

李和生 主编

# 食品分析

## 实验指导

Shipin Fenxi Shiyan  
Zhidao



科学出版社

# 食品分析实验指导

李和生 主编

科学出版社

北京

## 内 容 简 介

本书内容包括食品分析实验室的基本知识,以及食品中的营养成分、食品添加剂、食品中的有害成分、食品中的农药残留物、食品的卫生指标、食品中的辅料等方面的测定。选编了食品分析中有代表性的实验,强调对学生基本理论、基本知识和基本技能的训练。实验方法上既有常规的化学方法,也加强了仪器分析方法的介绍,强调实用性和先进性结合。同时设计了一些提高性和研究性实验,注重对学生的知识和能力进行全面的综合培养。

本书适合高等院校食品科学与工程、食品质量与安全、食品检验等相关专业的一本、专科生使用,也可作为食品检验检测等相关领域专业人员的参考书。

### 图书在版编目(CIP)数据

---

食品分析实验指导/李和生主编. —北京:科学出版社,2012.1  
ISBN 978-7-03-032792-5

I. ①食… II. ①李… III. ①食品分析—高等学校—教材 ②食品检验—高等学校—教材 IV. ①TS207.3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 231459 号

---

责任编辑:陈 露 谭宏宇 / 责任校对:刘珊珊  
责任印制:刘 学 / 封面设计:殷 靓

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>

江苏省句容市排印厂印刷  
科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2012年1月第一版 开本:B5(720×1000)

2012年1月第一次印刷 印张:9

字数:168 000

定价:20.00元

# 前 言

近年来,食品质量与安全问题越来越受到全社会广泛的关注。食品分析是食品加工企业质量保证的重要手段之一,通过对食品生产中的原料、辅助材料、半成品、成品、副产品、最终产品等进行检验,起到了保证和监督食品质量的重要作用。随着国家和人民群众对食品的要求越来越高,食品分析与检测得到了前所未有的重视,国家的食品检验标准每年都在不断地增列和修订。国内各高校加大了实验室建设,实验室的分析仪器设备有了较大改善,现代分析仪器使用的比例正在增加。各高校对实验教学也愈加重视,《食品分析实验》课程逐渐从食品分析理论课中剥离,进行了独立设置。《食品分析实验》是食品科学与工程、食品质量与安全、食品检验等专业非常重要的专业基础课。通过实验课的教学,使学生的基本实验技能得到训练,综合素质得到提高。

全书共分九章,编写了50个实验项目,内容包括食品分析实验室的基本知识,以及食品中的营养成分、食品添加剂、食品中的有害成分、食品中的农药残留物、食品的卫生指标、食品中的辅料等的测定。选编了食品分析中有代表性的实验,强调对学生基本理论、基本知识和基本技能的训练。从方法上既有常规的化学方法,也加强了仪器分析方法的介绍,强调实用性和先进性结合。同时设计了一些提高性和研究性实验,注重对学生进行全面知识和能力的综合培养。各校可根据自己的实际情况对实验进行选做。

本书是作者根据自己多年的教学积累,同时以中华人民共和国国家标准“食品卫生检验方法”等为基础,参考了其他资料,尽可能地体现本书与国内外食品分析的发展同步。但由于编者水平有限和时间所限,书中不妥之处在所难免,恳请同行和读者批评指正。

