

# 绪 论

随着人们生活水平的提高，食品除了提供人类生存所需要的各种营养素和能量外，还必须满足人们对享受美满生活的需要。食品的品质、食用的安全性、可口性和感官是决定人们对食品喜好的四大要素，它与食品所含有的营养素、有害物质、添加剂和感官有关。因此，需要对食品进行全面的分析才能给出准确的评价，从而形成了“食品分析与感官评定”学科。

## 一、食品分析与感官评定的研究任务

食品分析与感官评定是食品科学的一门分支学科，它是研究和评定食品品质并保障食品安全的一门科学。其主要任务是：

(1) 依据物理、化学、生物学的一些基本理论，运用各种技术手段，按照制订的各类食品的技术标准，对加工过程的原料、辅料、半成品和成品进行质量检验，以保证生产出质量合格的产品。

(2) 指导生产和研发部门改革生产工艺、改进产品质量以及研发新一代食品，提供其原料和添加剂等物料准确含量，研究它们对研发产品加工性能、品质、安全性的影响，确保新产品的优质和食用安全。

(3) 对产品在贮藏、销售过程中，食品的品质、安全及其变化进行全程监控，以保证产品质量，避免产品产后可能产生对人类食用的危害。

## 二、食品分析与感官评定的研究内容

食品分析与感官评定的研究内容很广泛 主要包括下面四个方面：

1. 食品营养素分析：食品的营养素按照目前新的分类方法，包括宏量营养素、微量营养素和其他膳食成分三大类：

宏量营养素：蛋白质、脂类、碳水化合物；

微量营养素：维生素（包括脂溶性维生素和水溶性维生素）、矿物质（包括常量元素和微量元素）；

其他膳食成分：膳食纤维、水及植物源食物中的非营养素类物质。

上述这些物质是决定食品品质和营养价值的主要指标，其分析方法是食品分析的主要研究内容。

2. 食品中的有害物质分析：食品中的有害物质来源于污染。食品污染主要来源于两个方面：一是原材料受产地空气、土壤、水源、农药、肥料等环境的污染；二是食品加工、贮藏、包装、销售过程中的污染。因此，保持良好的产地生态环境和良好的加工、贮藏、包装、销售过程是防止食品污染的重要措施。

食品的污染就其性质来说，可归结为生物性污染和化学性污染。生物性污染是指微生物污染（主要是有毒霉菌污染）。化学性污染包括农药、重金属、来源于包装材料的有害物质（如塑料中的聚氯乙烯及其添加剂、印刷油墨中的多氯联苯等）等。化学性污染有时也会来源于食品贮藏和加工过程中所用的材料和可能产生的有害物质，如熏烤或油炸加工过程中可能产生的致癌物质、贮藏过程中产生的黄曲霉毒素等。因此，食品分析中有害物质分析通常包括以下内容：

- (1) 农药：有机磷农药、有机氯农药等。
- (2) 有害化学元素：砷、汞、铅、镉等。
- (3) 其他有害物质：黄曲霉毒素、多氯联苯等。
- (4) 微生物检测。

食品中有害物质直接威胁着人民的健康。为了食品的安全，各国政府均制定出严格的食品卫生标准和卫生法规，对食品中的有害物质的允许量作了明确的规定。同时，对各种食品中有害物质的测定制定出标准测定方法，各生产和销售单位必须严格遵守。

3. 食品添加剂分析：食品生产加工过程中，为了改善食品的色、香、味，延长食品保存期，便于食品加工和增强食品营养成分，往往需加入一些食品用的添加剂，这些食品添加剂有些是化学合成的，有些是天然物质，有些具有一定的毒性。各国对食品添加剂的种类、质量指标、用途、限量等都有明确的法规规定。根据我国国情，我国亦颁布了《中华人民共和国食品卫生法》和《食品添加剂使用卫生标准》。所有食品生产加工企业和单位必须严格遵守。因此，对食品添加剂的鉴定和检测，是食品分析的重要内容之一。

4. 食品的感官评定：人们选择食品往往是从个人的喜爱出发，凭感官印象来决定取舍。研究不同人群对味觉、嗅觉、视觉、听觉和口感等感觉，对消费者和生产者都是极其重要的。因此，食品的色、香、味、形态特征是食品的重要技术指标，是不可忽视的鉴定项目。

### 三、食品分析与感官评定的分析方法

食品分析与感官评定的分析方法主要有化学分析法、仪器分析法、微生物分析法和生物鉴定法等。

1. 化学分析法：化学分析法是以物质的化学反应为基础的分析方法。它是一种历史悠久的分析方法。在国家颁布的很多食品标准测定方法或推荐的方法中，都采用化学分析法。有时为了保证仪器分析方法的准确度和精密度，往往用化学分析方法的测定结果进行对照。因此，化学分析法仍然是食品分析的最基本、最重要的分析方法。

