

21世纪高等院校教材

食品工程实验技术

主 编 赵思明
副主编 刘 茹



科学出版社

21 世纪高等院校教材

食品工程实验技术

主 编 赵思明

副主编 刘 茹

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书共三章,主要介绍食品工程的实验设计与数据处理,食品工程现代分析技术,工程参数的测试与实验报告。结合现代测试分析手段,本书还将静态流变、动态流变、差示扫描量热、核磁共振、X射线衍射、色谱等近代力学分析、热特性、电磁特性、晶体特性测试分离技术引入食品物性参数检测中,以此进一步揭示食品加工的机理。

本书可作为高等学校食品、生物、医药、环境工程、化学工程与工艺等专业本科生的食品工程实验教材,也可供相关专业的教师、科研人员、企业技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

食品工程实验技术 / 赵思明主编. —北京:科学出版社,2013.8

21世纪高等院校教材

ISBN 978-7-03-038315-0

I. ①食… II. ①赵… III. ①食品工程学-实验-高等学校-教材

IV. ①TS201.1-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 187233 号

责任编辑:丁 里 / 责任校对:宣 慧

责任印制:阎 磊 / 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>

骏立印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2013 年 8 月第 一 版 开本:720×1000 B5

2013 年 8 月第一次印刷 印张:14 3/4

字数:295 000

定价:30.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

食品工程伴随着食品加工的产生和发展,经历了漫长的历程。早期的食品工业是以家庭作坊的形式开展,工程技术来自生产经验,以家族传授方式延续和发展。19 世纪末,在化学科技的引入和带动下,科学原理逐步进入食品加工领域,食品工程的单元操作也是基于化工单元操作发展形成的,进而促进了食品工业的规模化、连续化和自动化发展。

现代食品工业仅有 100 多年的历史。采用先进的工程技术单元操作使食品工业化水平不断提高和完善。特别是经过近 20 多年来的努力,食品工程技术无论是在多学科渗透、高新技术的应用,还是实验设计与数理分析、新装备、现代分析测试等方面,都取得了巨大成就。食品工业的快速发展,使食品产业成为我国国民经济中最重要的部分之一。

作为食品专业本科生的必修课,食品工程在食品专业人才知识结构中占有重要地位。食品工程实验是食品工程系列课程的重要组成部分。《食品工程实验技术》是与《食品工程原理》理论教材配套的实验教材。本书是在华中农业大学食品工程教研组 20 多年教学、精品课程建设以及食品工程设计与实践的基础上编写的,凝聚了教研室全体教师的心血。

食品工程是食品加工实现工业化生产的关键环节。食品工程设计过程涉及的单元操作的计算、设备设计和选型配套、生产线的建立等,都是通过科学计算确定的,计算过程所涉及的物性参数都需要通过实验获得。

本书介绍食品加工常见的实验设计与数据处理,破碎、过滤、传热、流动、干燥等常用工程参数的测试方法,生产线中单元操作或设备的性能测试等。

结合现代测试分析手段,本书还将动态流变、差示扫描量热、核磁共振、X 射线衍射、色谱等近代力学分析、热特性、电磁特性、晶体特性等测试分离技术引入食品物性参数检测中,以此进一步揭示食品加工的机理。

本书是在华中农业大学食品工程教研室教师的共同努力下完成的,参加本书编写的人员有:南京财经大学邵小龙(第一章),华中农业大学赵思明、刘茹(第二

章,第三章)。华中农业大学王观、尹涛参加了本书的编写。全书由赵思明教授统稿。

由于编者水平有限,书中不足和疏漏之处在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

2013 年 5 月

目 录

前言

第一章 食品工程的试验设计与数据处理	1
第一节 实验数据的初步分析	2
第二节 差异性分析	6
第三节 不同指标之间的平行关系	11
第四节 不同指标之间的因果关系	13
第五节 实验因素重要性分析	25
第六节 配方优化	28
第二章 食品工程现代测试技术	34
第一节 流变特性分析	34
第二节 热特性分析	69
第三节 晶体分析	87
第四节 物质分布	101
第五节 均相物系的分离	116
第三章 工程参数的测试与实验报告	155
实验一 单元操作与“三传”理论	155
实验二 机械能转化演示实验	156
实验三 雷诺演示实验	160
实验四 流体黏度测定实验	163
实验五 流体流动阻力测定实验	165
实验六 离心泵特性测定实验	170
实验七 恒压过滤实验	174
实验八 对流传热系数测定实验	181
实验九 筛板塔精馏过程实验	186
实验十 气体扩散系数测定实验	194