感谢张丽媛、雷静、孙楠楠等研究生对本书资料收集和编写提供的帮助。

宁波大学 李和生

2011年9月

# 目 录

## 前言

<b>第一章 食品分析实验室的基本知识</b> .....	( 1 )
第一节 实验基本要求及实验室安全知识.....	( 1 )
第二节 常用试剂的配制.....	( 3 )
第三节 实验数据的处理.....	( 7 )
第四节 实验方法的评价.....	( 11 )
<b>第二章 食品中一般成分的测定</b> .....	( 14 )
实验一 食品中水分的测定——直接干燥法.....	( 14 )
实验二 食品中水分活度的测定——扩散平衡法.....	( 15 )
实验三 食品中总灰分的测定——灼烧法.....	( 18 )
实验四 食品中粗脂肪的测定——索氏提取法.....	( 19 )
实验五 食品中粗脂肪的测定——酸水解法.....	( 21 )
实验六 食品中还原糖的测定——直接滴定法.....	( 23 )
实验七 食品中还原糖的测定——高锰酸钾滴定法.....	( 26 )
实验八 食品中蛋白质的测定——凯氏定氮法.....	( 29 )
实验九 食品中蛋白质的测定——双缩脲比色法.....	( 32 )
实验十 食品中氨基酸态氮的测定——双指示剂甲醛滴定法.....	( 34 )
实验十一 食品中氨基酸态氮的测定——电位滴定法.....	( 35 )
实验十二 食品中维生素 C 的测定——荧光比色法 .....	( 37 )
实验十三 食品中还原型维生素 C 的测定——2,6-二氯酚酚滴 定法.....	( 39 )
实验十四 食品中淀粉的测定——酸水解法.....	( 42 )
实验十五 食品中纤维素的测定——酸碱洗涤法.....	( 44 )
实验十六 糖水浓度和可溶性固形物的测定——折光法.....	( 45 )

<b>第三章 食品添加剂的测定</b> .....	( 48 )
实验十七 二氧化硫的测定——盐酸副玫瑰苯胺比色法.....	( 48 )
实验十八 糖精钠的测定——高效液相色谱法.....	( 52 )
实验十九 甜蜜素的测定——气相色谱法.....	( 54 )
实验二十 亚硝酸盐的测定——盐酸萘乙二胺比色法.....	( 56 )
实验二十一 硝酸盐的测定——镉柱法.....	( 58 )
实验二十二 叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚 (BHT)的测定——气相色谱法 .....	( 62 )
实验二十三 没食子酸丙酯(PG)的测定——比色法 .....	( 65 )
实验二十四 苯甲酸和山梨酸的测定——气相色谱法.....	( 66 )
实验二十五 水产品中明矾的测定——EDTA 滴定法 .....	( 68 )
<b>第四章 食品中矿物元素的测定</b> .....	( 71 )
实验二十六 食品中锌的测定——双硫脲比色法.....	( 71 )
实验二十七 食品中锌的测定——原子吸收光谱法.....	( 73 )
实验二十八 食品中铜的测定——二乙胺基二硫代甲酸钠比色法 .....	( 75 )
实验二十九 食品中铜的测定——原子吸收光谱法.....	( 77 )
实验三十 食品中钙的测定——EDTA 滴定法 .....	( 79 )
实验三十一 食品中钙的测定——原子吸收光谱法.....	( 81 )
<b>第五章 食品中有害元素的测定</b> .....	( 83 )
实验三十二 食品中铅的测定——石墨炉原子吸收光谱法.....	( 83 )
实验三十三 食品中铅的测定——双硫脲比色法.....	( 86 )
实验三十四 食品中汞的测定——原子荧光光谱法.....	( 90 )
实验三十五 水产品中甲基汞的测定——气相色谱法.....	( 93 )
实验三十六 食品中砷的测定——氢化物原子荧光光谱法.....	( 95 )
实验三十七 食品中砷的测定——银盐法.....	( 98 )
实验三十八 食品中无机砷的测定——氢化物原子荧光光谱法.....	( 101 )

---

第六章 食品中农药残留物的检测·····	(103)
实验三十九 有机氯农药残留量的测定——气相色谱法·····	(103)
实验四十 有机磷农药残留量的测定——气相色谱法·····	(105)
第七章 食品中辅料的测定·····	(108)
实验四十一 水产品中盐分的测定——莫尔法·····	(108)
第八章 食品卫生指标的检测·····	(110)
实验四十二 水产品中挥发性盐基氮的测定——水蒸气蒸馏法·····	(110)
实验四十三 水产品中组胺的测定——偶氮试剂比色法·····	(112)
实验四十四 油脂中酸价的测定·····	(114)
实验四十五 油脂中过氧化值的测定——滴定法·····	(115)
实验四十六 食品中黄曲霉毒素 B <sub>1</sub> 的测定——薄层色谱法·····	(116)
第九章 提高性与研究性实验·····	(120)
实验四十七 原子吸收光谱法测定几种微量元素·····	(120)
实验四十八 对虾鲜度和主要品质指标的分析·····	(122)
实验四十九 新的一种分析方法的建立与评价·····	(123)
实验五十 不同水产品中脂肪含量的分析与比较·····	(124)
附录·····	(125)
参考文献·····	(134)