2. 仪器分析法：仪器分析法是目前发展较快的分析技术，它是以物质的物理、化学性质为基础的分析方法。它具有分析速度快、一次可测定多种组分、减少人为误差、自动化程度高等特点。目前已有多种专用的自动测定仪。如对蛋白质、脂肪、糖、纤维、水分等测定有专用的红外自动测定仪；牛奶中脂肪、蛋白质、乳糖等多组分测定的全自动牛奶分析仪；氨基酸自动分析仪；用于金属元素测定的原子吸收分光光度计；用于农药残留量测定的气相色谱仪；用于多氯联苯测定的气相色谱-质谱联用仪；对黄曲霉毒素测定的薄层扫描仪；用于多种维生素测定的高效液相色谱仪等。

3. 微生物分析法和生物鉴定法：食品的微生物分析主要是指细菌学的检验，包括真菌及其毒素、食源性病原细菌及其毒素等的检验。经典的方法有固体培养基法、液体培养基发酵法等。由于它所需设备简单，适用范围广，因此是应用最为广泛的方法。近期出现一些新的技术，如食源性病原细菌的酶联免疫吸附检测法（Enzyme Linked Immunosorbent Assay, ELISA）、保守序列的标记及其定量检测技术、特异性基因 DNA 芯片快速检验技术以及选择吸附真菌毒素法（Selectively Absorbed Mycotoxin）和血清学快速分析法等方法。这类方法由于操作简便快速，无需贵重仪器与设备，可在检测现场实施，因而近些年来越来越受到人们的重视。

此外，在实际分析工作中，样品的预处理技术和方法如样品溶液的制备技术、被测组分的分离纯化、干扰物质的消除方法以及分析方法的选择等，都与分析结果的准确度和精密度有关，这些技术都是研究内容，都是不可忽略的重要问题。

## 四、食品分析与感官评定的分析过程

食品分析与感官评定的分析方法尽管有多种多样，但其完整的分析过程一般可用下列流程图来描述。

- (1) 确定分析项目、内容
- ↓
- (2) 科学取样与样品存储
- ↓
- (3) 选择合适的分析技术，建立适当的分析方法
- ↓
- (4) 样品制备
- ↓
- (5) 选择分析方法，进行分析测定，取得分析数据
- ↓
- (6) 分析数据与标准样比较，以校正分析结果
- ↓
- (7) 经数学统计处理，从分析数据中提取有用信息
- ↓
- (8) 将分析结果表达为分析工作者需要的形式
- ↓
- (9) 对分析结果进行解释、研究和应用

从上述分析过程的流程可见，对食品分析首先必须了解待分析样品的性质和分析的目的，明确分析需要取得的信息，以确定采用何种分析技术，制定相应的分析方法（流程图中 1~3 项）。然后通过分析，取得分析样品需要的原始分析信息（流程图中 4~5 项），根据原始分析数据，提取有价值的信息，进行数学处理，提供分析结果以及对分析结果进行解释、研究和利用（流程图中 6~9 项）。

## 五、食品分析与感官评定技术用语的基本规定

1. 本书中使用的水 用于配制溶液时 系指纯度能满足分析要求的蒸馏水或离子交换水。用于配制高效液相色谱流动相和标准溶液时，系指二次蒸馏水。

## 2. 配制溶液的试剂：

(1) 配制一般提取溶液或一般试液，用化学纯以上的试剂。

(2) 配制标准溶液的试剂，尽可能用优级纯或基准级试剂。如没有优级纯或基准级试剂时，可用分析纯试剂，但要注意分析纯试剂的含量是否是100%，否则需要乘以系数加以校正。