实验十一	液体扩散系数测定实验	196
实验十二	流化床干燥实验	198
实验十三	热风干燥实验	202
实验十四	液液转盘萃取实验	206
实验十五	热特性参数测定实验	211
实验十六	动态流变学性能测定实验	214
实验十七	质构性能测定实验	217
参考文献		222
附录		225
附录 1	乙醇-水平衡数据(1atm)	225
附录 2	乙醇相对密度与含量对照表(20℃)	226

第一章 食品工程的试验设计与数据处理

食品工程实验的目的包括了解食品物性指标、加工操作单元的设备性能、工艺条件分析和单元过程中的模型计算等。通过实验得到第一手原始数据,经过整理分析可以得到很多有价值的结果。这些实验数据可能受到环境条件、仪器精度、操作者熟练程度等影响而产生误差。由于实验目的不同,影响因素较复杂,因此需要通过科学的试验设计获得高质量数据,并使用合适的统计分析方法获得可靠的结果。

常用的食品试验设计有全面试验、正交试验、均匀试验、回归试验和混料试验等。其中全面试验、正交试验和均匀试验等均是考察各因素及其水平对实验结果的影响。它们的区别是:全面试验考虑每个因素各个水平所有可能组合,信息量大而且全面,但是实验次数随着实验因素和水平数量的增大而快速增加,工作量大;实验考察因素水平复杂时,常采用部分实施的策略,如正交试验和均匀试验设计。正交试验主要用于评价影响因素作用的重要性及交互作用情况,遵循“均匀分散,整齐可比”的原则,部分实施全面试验设计中的实验点,实验量较全面试验大大减少,实验数据分析也十分方便。而均匀试验仅考虑“均匀分散”原则,仅实施全面试验设计中的少量具有代表性的实验点,实验量较正交试验设计少,但数据分析较正交试验复杂。因此在进行多因素多水平试验时,因素水平不多时(少于4个),常采用正交试验;若因素水平超过4个,常采用均匀试验设计。

为了寻求最佳工艺参数,可利用回归试验设计(又称响应面设计),以较少的实验建立精度较高的有效的回归方程。均匀设计试验后续步骤通常使用回归分析实验数据,也建立回归方程,但是精度低于回归试验设计。混料设计是为了寻求最佳食品配方,通过实验探索食品各原料成分比例与研究指标之间的关系,通常需要建立带约束条件的回归方程,并使用规划求解的方法得到最佳配方。不同的试验设计因实验目的不同,数据处理方式和结果解释也存在差异,需要根据不同需求选择试验设计方法和数据分析方法。

常见的数据分析问题有:①实验数据整理和表示方法;②不同样品测量指标之间的对比;③不同指标之间的平行关系;④不同指标之间的因果关系,如食品操作单元中的公式模型参数的拟合;⑤实验工艺中因素条件重要性分析;⑥配方优化。本章针对这些常见的数据分析问题进行讨论,并使用 SAS(statistical analysis system)软件进行数据的统计计算,附带详细的 SAS 代码和结果分析。

第一节 实验数据的初步分析

实验数据的初步分析,是指在尽量少的假设下,对已有的数据(特别是实验或观察得来的原始数据)进行分析,运用计算特征量(统计量)、制表、作图等手段总结数据的结构和规律的方法。特别是当对这些数据中的信息没有足够的经验,不知道该用哪种统计方法进行分析时,进行初步数据分析就会非常有效,因为并不是所有的实验数据都是经过实施事先设计好的实验得到的。实验数据的初步分析可用于所有类型的实验数据的整理和表示,这也是拿到实验数据需要做的第一步工作。