# 第一章 食品分析实验室的基本知识

## 第一节 实验基本要求及实验室安全知识

食品分析实验室是进行实验操作的重要场所,凡进入实验室的人员必须认真学习实验室安全知识,增强安全意识,预防事故发生。

### 一、基本要求

#### 1. 实验前

实验人员须认真做好预习。熟悉仪器、设备的性能和使用方法,明确实验目的、原理、操作主要步骤及注意事项。

实验前,应熟悉消防器材的存放地点和使用方法。遇到意外事故,应立即采取相应措施处理。

#### 2. 实验过程中

(1) 自觉遵守实验室规则,禁止实验室打闹、喧哗及做与实验无关的事情,保持实验室整洁、安静、有序。实验室严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口。实验完毕应洗手。

(2) 必须按规定要求进行操作。凡进行有危险性的实验,实验人员应先检查防护措施,实验过程中操作人员不得擅自离开。

(3) 实验过程中产生的有毒有害的废液或废物应集中处理,不得任意排放或流入下水道。

(4) 爱护仪器,节约试剂。器材破损自觉报告实验室人员,填写器材破损单。

(5) 出现异常情况,应及时报告教师,避免发生意外事故。

(6) 认真记录和思考。对实验数据及时地做好记录,对实验过程中出现的现象进行认真地思考。

#### 3. 实验结束后

清洗整理仪器,应将试剂、仪器放回原处。并整理好实验台面。注意关好水、电和气路开关。经指导老师检查后方能离开实验室。根据原始记录,对实验所得结果和数据及时整理、计算、分析,重视总结实验中的经验教训,认真写好实验报告。

### 二、实验室常见危险的预防和处理

#### 1. 火灾

严禁携带与实验无关的易燃易爆物品进入实验室。实验室内使用的易燃易爆



化学危险物品应随用随领,不能在实验室内积存。

若发生火灾,切勿惊慌失措,一方面要向周围人员发出火警信号,对于严重的火灾要及时拨打报警电话,另一方面要采取适当的措施将损失降到最小。灭火时,首先要切断电源,快速移去附近的可燃物质,关闭通风装置,不随便打开门窗。火势较大时,应合理使用灭火器。如二氧化碳灭火器,可用于扑救电器、油类和酸类火灾,不能扑救钾、钠、镁、铝等物质的火灾;泡沫灭火器,适用于有机溶剂、油类着火,不宜用于扑救电器火灾;干粉灭火器,适用于扑灭油类、有机物、遇水燃烧物质等火灾。

如果火势蔓延的区域太大而无法迅速地扑灭,所有人应立即撤离。

## 2. 触电

预防触电事故首先要确保电器设备不漏电,并加装各种安全保护装置与设施。电器用具要在保持清洁、干燥和良好的情况下使用,切勿带水启动电源开关、触摸电器用具。严格遵守电器操作规程,熟悉操作方法。电器使用完毕应切断电源。

遇到触电事故,应立即关闭电源,或用绝缘材料挑开电源线。触电者脱离电源后,应迅速将其移到通风干燥的地方仰卧,检查伤员呼吸和心跳,若呼吸停止,应立即进行人工呼吸和心脏按压等急救措施,并报警呼救。

## 3. 危险化学品

使用化学药品前,要充分了解该药品的化学性质,明确其毒性,做好防护准备。轻拿轻放化学试剂。

使用铬酸洗液、浓酸、浓碱等具有强腐蚀性的试剂时,切勿溅在皮肤和衣服上。实验中碰到有浓酸、有毒或有刺激性的气、液体等情况时,应在通风橱内操作。有毒化学试剂不得和其他种类物品共同放置,使用时必须佩戴个人防护器具,实验应在通风橱中操作,产生的废弃物应妥善保管,并集中处理。

用试管加热液体时,试管口不能对人。不可俯视正加热的容器。

若腐蚀性化学药品引起烧伤,应及时用大量清水冲洗皮肤,或用适合于消除这类化学药品的特种试剂涂擦受伤皮肤。对于有毒气体引发的事故,应立即将伤者转移到通风处,等待医护人员治疗。