(3) 溶液未指明用何种溶剂配制时，均指用水配制。

## 3. 溶液的浓度：

(1) 摩尔浓度：表示 1 L 溶液中含有溶质的摩尔数，用符号 mol/l 表示。

(2) 液体组分溶液：系指各组分液体体积比。如乙醇-丙酮-水（20:10:30）系指 20 体积乙醇、10 体积丙酮和 30 体积的水混合而成的溶液。

(3) 容量百分浓度：系指 100 ml 溶液中含有液体溶质的毫升数。如 20% 的乙醇溶液系指 20 ml 乙醇溶于水中，并用水稀释至 100 ml。

(4) 重量百分浓度：系指 100 ml 溶液中含有固体溶质的克数。如 2% 的硫酸铜溶液系指 2 克硫酸铜溶于水中，并用水稀释至 100 ml。

## 4. 测定结果表示形式：

(1) 百分含量（%）：系指每百克（或每百毫升）样品中所含被测组分的克数。

(2) 百万分含量：系指每千克（或每升）样品中所含被测组分的毫克数，或指每克（或每毫升）样品中所含被测组分的微克数。

(3) 十亿分含量：系指每千克（或每升）样品中所含被测组分的微克数，或指每克（或每毫升）样品中所含被测组分的纳克数。

## 5. 常用浓酸和氨水的浓度和密度：见表 1。

表 1 常用浓酸和氨水的浓度和密度

名 称	密 度 20℃ (g/ml)	浓 度	
		质量分数 (%) g/100 g 溶液	物质的量浓度 C (mol/L)
HNO <sub>3</sub>	1.420	71.63	16.14
HNO <sub>3</sub>	1.415	70.39	15.81
HNO <sub>3</sub>	1.410	69.23	15.49
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1.835	95.72	17.91
HCl	1.180	36.23	11.73
HCl	1.185	37.27	12.11

(续)

名 称	密 度 20 ℃ (g/ml)	浓 度	
		质量分数 (%) g/100 g 溶液	物质的量浓度 C (mol/L)
HCl	1.190	38.32	12.50
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	1.690	85.54	14.75
HClO <sub>4</sub>	1.540	60.04	9.203
HClO <sub>4</sub>	1.675	70.15	11.70
CH <sub>3</sub> COOH	1.050	99.90	17.50
氨 水	0.898	28.00*	14.76*
氨 水	0.896	28.67*	15.08*
氨 水	0.894	29.33*	15.40*
氨 水	0.892	30.00*	15.71*
氨 水	0.880	34.35*	17.75*

# 第一章 样品的采集、保存与制备

## 第一节 样品的采集

### 一、正确采样的意义

样品的采集简称采样(又称检样、取样、抽样等)是为了进行检验而从大量物料中抽取的一定数量具有代表性的样品。在实际工作中,要化验的物料常常量都很大,组成有的很均匀,而有的很不均匀,化验时有的需要几克样品,而有的只需几毫克。分析结果必须能代表全部样品,因此必须采取具有足够代表性的“平均样品”,并将其制备成分析样品,如果采集的样品不具有代表性,那么即使分析方法再正确,也得不到正确的结论。因此,正确的采样在分析工作中是十分重要的。

### 二、采样的一般方法

样品分检样、原始样品和平均样品三种。由整批食物的各个部分采取的少量样品称为检样。把许多份检样合在一起称为原始样品。原始样品经过处理再抽取其中一部分做检验用者称为平均样品。如果采得的检样互不一致,则不能把它们放在一起做成一份原始样品,而只能把质量相同的检样混在一起,作成若干份原始样品。