一、重复测试数据的统计量计算

对样品经常重复测量或测试一批样品得到的数据,我们可以初步计算一些指标,如均值、标准误差、异常值(极大值或极小值)等统计量来了解测试结果。

例 1-1 用质构仪测量切断某种食品需要的剪切力,通过实验得到一组数据,见表 1-1。

表 1-1 剪切力测试数据

序号	剪切力/N	序号	剪切力/N	序号	剪切力/N	序号	剪切力/N
1	1516.9	6	1513.8	11	1510.6	16	1509.9
2	1514.0	7	1508.5	12	1513.4	17	1514.5
3	1519.9	8	1513.3	13	1511.4	18	1517.9
4	1511.8	9	1503.8	14	1519.4	19	1515.3
5	1504.3	10	1504.7	15	1506.3	20	1505.3

(1)SAS 程序:

```
data ex;
input force @@ ;
cards;
1516.9 1514.0 1519.9 1511.8 1504.3 1513.8 1508.5
1513.3 1503.8 1504.7 1510.6 1513.4 1511.4 1519.4
1506.3 1509.9 1514.5 1517.9 1515.3 1505.3
;
proc means;
run;
```

得到的结果见表 1-2。

表 1-2 剪切力测试数据分析

次数	均值/N	标准误差/N	最小值/N	最大值/N
20	1511.75	5.02	1503.8	1519.9

(2)结果分析:从 SAS 结果可知,剪切力的平均值为 1511.75N,标准误差为 5.02N,一般表示为 $(1511.75 \pm 5.02)N$ 。

二、异常值的发现和处理

例 1-2 自动包装生产线包装一批包装规格 10kg 纸箱装的苹果,对其中一箱苹果的质量进行抽检,结果如下(单位:g),请粗略分析这一箱苹果的质量情况。

256.9	254.0	259.9	251.8	244.3	253.8	248.5	246.3	249.9	253.3
251.7	257.4	255.1	248.9	246.9	258.0	256.5	283.4	245.6	241.3
243.8	244.7	250.6	253.4	251.4	259.4	254.5	257.9	255.3	245.3
246.2	245.8	257.9	259.4	248.0	254.4	255.9	253.6	257.6	242.5

(1)SAS 程序:

```

data ex;
input  x @ @ ;
cards;
256.9 254.0 259.9 251.8 244.3 253.8 248.5 246.3 249.9 253.3
251.7 257.4 255.1 248.9 246.9 258.0 256.5 283.4 245.6 241.3
243.8 244.7 250.6 253.4 251.4 259.4 254.5 257.9 255.3 245.3
246.2 245.8 257.9 259.4 248.0 254.4 255.9 253.6 257.6 242.5
;
proc means maxdec= 2
N          /* 总测量样品数* /
mean       /* 计算平均值* /
max        /* 计算最大值* /
min        /* 计算最小值* /
mode       /* 计算众数* /
range      /* 计算极差* /
std        /* 计算标准误差* /
cv ;       /* 计算变异系数* /
run;

```

(2)结果分析:从这个简单的分析结果(表 1-3)可知,这箱有 40 个苹果,平均值表示这箱苹果的平均质量为 252. 53g,标准误差为 7. 27g,这箱苹果中的单个苹果质量可以表示为(252. 53±7. 27)g。

表 1-3 抽检结果的数据分析

个数	平均指标				变异指标		
	平均值/g	最大值/g	最小值/g	众数/g	极差/g	标准误差/g	变异系数/%
40	252. 53	283. 40	241. 30	257. 90	42. 10	7. 27	2. 88

这箱苹果中最重的为 283. 40g,最轻的为 241. 30g。其中最重苹果的质量比平均值大 30. 87g,而最轻的苹果比平均值小 11. 23g。一般来说,一组测定值中与平均值的偏差超过两倍标准误差的测定值称为异常值,因此 283. 40g 是异常值。对于异常值,需要分析产生的原因。如果发现其他箱苹果出现这样的很大偏差的情况,则需要对分拣系统的称量装置进行校正。同样,如果在分析其他类似的数据发现异常值时,这样的数据不能轻易删掉,需要加以分析,找到产生异常值的原因,并采取相应措施。

众数是表示出现该测量值最多的一个数据,本例为 257. 90g;变异系数是对测量值变异程度进行衡量的百分比指标,可用标准误差除以平均值计算,本例为 2. 88%;极差是最大测量值与最小测量值之差,本例为 42. 10g。