## 4. 机械伤害

机械操作主要来自玻璃割伤,有时也会受金属钝器碰伤。

由于玻璃仪器的使用和操作不当,如切割玻璃管或玻璃棒,将玻璃管插入橡皮管或橡皮塞,装配或拆玻璃仪器不规范等,都可能使玻璃仪器破损,致使玻璃碎片割伤手指。

在切割玻管或玻棒时,要严格按照规程进行操作(可参考有关资料中玻璃的简单加工)。玻璃或玻璃棒的截断面,使用前,一定要熔烧圆滑。

玻璃管插入皮管或皮塞孔隙时,要正确选择皮管的口径向钻孔器的口径(以略小玻管的口径为宜),然后用水或甘油浸湿皮管或橡皮塞孔隙的内部,将玻管轻轻

地转动,慢慢插入,切忌用力过猛。必要时,带上线手套,或用手巾垫着操作。

玻璃碎片有散落在实验桌或地上时,要及时并仔细清理干净。

装配或拆卸仪器时,要防备支管连接处和玻璃器皿的破损,尤其在拆卸时更要小心,以防玻璃碎片上的化学污物进入伤口,使伤情复杂化。

如果发生割伤,若伤口不大,出血不多,小心除去伤口的玻璃碎片,用温水与医用双氧水(过氧化氢),以1:1混合擦洗伤口,再涂以碘酒,用纱布包扎或用“创可贴”直接敷贴;如伤势较重,出血较多,应紧压伤口上部或血管止血,及时送医院医治。其他如锐器刺伤或钝器碰伤等机械损伤,也可按此法进行处理。

### 三、实验室的废弃物处理

实验中经常要用大量的化学药品,而且很多药品有一定毒性、腐蚀性,有的甚至是剧毒物和致癌物。实验室产生的废液也较多,所含污染物成分较为复杂,有酸碱,有毒有害的有机物、无机物以及重金属。这些药品或废液如不加处理直接丢弃到垃圾场或排放到下水道中,将对环境造成很大污染,直接或间接危害人们的健康,其后果十分严重。因此,实验室中产生的废液要进行分类、回收。运送到有关部门进行统一集中处理。

## 第二节 常用试剂的配制

实验中,除特别注明外,所用试剂皆为分析纯,水为去离子水或蒸馏水。未指明溶液用何种溶剂配制时,均指水溶液。未指明具体浓度的硫酸、硝酸、盐酸、氨水时,均指市售试剂规格的浓度。液体的滴系指蒸馏水自标准滴管流下的一滴的量,在20℃时20滴相当于1.0 ml。

### 一、配置过程中应该注意的问题

1. 配制溶液的方法应该根据具体情况来选择。定量分析用的标准滴定溶液,须精确配制;如果只作为控制反应条件和一般使用的近似浓度溶液,则只要粗略配制。这样,既能保证实验质量,又能节约时间。一般定量分析实验用的蒸馏水,用去离子水或符合指定要求的蒸馏水。

2. 配制试剂时,应预先估计需要数量,不要多配或少配,以免浪费或多次配制而浪费时间。对于不稳定的试剂,要现配现用。试剂用多少取多少。一经取出,不得放回原瓶,以免玷污。已经取出而不能用完的试剂,可另行保存。

3. 取试剂用的角匙、量筒和称取试剂用的器皿等都应保持干燥、清洁,以免影响试剂的组成和纯度。绝不能用刀或钢铁器具取用酸性或强碱性试剂。量取液体,应该选用适当的量器。量取准确体积的液体,应用移液管、滴定管、容量瓶,量取大略体积的液体时用量筒即可。

4. 取固体试剂时,可将试剂瓶倾斜,边转动边往外倒出。若使用角匙,每一种试剂要换一把角匙。量取液体试剂时,应将移液管外部擦干,先吸取少量待装溶液洗涤移液管 2~3 次,再量取溶液。