#### (一) 散粒状样品(如粮食、粉状食品)

散粒状样品的采样容器有自动样品收集器、带垂直喷嘴或斜槽的样品收集器、垂直重力低压自动样品收集器等(图 1-1)。

自动样品收集器通过水平的或垂直的空气流来对连续性生产的任何直径的粉末状、颗粒状样品进行采样分离,通过气流产生的正、负压对样品进行选择,然后分别包装送检。

带垂直喷嘴或斜槽的样品收集器可用于粉末状、颗粒状、片状和浆状样品,它可以将样品去杂后,按四分法取样、包装后送检。

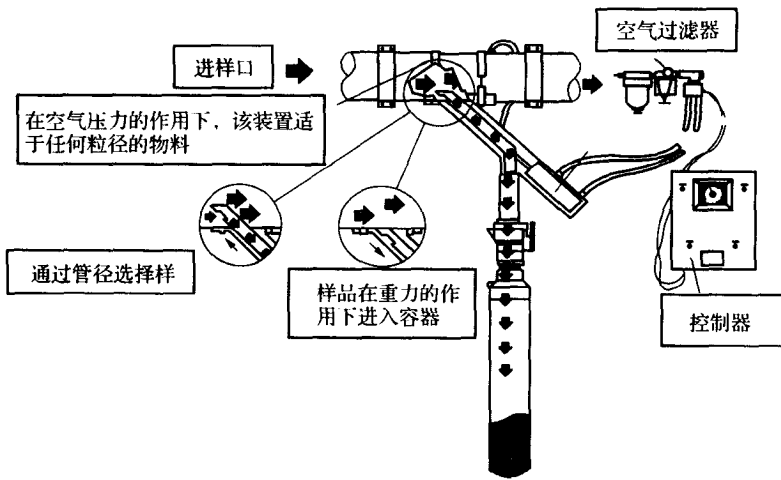


图 1-1 自动样品收集器

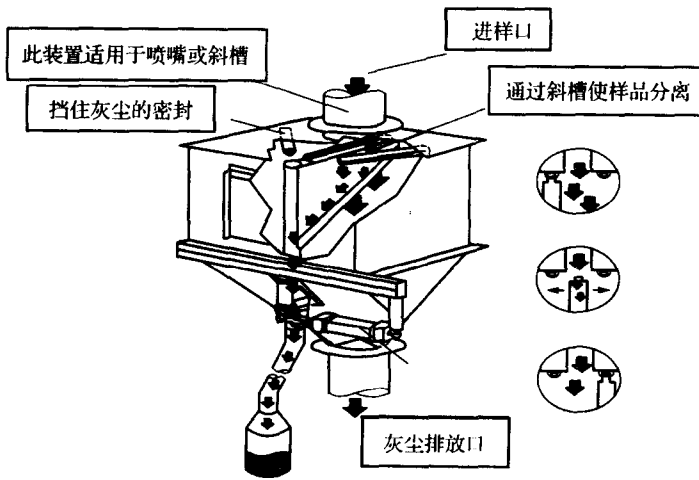


图 1-2 带垂直喷嘴或斜槽的样品收集器

垂直重力低压自动样品收集器可对固体样品按要求进行粉碎，然后将得到的粉末状、片状或颗粒状样品进行包装送检。

## (二) 液体样品

液体样品在采样前必须充分混合，混合方法有用混合器。如果样品量少，

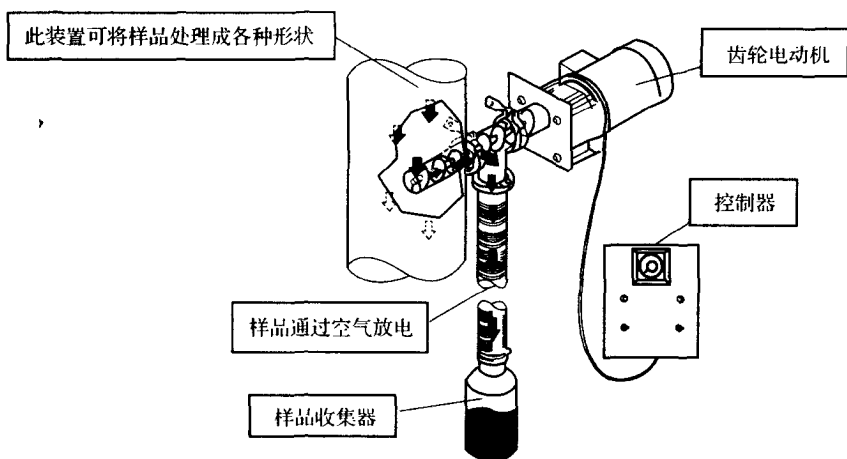


图 1-3 垂直重力低压自动样品收集器

可用两容器相互转移的方法来混合。采样一般用长形采样器，用虹吸法分层取样，然后装入小瓶混匀即可。

### (三) 对含水量较高的肉类、鱼类、禽类样品

可取其可食部分，放入绞肉机中绞匀。对含水量更大的水果蔬菜等，取其可食部分，放入高速组织捣碎器中搅匀。对于蛋类食品，去壳后用打蛋器打匀。对于罐头食品，取可食部分，并取出各种调味品后，再制备均匀。制备样品时，必须把带核的果实、带骨的畜禽、带鳞的鱼等样品预先去核、骨或鳞等不可食部分，然后进行样品的制备。有些样品需根据检验的目的而正确地采样。如进行有机农药残留的检验时，鸡的不同部位的农药残留量不同，因此取样时应加以注意。采样时必须表明样品名称、采样地点、时间、数量、采样方法及采样人签封。

## 三、采样实例

### (一) 罐头食品取样

可采用下列方法之一：

1. 按生产班次取样，取样数为  $1/3000$ ，尾数超过 1000 罐者，增取 1 罐，但每班每个品种取样基数不得少于 3 罐。

2. 某些产品生产量较大，则按班产量总罐数 20000 罐为基数，其取样数按  $1/3000$ ；超过 20000 罐以上罐数，其取样数可按  $1/10000$ ，尾数超过 1000