三、重复测量数据的作图与分布检验

在进行简单的统计量计算后,对数据进行归组计数,绘制频数分布图表,便于观察数据资料的规律性,进一步认知实验数据结构和规律。

例 1-3 粉碎的大米粉末样品用粒度测定仪测量粒径分布,测试的结果如下(单位:mm),试对该组数据进行分析。

5. 319 43	4. 026 17	4. 307 15	5. 598	5. 043 45	6. 386 36	6. 480 03
5. 610 04	7. 541 41	3. 769 64	4. 134 26	4. 007 04	7. 183 97	4. 491 15
4. 332 31	7. 391 59	1. 228 58	4. 169 76	7. 255 55	4. 266 69	4. 599 11
5. 657 32	4. 025 97	6. 038 95	7. 306 58	—	—	—
—	—	—	—	—	—	—

对于这样的数据,除了可以像例 1-1 和例 1-2 那样进行简单统计量的计算和分析(结果见表 1-4),还可以作图(图 1-1),以方便观察结果的分布规律。

表 1-4 大米粉末粒径的数据分析

个数	平均指标			变异指标		
	平均值/g	最大值/g	最小值/g	极差/g	标准误差/g	变异系数/%
1000	5.05	9.31	0.45	8.86	1.50	29.77

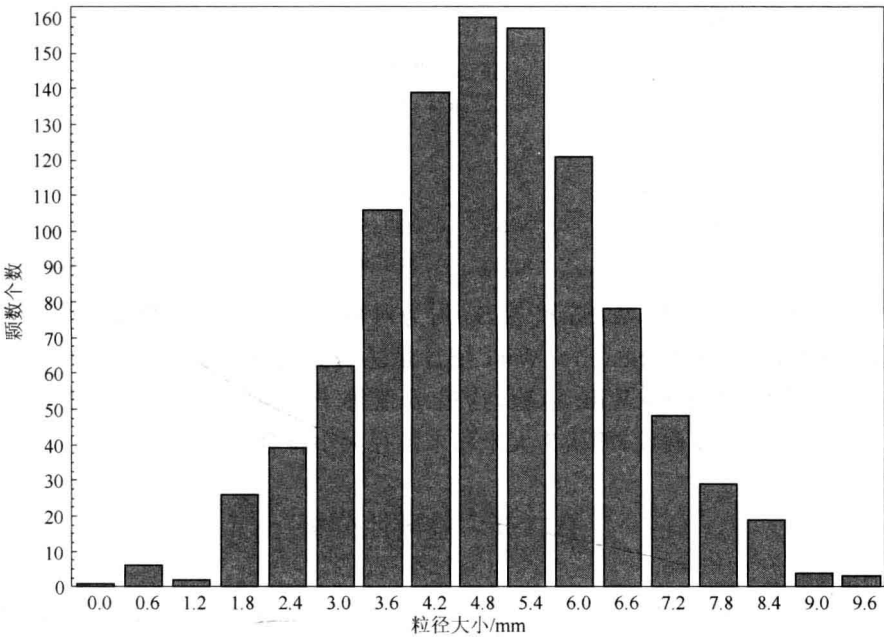


图 1-1 大米粉末粒径分布直方图

(1)SAS 程序:

```
axis1 label= ("粒径大小/mm");
axis2 label= (angle= 90 '颗数个数');
proc gchart;
  vbar size /
  type= freq
  gaxis= axis1 raxis= axis2;
run;
quit;
```

(2)结果分析:从图 1-1 可知大米粉的粒径主要集中在 4.2~6.0mm。

概率分布曲线有均匀分布、指数分布、伽马分布和正态分布等,从图 1-1 中还可以看出,大米粉末的粒径分布趋势与正态分布相似,因此可以进行分布曲线的假

设检验,确定是否符合正态分布。这里以常见的正态分布为例,并计算符合程度。

(3) SAS 程序:

```
Proc univariate data= ex Normal;
  Var size;
Run;
```

SAS 运行结果:

