.8	0.158
4	1.6	0.308
5	2.4	0.468
6	3.2	0.622
7	4	0.767
8		

图 1-3 铁标准的浓度和吸光度
(其中 A 列为浓度，B 列为吸光度)

	A	B
1	c/($\mu\text{g/ml}$)	A
2	0	0
3	0.8	0.158
4	1.6	0.308
5	2.4	0.468
6	3.2	0.622
7	4	0.767
8		

图 1-4 数据选定

③ 选定工具栏——插入——图表——散点——散点图中第一个选项，如图 1-5 所示。

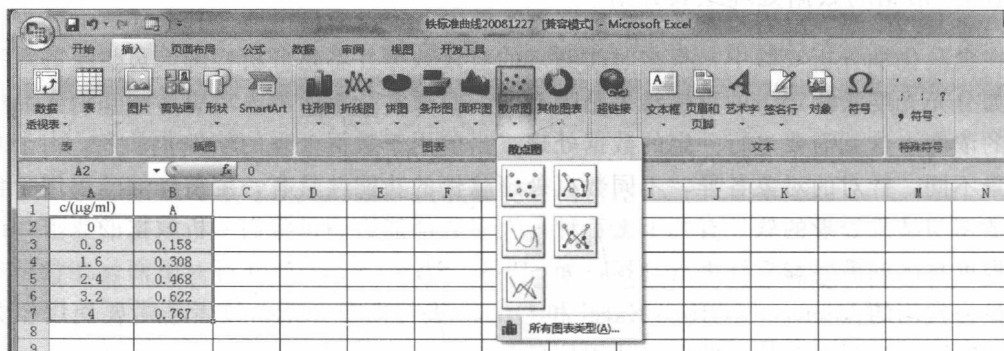


图 1-5 选定散点图步骤

④ 得到初步散点图，如图 1-6 所示。

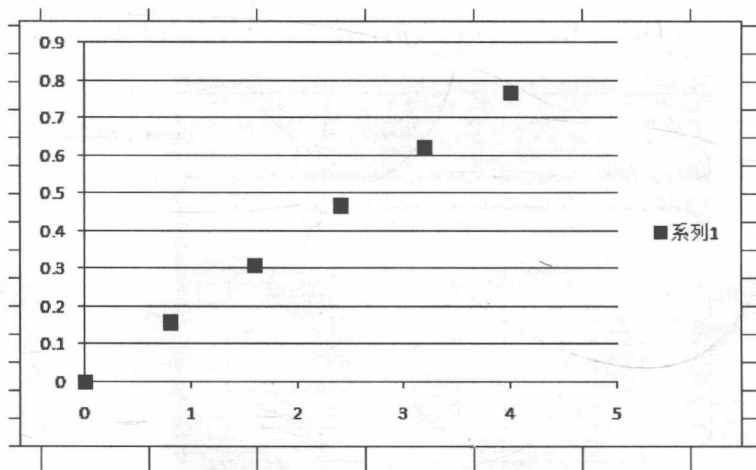


图 1-6 初步散点图

⑤ 可点击右键，根据相关选项对散点图进行精修，其中将鼠标点击在图区内和图区外菜单显示的选项不同，如图 1-7 所示。