罐者，增取 1 罐。

3. 个别产品生产量过小，同品种、同规格者可合并班次取样，但并班总罐数不超过 5 000 罐，每生产班次取样数不少于 1 罐，并班后取样基数不少于 3 罐。

4. 按杀菌锅取样，每锅检取 1 罐，但每批每个品种不得少于 3 罐。

## (二) 液体样品取样

每次取样最少为 250 ml。

以牛乳为例，先用搅拌棒在牛乳中自上至下、自下至上各以螺旋式转动数次。若要采取数桶乳的混合样品时，则先要估计每桶乳的重量，然后以重量比例决定每桶乳中应采取的数量，用采样管采集在同一个样品瓶中，混匀即可。一般每千克可采样 0.2~1.0 ml。为了确定牧场在一定时期内牛乳的成分，可逐日按重量采集一定的样品量（如 0.5 ml/kg），每 100 ml 样品中可加入 1~2 滴甲醛作为防腐剂。

## (三) 全脂乳粉取样

乳粉用箱或桶包装者，则开启总数的 1%，用 83 cm 长的开口采样插，先加以杀菌，然后自容器的四角及中心采取样品各一插，放在盘中搅匀，采取约总量的千分之一为检验用。采取瓶装、听装的乳粉样品时，可以按批号分开，自该批产品堆放的不同部位采取总数的千分之一作为检验用，但不得少于两件。尾数超过 500 件者应加抽一件。

# 第二节 样品的制备与预处理

## 一、样品的采取

样品的制备在分析过程中有着举足轻重的作用。样品处理得好，对后面的分析工作会带来很大的方便，并会增加分析的准确度。下面我们对不同的样品来进行讨论。

(一) 液体：浆体或悬浮液体，一般是将样品摇动和充分搅拌。常用的简便搅拌工具是玻璃搅拌棒，还有带变速器的电动搅拌机，可任意调节搅拌速度。

(二) 互不溶的液体，如油与水的混合物，分离后分别采取。

(三) 固体样品应捣碎，反复研磨或用其他方法研细。常用工具有绞肉机、磨粉机、研钵等。

(四) 水果罐头在捣碎前须清除果核。肉禽罐头应预先清除骨头，鱼类罐

头要将调味品（葱、辣椒等）分出后再捣碎。常用工具有高速组织捣碎机等。

（五）在测定农药残留量时，各种样品制备方法如下：

（1）粮食。充分混匀，用四分法取 200 g 粉碎；全都通过 40 目。

（2）蔬菜和水果。先用水洗去泥沙，然后除去表面附着的水分。依当地食用习惯，取可食部分沿纵轴剖开，各取四分之一，切碎，充分混匀。

（3）肉类。除去皮和骨，将肥瘦肉混合取样。每份样品在检验农药残留量的同时，应进行粗脂肪含量的测定，以便必要时分别计算农药在脂肪或瘦肉中的残留量。

（4）蛋类。去壳后全部混匀。

（5）禽类。去毛，开膛去内脏，洗净，除去表面附着的水分。纵剖后将半只去骨的禽肉绞成肉泥状，充分混匀。检验农药残留量的同时，还应进行粗脂肪的测定。

（6）鱼类。每份鱼样至少三条。去鳞、头、尾及内脏，洗净，除去表面附着的水分，纵剖，取每条的一半，去骨刺后全部绞成肉泥状，充分混匀。

## 二、样品的预处理

食品中有害物质及某些特殊成分的检验有许多共同之处。由于食品本身（如蛋白质、脂肪、糖类等）对分析测定常产生干扰，因此在分析测定之前必须进行样品处理。样品在处理过程中，既要排除干扰因素，又要不至于使被测物质受到损失，而且应能使被测物质达到浓缩，从而使测定能得到理想结果。所以在食品分析测定时，样品的处理是整个分析测定中的重要步骤。

食品样品的处理方法，可根据被测物质的理化性质以及食品的类型、特点，常用以下几种：

### （一）有机物破坏法

用于食品中无机盐或金属离子的测定。在高温或强烈氧化条件下，使食品中有机物质分解，并在加热过程中成气态而散逸掉。根据具体操作方法不同，又分为干法灰化和湿法消化两大类。

1. 干法灰化法：样品在马福炉中（一般 550 ℃）被充分灰化灰化前须先碳化样品，即把装有待测样品的坩埚先放在电炉上低温使样品碳化，在碳化过程中为了避免测定物质的散失，往往加入少量碱性或酸性物质（固定剂），通常称为碱性干法灰化或酸性干法灰化。例如，某些金属的氯化物在灰化时容易散失，这时就加入硫酸，使金属离子转变为稳定的硫酸盐。干法灰化时间长，常需过夜完成，但无须工作者经常看管。由于试剂用量少，产品的空白值

较少，但对挥发性物质的损失较湿法消化为大。

2 湿法消化法：湿法消化是加入强氧化剂（如浓硝酸、高氯酸、高锰酸钾等），使样品消化而被测物质呈离子状态保存在溶液中。由于湿法消化是在溶液中进行的，反应也较缓和一些，因此被分析的物质散失就大大减少。湿法常用于某些极易挥发散失的物质，除了汞以外，大部分金属的测定都能得到良好的结果。湿法消化时间短，而且挥发性物质损失较少，然而其试剂用量较大并需工作者经常看管且湿法消化污染大，劳动强度大。