检验	正态性检验			
	——统计量——		—— p 值——	
Shapiro-Wilk	W	0.998289	Pr < W	0.4250
Kolmogorov-Smirnov	D	0.015816	Pr > D	> 0.1500
Cramer-von Mises	W-Sq	0.03915	Pr > W-Sq	> 0.2500
Anderson-Darling	A-Sq	0.348587	Pr > A-Sq	> 0.2500

(4) 结果分析: W、D、W-Sq 和 A-Sq 均为对数据进行正态性检验的统计量,当 $N \leq 2000$ 时,一般采用 Shapiro-Wilk 统计量进行正态性检验。本例的样品量为 1000,因此采用 Shapiro-Wilk 检验,这里 p 值等于 0.425,所以在 0.05 水平(或 0.10 水平)下接受原假设,即认为大米粉末粒径大小符合正态分布。

第二节 差异性分析

均值检验、两两比较、多重比较是常用的差异性分析手段,用于对样品指标平均值的比较。均值检验就是检验变量的均值是否等于某个给定的值。如果一个变量服从正态分布,那么可以用 T 检验来对它进行均值检验,一般来说食品实验中的数据都符合正态分布或近似正态分布。

例 1-4 对成品仓中标注净含量为 125g 包装饼干进行质量抽检,随机抽查 20 袋饼干称量,判断实际质量是否与标注相符($p < 0.05$)。

本问题是典型的简单抽样 T 检验,假设饼干样品的质量大致符合正态分布, T 检验的原假设为成品饼干每盒的质量为 125g,计算 T 统计量和 p 值。如果 p 值大于 0.05,可以接受原假设,认为饼干的质量为 125g;如果 p 值小于或等于 0.05,则拒绝原假设,认为饼干质量不等于 125g。

(1) SAS 程序:

```
data have;
input weight @@;
cards;
```

```

125.0 123.9 125.8 124.7 124.7 123.1 125.1 124.8 124.6 124.4
125.8 126.1 123.9 124.5 122.4 123.9 125.6 125.2 124.9 122.2
;
proc ttest data= have h0= 125 ;
var weight;
run;

```

SAS 运行结果:

The TTEST Procedure

T 检验结果

Variable: weight

变量: weight

N	Mean	Std Dev	Std Err	Minimum	Maximum
观察值个数	平均值	标准误差	相对误差	最小值	最大值
20	124.5	1.0593	0.2369	122.2	126.1

Mean	95% CL	Mean	Std Dev	95% CL	Std Dev
124.5	124.0	125.0	1.0593	0.8056	1.5472

DF	t Value	Pr> t
自由度	t 值	p 值
19	- 1.98	0.0619

(2)结果分析:通过 SAS 的计算结果可知, p 值为 0.0619,大于 0.05,所以在 0.05 的显著水平,认为饼干的实际测量值等于标注值 125g。

例 1-5 用两种提取工艺提取农产品副产物米糠中的多糖成分,得到两种工艺提取率(结果见表 1-5),比较两种工艺对提取率有没有差别。

表 1-5 不同实验的提取率(mg/g)

旧工艺	1.80	1.90	1.82	2.01	1.95	1.87	1.90	1.92
新工艺	1.95	2.18	2.16	2.20	1.95	2.05	1.97	2.05

本问题是独立组 T 检验,用来比较两组数据同一变量的平均值是否相等。 T 检验的原假设是两种工艺的提取率没有差异,即相等。先要进行 F 检验,验证新旧工艺的提取率数据的方差相等。然后计算 p 值,如果 p 值大于 0.05,可以接受原假设,认为两种工艺的多糖提取率没有差异;如果 p 值小于或等于 0.05,则拒绝原假设,认为两种工艺的提取率有差异。

(1) SAS 程序:

```

data sxl;
do g= 1 to 2; do i= 1 to 8 ; input  x @@  ; output; end;end;
cards;
1.80  1.90  1.82  2.01  1.95  1.87  1.90  1.92
1.95  2.18  2.16  2.20  1.95  2.05  1.97  2.05
;
proc ttest ;
    class g;
    var x;
run;

```

T 检验和 F 检验结果:

The TTEST Procedure				
Method	Variances	DF	t Value	Pr > t
方法	变异	自由度	t 值	
Pooled	Equal	14	- 3.80	0.0019
总和				
Satterthwaite	Unequal	12.01	- 3.80	0.0025