5. 配好的溶液不要存放在容量瓶中,应贮存在相应试剂瓶中。试剂瓶应预先用少量待装溶液洗涤 2~3 次,并随即贴上标签,标明名称、浓度、纯度和配制日期。

## 二、溶液浓度的表示

### 1. 物质的量浓度 $c_B$

定义为单位体积中所含溶质 B 的物质的量。符号为  $c_B$ 。计量单位为“mol/m<sup>3</sup>”及其倍数;实验室中常用的单位是“mol/L”或“mol/dm<sup>3</sup>”。

### 2. 质量浓度 $\rho_B$

定义为作为溶质的物质的质量除以混合物(即溶液)体积。符号为  $\rho_B$ 。B 代表作为溶质的物质。计量单位为“kg/m<sup>3</sup>”、“kg/L”(1 kg/L = 10<sup>3</sup> kg/m<sup>3</sup> = 1 kg/dm<sup>3</sup>);实验室常用“g/L”、“mg/L”、“mg/ml”、“μg/ml”等。

### 3. 质量分数 $\omega_B$

定义为溶液中溶质的质量与溶液的质量之比。符号是  $\omega_B$ 。它是无量纲量,可以用“%”符号表示它的单位为“1”的浓度值。

### 4. 体积分数 $\varphi_B$

定义为溶液中溶质体积与溶液体积之比。符号是  $\varphi_B$ 。它是无量纲量,可用“%”符号表示其单位为“1”的浓度值。

### 5. 体积比浓度 $V_1+V_2$

表示两种或两种以上溶液或液体相混成为另一溶液的浓度表示法,被混合者均以体积表示。常用于两种液体混合配制溶液。例如,1 体积浓盐酸与 2 体积水混合成的溶液表示为: HCl(1+2)。

## 三、几种常用试剂的配制与标定

### 1. 1 mol/L 盐酸标准溶液

#### (1) 配制

盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ ]: 量取 90 ml 盐酸,加水稀释至 1 000 ml。

溴甲酚绿-甲基红混合指示液: 量取 30 ml 溴甲酚绿乙醇溶液(2g/L),加入 20 ml 甲基红乙醇溶液(1 g/L),混匀。

#### (2) 标定

准确称取约 1.9 g 于 270~300℃ 干燥至恒重的基准试剂无水碳酸钠,加 50 ml 水后再滴加 10 滴溴甲酚绿-甲基红指示剂,用 1 mol/L 的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,冷却至室温,继续滴定溶液至暗红色,同时作空白

试验。

(3) 计算

$$c = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_0) \times M}$$

式中,  $c$ ——盐酸标准滴定液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——基准无水碳酸钠的质量, g;

$V_1$ ——盐酸标准溶液的用量, ml;

$V_0$ ——空白实验中盐酸标准溶液用量, ml;

$M$ ——无水碳酸钠的摩尔质量 [ $M(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3) = 52.994$ ], g/mol。

2. 1 mol/L 硫酸标准液

(1) 配制: 量取 30 ml 硫酸, 缓缓注入适量的水中, 冷却至室温后用水稀释至 1 000 ml, 混匀。

(2) 标定: 同上述盐酸标准液的标定。

(3) 计算

$$c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_0) \times M}$$

式中,  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——基准无水碳酸钠的质量, g;

$V_1$ ——硫酸标准滴定溶液用量, ml;

$V_0$ ——试剂空白试验中硫酸标准滴定溶液用量, ml;

$M$ ——无水碳酸钠的摩尔质量 [ $M(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3) = 52.994$ ], g/mol。

3. 1 mol/L 氢氧化钠标准溶液

(1) 配制

氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ ]: 称取 110 g 氢氧化钠, 溶于 100 ml 无二氧化碳的水中, 摇匀, 注入聚乙烯容器中, 密闭放置至溶液清亮。吸取上层清液 54 ml, 用无二氧化碳的水稀释至 1 000 ml, 摇匀。

酚酞指示液: 称取酚酞 1 g, 溶于适量乙醇中再稀释至 100 ml。

(2) 标定

准确称取于 105~110℃ 电烘箱中干燥至恒重的基准试剂邻苯二甲酸氢钾 7.5 g, 加 80 ml 无二氧化碳的水溶解, 加 2 滴酚酞指示液 (10 g/L), 用配制好的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色, 并保持 30 s。同时做空白试验。

(3) 计算

$$c = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_0) \times M}$$

式中,  $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——基准邻苯二甲酸氢钾的质量, g;