## （二）蒸馏法

利用液体混合物中各组分挥发度的不同分离为纯组分的方法叫蒸馏。兹将常用的蒸馏方法分述如下：

1. 常压蒸馏：当被蒸馏的物质受热后不易发生分解或在沸点不太高的情况下，可在常压进行蒸馏。常压蒸馏的装置比较简单，加热方法要根据被蒸馏物质的沸点来确定；如果沸点不高于  $90^{\circ}\text{C}$  可用水浴，如果超过  $90^{\circ}\text{C}$ ，则可改为油浴、沙浴、盐浴或石棉浴；如果被蒸馏物质不易爆炸或燃烧，可用电炉或酒精灯直接用火加热，最好要垫以石棉网，使受热均匀且安全。当被蒸馏物质的沸点高于  $150^{\circ}\text{C}$  时，可用空气冷凝管代替冷水冷凝器。

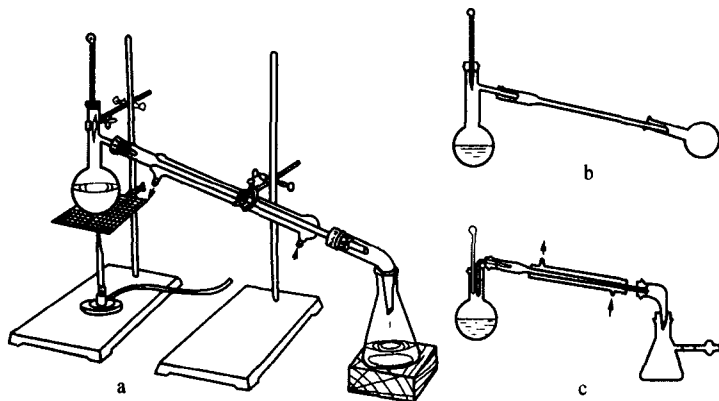


图 1-4 常压蒸馏装置

a. 常量蒸馏 b. 微量蒸馏 c. 半微量蒸馏

2. 减压蒸馏：有很多化合物特别是天然提取物在高温条件下极易分解，因此须降低蒸馏温度，其中最常用的方法就是在低压条件下进行。在实验室中常用水泵来达到减压的目的。

3. 水蒸气蒸馏：将水和与水互不相溶的液体一起蒸馏，这种蒸馏方法就

称为水蒸气蒸馏。水蒸气蒸馏是用水蒸气来加热混合液体的。例如，测定有机酸常用水蒸气将有机酸蒸出再进行测定。

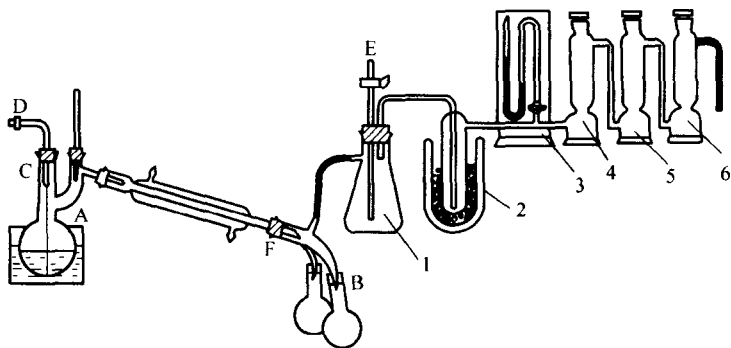


图 1-5 减压蒸馏装置

1. 缓冲瓶装 2. 冷却装置 3、4、5、6. 净化装置  
A. 减压蒸馏瓶 B. 接受器 C. 毛细管 D. 调气夹 E. 放气活塞 F. 接液管

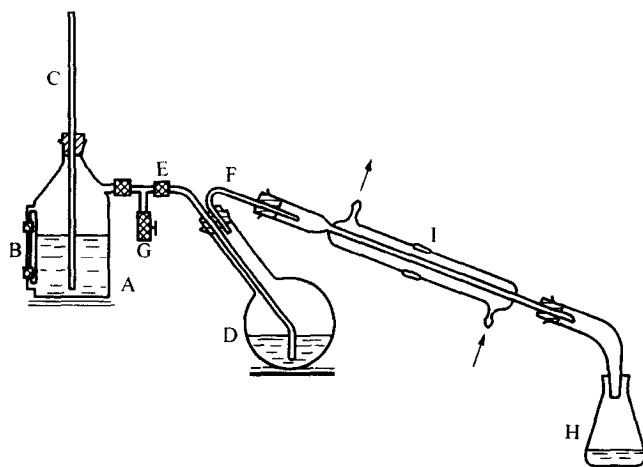


图 1-6 水蒸气蒸馏装置

- A. 水蒸气发生器 B. 玻管 C. 安全管 D. 长颈圆底烧瓶  
E. 水蒸气导管 F. 馏出液导管 G. 螺旋夹 H. 接受瓶 I. 冷凝管

4. 分馏：分馏是蒸馏的一种，是将液体混合物在一个设备内同时进行多次部分汽化和部分冷凝，将液体混合物分离为各组分的蒸馏过程。这种蒸馏方

法用于两种或两种以上组分是可以互溶而且沸点相差很小的混合液体。

### (三) 溶剂提取法

在任一溶剂中，不同的物质具有不同的溶解度。利用混合物中各物质溶解度的不同，将混合物组分完全或部分地分离，此过程叫萃取，也称提取。提取的方法很多，最常用的是浸泡法和溶剂分层法。

1. 萃取法：要从溶液中提取某一组分时，所选用的溶剂必须与溶液中原溶剂互不相溶，而且能大量溶解被提取的溶质（或者与提取组分互溶）。当选用溶剂与溶液混合后，由于某一组分在两互不相溶的溶剂中的分配系数不同，经多次提取可分离出来。抽提的仪器可采用各式各样的分液漏斗。