Equality of Variances				
检验方差是否相等				
Method	Num DF	Den DF	F Value	Pr > F
方法	分子自由度	分母自由度	F 值	p 值
Folded F	7	7	2.37	0.2768

(2) 结果分析: 由 SAS 结果可知, F 检验的 p 值为 0.2768, 没有显著性, 因此新旧工艺的提取率数据的方差相等。由于两种工艺提取率次数相等, 使用 T 检验中的 pooled 结果, p 值为 0.0019, 两组工艺的提取率有显著性差异 ($p < 0.05$)。从平均值的比较可以知道, 新工艺的提取率高于旧工艺。

从两研究总体中随机抽取样本, 要对这两个样本进行比较时, 首先要判断两总体方差是否相同, 即方差齐性。若两总体方差相等, 则直接用 T 检验; 若不等, 可采用 T' 检验、变量变换或秩和检验等方法。其中要判断两总体方差是否相等, 可以用 F 检验, 所以本题数据分析中首先看 F 检验结果, 然后看 T 检验结果。另外需要说明的是, T 检验只能进行两两指标之间的比较, 而多个指标同时比较, 需要用到方差分析的多重比较方法。

例 1-6 为了选择合适的淀粉酶做实验, 需要比较四种 α -淀粉酶的活性。在 50°C 和 $\text{pH}=6$ 条件下, 加入等量的淀粉和不同的待测酶液反应 10min, 做 5 个重复

(结果见表 1-6), 试比较各淀粉酶的活性大小。

表 1-6 不同类型的淀粉酶活性(U)

实验次数	淀粉酶编号			
	1	2	3	4
1	66.8	42.5	58.1	55.2
2	68.0	44.5	53.2	55.0
3	64.2	48.4	56.5	59.8
4	65.5	45.0	54.4	58.5
5	66.3	46.2	55.4	54.2

本问题属于多重比较问题, 对于多个均值的比较, 在方差分析之后, 若发现平均数有显著差异, 则从所处理的实验水准中比较一对或多对平均数间是否有显著性差异存在。若方差分析的平均数之间没有显著性差异, 则认为这些均值之间没有差异。

(1) SAS 程序

```
data ex;
do i = 1 to 5; do type= 1 to 4;
input x@@ ;output ;end;end;
cards;
66.8 42.5 58.1 55.2
68.0 44.5 53.2 55.0
64.2 48.4 56.5 59.8
65.5 45.0 54.4 58.5
66.3 46.2 55.4 54.2
;
proc anova;                                /* -- 均衡方差分析 -- */
class type;                                /* -- 分类变量 -- */
model x = type;                            /* -- 模型 因变量表= 效应 -- */
means type /duncan;                        /* -- 求平均值/新复极差检验 -- */
run;
quit;
```

(2) 结果分析:

a. 模型的显著性分析

Dependent Variable: x

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
方差来源	自由度	平方和	均方	F 值	p 值
Model	3	1088.785500	362.928500	88.71	<.0001
模型					
Error	16	65.460000	4.091250		
误差					
Corrected Total	19	1154.245500			
修正总和					

根据输出结果可以做统计分析表格(表 1-7)。

表 1-7 模型的显著性分析

方差来源	自由度	平方和	均方和	F 值	p 值
模型	3	1088.79	362.93	88.71	<0.0001
误差	16	65.46	4.00		
总分	19	1154.25			

模型的 F 统计量的值为 11.71, p 值为 0.0027, 大于在 0.01 水平上的 F 值, 由此可知, 不同的类型的淀粉酶活性之间有极显著的差异。

b. 多重比较分析

Multiple Comparison Lines

多重比较结果

Duncan Grouping	Mean	N	type
分组	均值		
A	66.160	5	1
B	56.540	5	4
B			
B	55.520	5	3
C	45.320	5	2

根据输出结果可以做统计分析表格(表 1-8)。

表 1-8 不同类型的淀粉酶活性大小的新复极差检验

类型	酶活性平均值/U	差异显著性
1	66.16	A
2	45.32	C
3	55.52	B
4	56.54	B