$V_1$ ——氢氧化钠标准滴定溶液用量, ml;

$V_0$ ——空白试验中氢氧化钠标准滴定溶液用量, ml;

$M$ ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量 [ $M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 204.22$ ], g/mol。

#### 4. 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准液

##### (1) 配制

称取 26 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (或 16 g 无水硫代硫酸钠) 及 0.2 g 碳酸钠加入适量新煮沸过的冷水使之溶解, 并稀释至 1 000 ml, 放置一个月后过滤备用。

淀粉指示液 (10 g/L): 称取 1 g 可溶性淀粉, 加入约 5 ml 水使其成糊状, 在搅拌下将糊状物加到 90 ml 沸腾的水中, 煮沸 2 min, 放冷, 稀释至 100 ml。此指示液应临用时配制。

硫酸 (2+8): 吸取 20 ml 硫酸, 慢慢倒入 80 ml 水中。

##### (2) 标定

准确称取 0.18 g 于 120℃ 干燥至恒重的基准试剂  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , 置于 500 ml 碘量瓶中, 加入 25 ml 水使之溶解。加入 2 g KI 固体及 20 ml 硫酸溶液 (2+8), 密塞、摇匀, 放置暗处 10 min 后用 150 ml 水稀释。用硫代硫酸钠标准液滴定至浅黄色, 加入 2 ml 淀粉指示液 (10 g/L), 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色为终点。同时做空白试验。

##### (3) 计算

$$c = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_0) \times M}$$

式中,  $c$ ——硫代硫酸钠标准滴定液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——基准重铬酸钾的质量, g;

$V_1$ ——硫代硫酸钠标准溶液用量, ml;

$V_0$ ——空白实验中硫代硫酸钠标准溶液用量, ml;

$M$ ——重铬酸钾的摩尔质量 [ $M(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 49.031$ ], g/mol。

#### 5. 1% 酚酞指示剂

称取酚酞 1 g 溶于适量乙醇, 再稀释至 100 ml。

#### 6. 1% 淀粉指示剂

称取 1 g 可溶性淀粉, 加入约 5 ml 水使其成糊状, 在搅拌下将糊状物加到 90 ml 沸腾的水中, 煮沸 2 min, 放冷, 稀释至 100 ml。此指示液应临用时配制。

#### 7. 常用洗涤液

##### (1) 重铬酸钾-浓硫酸溶液 (100 g/L) (洗液)

称取化学纯重铬酸钾 100 g 于烧杯中, 加入 100 ml 水, 微加热, 使其溶解。把

烧杯放于水盆中冷却后,慢慢加入化学纯硫酸,边加边用玻璃棒搅动,防止硫酸溅出,开始有沉淀析出,硫酸加到一定量沉淀可溶解,加硫酸至溶液总体积为1 000 ml。

该洗液是强氧化剂,但氧化作用比较慢,直接接触器皿数分钟至数小时才有作用,取出后要用自来水充分冲洗7~10次,最后用纯水淋洗3次。

(2) 肥皂洗涤液、碱洗涤液、合成洗涤剂洗涤液

配制一定浓度,主要用于油脂和有机物的洗涤。

#### 四、常见酸碱浓度

表 1-1 常用酸碱浓度(市售)

试剂名称	相对分子质量	含量 (%)(质量分数)	相对密度	浓度(mol/L)
冰醋酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )	60.05	99.5	1.05(约)	17
乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )	60.05	36	1.04	6.3
甲酸( $\text{HCOOH}$ )	46.02	90	1.20	23
盐酸( $\text{HCl}$ )	36.5	36~38	1.18(约)	12
硝酸( $\text{HNO}_3$ )	63.02	65~68	1.4	16
高氯酸( $\text{HClO}_4$ )	100.5	70	1.67	12
磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )	98.0	85	1.70	15
硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )	98.1	96~98	1.84(约)	18
氨水( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )	17.0	25~28	0.8~8(约)	15

### 第三节 实验数据的处理

#### 一、有效数字的处理

食品分析与检验中直接或间接测定的量,一般都用数字表示,但它与数学中的“数”不同,而仅仅表示量度的近似值。因此测量数据的准确度取决于有效数字的位数,而有效数字的位数反映仪器仪表的准确度和存在疑问的数字位置。