2. 浸泡法：从固体混合物（如从茶叶中提取茶多酚、从香菇中提取香菇多糖等）提取某种物质时，一般采用浸泡法，亦称为浸提法。浸提所采用的提取剂应既能大量溶解被提取的物质，又要不破坏被提取物质的性质。为了提高物质在溶剂中的溶解度，往往在浸提时要加热。

3. 盐析法：向溶液中加入某一盐类物质，使溶质溶解在原溶剂中的溶解度大大降低，从而从溶液中沉淀出来，这个方法叫做盐析。例如，在蛋白质溶液中，加入大量的盐类，特别是加入重金属盐，蛋白质就从溶液中沉淀出来。例如，在蛋白质的测定过程中，常用氢氧化铜或碱性醋酸铅将蛋白质从水溶液中沉淀下来，将沉淀消化并测定其中的氮量，据此以断定样品中纯蛋白质的含量。

在进行盐析工作时，应注意溶液中所要加入的物质的选择。它不会破坏溶液中所要析出的物质，否则达不到盐析提取的目的。此外，要注意选择适当的盐析条件，如溶液的 pH、温度等。盐析沉淀后，根据溶剂和析出物质的性质和实验要求，选择适当的分离方法，如过滤、离心分离和蒸发等。

### (四) 磺化法和皂化法

这是处理油脂或含脂肪样品时经常使用的方法。例如，油脂被浓硫酸磺化，或者油脂被碱皂化，油脂由憎水性变成亲水性，这时油脂中那些要测定的非极性物质就能较容易地被非极性或弱极性溶剂提取出来。

1. 磺化：油脂遇到浓硫酸就磺化成极性甚大且易溶于水的化合物，磺化净化法就是利用这一反应，使样品中的油脂经磺化后再用水洗除去。

磺化净化法主要用于对酸稳定的有机氯农药，不能用于狄氏剂和一般有机磷农药，但个别有机磷农药也可控在一定酸度的条件下应用。

利用经浓硫酸处理过的硅藻土作层析柱，使待净化的样品抽提液通过，以磺化其中的油脂，这是比较常用的净化方法。常以硅藻土 10g，加发烟硫酸 3 ml，并研磨至烟雾消失，随即再加浓硫酸 3 ml，继续研磨，装柱，加入待净

化的样品，用正己烷或环己烷、苯、四氯化碳等淋洗。经此处理后，样品中的油脂就被磺化分离了，洗脱液经水洗后可继续进行其他的净化或脱水等处理。不使用硅藻柱而把浓硫酸直接加在样品溶液里振摇和分层处理，也可磺化除去样品中的油脂，这叫直接磺化法。这种方法做起来要简便得多，在分液漏斗中就可进行。全部操作只是加酸，振摇、静置分层，最后把分液漏斗下部的硫酸层放出，用水洗涤溶剂层。磺化去油过程便完成了。

2. 皂化法：对一些碱稳定的农药（如艾氏剂、狄氏剂）进行净化时，可用皂化法除去混入的脂肪。又如在测定肉、鱼、禽类及其熏制品中的3,4-苯并芘（荧光分光光度法）时，可在样品中加入氢氧化钾，回流皂化2~3 h，除去样品中的脂肪。

### （五）色层分离法

这是应用最广泛的分离方法之一，尤其对一系列有机物质的分析测定，色层分离具有独特的优点。常用的色层分离有柱层析和薄层层析两种，由于选用的柱填充物和薄层涂布材料不同，因此有各种类型的柱层析分离和薄层层析分离。色层分离的最大特点是不仅分离效果好，而且分离过程往往也就是鉴定的过程。

## 三、样品的浓缩

样品提取和分离后，往往需要将大体积溶液中的溶剂减少，提高溶液浓度，使溶液体积达到所需要的体积。浓缩过程中很容易造成待测组分损失，尤其是挥发性强、不稳定的微量物质更容易损失，因此，要特别注意。当浓缩至体积很小时，一定要控制浓缩速度不能太快，否则将会造成回收率降低。浓缩回收率要求 $\geq 90\%$ 。浓缩的方法有以下几种：

1. 自然挥发法：将待浓缩的溶液置于室温下，使溶剂自然蒸发。此法浓缩速度慢，但简便。

2. 吹气法：采用吹干燥空气或氮气，使溶剂挥发的浓缩方法。此法浓缩速度较慢，对于易氧化、蒸气压高的待测物，不能采用吹干燥空气的方法浓缩。

3. K·D 浓缩器浓缩法：采用 K·D 浓缩装置（由 K·D 瓶、施耐德管、冷凝器、接收瓶等组成）进行减压蒸馏浓缩的方法。此法简便、待测物不易损失，是较普遍采用的方法。

4. 真空旋转蒸发法：在减压、加温、旋转条件下浓缩溶剂的方法。此法浓缩速度快，待测物不易损失、简便，是最常用理想的浓缩方法。

### 第三节 样品的保存

采取的样品应尽快进行分析，以防止其中水分或挥发性物质的散失及其他待测物质含量的变化。如果不能立即进行分析，必须加以妥善保存。应当把样品保存在密封洁净的容器内，必要时放在避光处，但切忌使用带有橡皮垫的容器。容易腐烂变质的样品需保存在  $0\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保存时间也不宜过长，否则，会招致样品变质或待测物质的分解。

某些国家采用冷冻干燥来保存样品。在进行冷冻干燥时，先将样品冷冻到冰点以下，水分即变成固态冰，然后在高真空下将冰升华以脱水，样品即被干燥。所用真空度约为  $133\sim 400\text{ Pa}$  的绝对压强，温度为  $-10\sim -30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，而逸出的水分聚集于冷冻的冷凝器，并用干燥剂将水分吸收或直接用真空泵抽走。

预冻温度和速度对样品有影响，为此须将样品的温度迅速降到“共熔点”以下。“共熔点”是指样品真正冻结成固体的温度，又称完全固化温度。对于不同的物质，其“共熔点”不同，苹果为  $-34\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、番茄为  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、梨为  $-33\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。由于样品在低温下干燥，食品化学和物理结构变化极小，因此食品成分的损失比较少，可用于肉、鱼、蛋和蔬菜类样品的保存。保存时间可达数月或更长的时间。

## 第二章 数据处理与质量控制

### 第一节 可信度的分析

分析方法和仪器操作等诸多问题，虽然这些问题都很重要，但如果没有一个对所得数据进行正确评估的方法，那么这些努力都将是徒劳的，因此，数理统计的一些方法在此就显得特别有效。本章的重点在于怎样评估同一样品在多次重复测定结果的准确度和精确度。本章的另一个重点是怎样评价待测样品的标准曲线。

#### 一、平均值

为了增加测定的准确度和精确度，测定工作常需要重复多次。在通常的工作中对同一样品常作三次平行测定。因为我们不能肯定哪一次测定结果更接近真实值，所以我们常采用多次测量结果的平均值（Mean or average）。该值用指定的符号  $\bar{X}$  来表示，并用下式来计算：

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + \cdots + X_n}{n} = \frac{\sum X_i}{n}$$

式中： $\bar{X}$  为平均值；

$X_1, X_2, \cdots, X_n$  为单个测量值；

$n$  为测定次数。

例如，我们测定未烘烤的汉堡包中水分含量，共测定四次，得到如下结果：64.53%、64.45%、65.10%、64.78%

$$\bar{X} = \frac{64.53\% + 64.45\% + 65.10\% + 64.78\%}{4} = 64.72\%$$

因此，该测定结果为 64.72%。必须明白该值是一个很好的估计值，而不是一个准确值，单个的测定值可以非常接近真实值，但得有一个方法使我们得到真实值，因此我们得到的都是平均值。