##### 1. 已知数的有效数字位数。

判别已知数的有效数字位数时,应特别注意区别“0”是否为有效数字,当整数部分为“0”时,紧接在小数点后的0仅用来确定小数点的位置,并不作为有效数字。例如0.00015g的有效数字位数为2位;0.150g中的有效数字位数为3位; $3.50 \times 10^2$ mm,则表示有效数字为3位;如写成 $3.5 \times 10^2$ mm,则表示有效数字为2位,其余类推。

##### 2. 测量数据的有效数字位数

记录测量数据时,只保留一位可疑数字。例如,一滴定管的最小刻度为

0.1 ml, 则读数只能读到小数点后第二位, 当读数为 23.36, 其意义为十位数为 2, 个位数为 3, 十分位上为 3, 百分位上为 6, 其中百分位是估计值, 上下可能有正负一个单位出入, 是不准确的或可疑的, 而其前边各数所代表的数值则均为准确测量的。通常测量时, 一般可估计到最小刻度的十分位, 故在记录数量时, 只应保留 1 位不准确数字, 其余数均为准确数字。此时所记的数字均为有效数字。

### 3. 运算规则

加减法计算的结果, 其小数点以后保留的位数, 应与参加运算各数中小数点后位数最少的相同。乘法计算的结果, 其有效数字保留的位数, 应与参加运算各数中有效数字位数最少的相同。复杂运算时, 其中间过程多保留一位有效数, 最后结果须取应有的位数。方法测定中按其仪器精度确定了有效数的位数后, 先进行运算, 运算后的数值再修约。

### 4. 数字修约规则

拟舍弃的数字(运算中舍去多余数字)通常采用“四舍六入五留双”法。即凡末位有效数字后面的第一位数大于 5, 则在其前一位上增加 1, 小于 5 则舍去, 等于 5 时, 如前一位为奇数, 则增加 1; 如前一位为偶数则舍去。例如, 对 27.0235 取四位有效数字时, 结果为 27.02; 取五位有效数字时, 结果为 27.024。但将 27.015 与 27.025 取为四位有效数字时, 则都为 27.02。在拟舍弃的数字, 若为两位以上数字时, 不得连续进行多次修约, 应根据所拟舍弃数字中左边第一个数字的大小, 按上述规定一次修约。例如: 将 15.4546 修约成整数。修约后应为 15, 不正确的做法是连续进行多次修约: 一次修约为 15.455, 二次修约为 15.46, 三次修约为 15.5, 四次修约(最终结果)为 16。

## 二、可疑数据的检验和取舍

分析测定中常常有个别数据与其他数据相差较大, 称为可疑数据(或称离群值、异常值)。对于由明显原因造成的可疑数据, 如读错、记错、仪器工作条件异常、工作环境条件异常或有人为的其他过失存在等, 应予舍去。但是对于找不出充分理由的可疑数据, 则应慎重处理, 应借助数理统计方法进行数据评价判断后再行取舍。在食品分析中, 常采用 Q 检验法、Dixon 检验法、Grubbs 检验法等进行数据评判与取舍, 其中, 最常用和最简单的是 Q 检验法。

Q 检验法(Q-test), 是一种简便易行的异常数据取舍的统计判别法, 适用于测定次数 3~10 次, 且只有一个可疑值的情况。Q 检验法检验步骤如下:

① 排序: 实验中测得一组数据, 将所用的数据按从小到大顺序排列为:  $X_1 \leq X_2 \leq X_3 \cdots \leq X_{n-1} \leq X_n$ 。可能的异常数据必然出现在两端, 即  $X_1$  或  $X_n$ , 为了检验可疑值  $X_1$  或者  $X_n$ , 计算 Q 值。

② 计算: 按下面的公式计算 Q 值。

$$\text{检验 } X_1 \text{ 时, } Q = \frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1}$$

$$\text{检验 } X_n \text{ 时, } Q = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1}$$

③ 查表: 食品分析中置信度通常为 90%。根据测量次数  $n$ , 查出  $Q$  值(表 1-2)。

表 1-2  $Q$  值表

测量次数 $n$	$Q_{0.90}$
3	0.94
4	0.76
5	0.64
6	0.56
7	0.51
8	0.47
9	0.44
10	0.41

④ 判断:  $Q$  值越大, 测定数据  $X_{\text{疑}}$  离群越远, 远到一定程度就需舍弃。

如  $Q \geq Q_{0.90}$ , 则可疑数据被舍弃; 否则  $Q < Q_{0.90}$ , 则可疑数据被保留;

例如: 测得某食品样品中脂肪的质量百分数为: 1.82%, 1.75%, 1.83%, 1.85%, 1.83%, 试判别该组数据中 1.75% 是否应该舍弃?

解:

① 排序: 将所用的数据按从小到大顺序排列为 1.75%, 1.82%, 1.83%, 1.83%, 1.85%。

② 计算: 根据公式计算最小值可疑时的统计量  $Q$ :

$$Q = \frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1} = \frac{1.82 - 1.75}{1.85 - 1.75} = \frac{0.07}{0.10} = 0.70$$

③ 查表: 从表中查出,  $n = 5$  时,  $Q_{0.90} = 0.64$ 。

④ 判断: 由此得出  $Q > Q_{0.90}$ 。此结果表明, 1.75% 是异常值, 应予舍弃。

### 三、分析数据的记录和表达

取得实验数据后, 应以简明的方法记录下来并表达出来, 记录的方式通常采用列表法。表达的方式通常有列表法、图解法、数学方程表示法等三种方法, 可根据具体情况选择一种表达方法。

列表法是最常用的方法, 是将一组实验数据中的自变量和因变量的数值按一定形式和顺序一一对应列成表格, 比较简明、直观。列表时应有完全而又简明的表名, 在表名不足以说明表中数据含义时, 则在表名或表格下面再附加说明, 如获得数据的有关实验条件、数据来源等; 表中数据有效数字位数应取舍适当, 小数点应



上下对齐,以便比较分析。

图解法是将实验数据按自变量与因变量的对应关系标绘成图形,直观反映变量间的各种关系,便于进行分析研究。每图应有简明的标题,并注明取得数据的主要实验条件、作者姓名(包括合作者姓名)以及实验日期。注意坐标分度的选择,其精度应与测量的精度一致。

数学方程表示法是对数据进行回归分析,以数学方程式描述变量之间关系的方法。食品分析实验数据的自变量与因变量之间多成直线关系,或是经过适当变换后,使之呈现直线关系,因此食品分析中比较常用的是一元线性回归分析,如比色分析中的标准曲线等。在实验报告或论文中,往往还需算出相关系数  $r$ ,以说明变量之间的相关程度。

在实验数据处理和表达时,要注意利用先进的计算机技术进行分析处理。例如,Microsoft Excel、Origin 等系列软件就可以根据一套原始数据,在数据库、公式、函数、图表之间进行数据传递、链接和编辑等操作,从而对原始数据进行汇总列表、数据处理、统计计算、绘制图表、回归分析及验证等。

#### 四、分析结果的表述

检测结果的数值表达方式一般有以下三种。其中分析检测报告中最常用的是算数平均值。报告计算结果表示到小数点后的位数或有效位数,测定值的有效数的位数应能满足卫生标准的要求。样品测定值的单位应使用法定计量单位。如果分析结果在方法的检出限以下,可以用“未检出”表述分析结果,但应注明检出限数值。

##### 1. 算术平均值( $\bar{X}$ )

在克服系统误差之后,当测定次数足够多( $n \rightarrow \infty$ )时,其总体均值与真实值很接近。通常测定中,测定次数总是有限的,用有限测定值的平均值只能近似真实值,算术平均值表达形式是算术平均值和标准偏差( $\bar{X} \pm s$ )或算术平均值和最大相对偏差或相对标准偏差。

多次测定值的算术平均值可按下式计算。

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + \cdots + X_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

式中, $\bar{X}$ —— $n$ 次重复测定结果的算数平均值;

$n$ ——重复测定次数;

$X_i$ —— $n$ 次测定中第  $i$  个的测定值。

##### 2. 几何平均值( $X_g$ )

若一组数据呈正态分布,此时可用几何平均值来表示该组数据。即