



中华人民共和国国家标准

GB 5009.3—2016

食品安全国家标准 食品中水分的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 5009.3—2010《食品安全国家标准 食品中水分的测定》、GB/T 12087—2008《淀粉水分测定 烘箱法》、GB/T 18798.3—2008《固态速溶茶 第3部分:水分测定》、GB/T 21305—2007《谷物及谷物制品水分的测定 常规法》、GB/T 5497—1985《粮食、油料检验 水分测定法》、GB/T 8304—2013《茶 水分测定》、GB/T 12729.6—2008《香辛料和调味品 水分含量的测定(蒸馏法)》、GB/T 9695.15—2008《肉与肉制品 水分含量测定》、GB/T 8858—1988《水果、蔬菜产品中干物质和水分含量的测定方法》、SN/T 0919—2000《进出口茶叶水分测定方法》。

本标准与 GB 5009.3—2010 相比,主要修改如下:

- 修改了第一法 直接干燥法、第二法 减压干燥法、第三法 蒸馏法和第四法 卡尔·费休容量法的适用范围;
- 修改了第一法 直接干燥法中的试剂、精密度、注释和分析步骤;
- 修改了第三法 蒸馏法的分析步骤;
- 删除了第四法 卡尔·费休法有关卡尔·费休库仑法的文字描述。

食品安全国家标准

食品中水分的测定

1 范围

本标准规定了食品中水分的测定方法。

本标准第一法(直接干燥法)适用于在 101 °C~105 °C 下,蔬菜、谷物及其制品、水产品、豆制品、乳制品、肉制品、卤菜制品、粮食(水分含量低于 18%)、油料(水分含量低于 13%)、淀粉及茶叶类等食品中水分的测定,不适用于水分含量小于 0.5 g/100 g 的样品。第二法(减压干燥法)适用于高温易分解的样品及水分较多的样品(如糖、味精等食品)中水分的测定,不适用于添加了其他原料的糖果(如奶糖、软糖等食品)中水分的测定,不适用于水分含量小于 0.5 g/100 g 的样品(糖和味精除外)。第三法(蒸馏法)适用于含水较多又有较多挥发性成分的水果、香辛料及调味品、肉与肉制品等食品中水分的测定,不适用于水分含量小于 1 g/100 g 的样品。第四法(卡尔·费休法)适用于食品中含微量水分的测定,不适用于含有氧化剂、还原剂、碱性氧化物、氢氧化物、碳酸盐、硼酸等食品中水分的测定。卡尔·费休容量法适用于水分含量大于 1.0×10^{-3} g/100 g 的样品。

第一法 直接干燥法

2 原理

利用食品中水分的物理性质,在 101.3 kPa(一个大气压),温度 101 °C~105 °C 下采用挥发方法测定样品中干燥减失的重量,包括吸湿水、部分结晶水和该条件下能挥发的物质,再通过干燥前后的称量数值计算出水分的含量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

3.1 试剂

3.1.1 氢氧化钠(NaOH)。

3.1.2 盐酸(HCl)。

3.1.3 海砂。

3.2 试剂配制

3.2.1 盐酸溶液(6 mol/L):量取 50 mL 盐酸,加水稀释至 100 mL。

3.2.2 氢氧化钠溶液(6 mol/L):称取 24 g 氢氧化钠,加水溶解并稀释至 100 mL。

3.2.3 海砂:取用水洗去泥土的海砂、河砂、石英砂或类似物,先用盐酸溶液(6 mol/L)煮沸 0.5 h,用水洗至中性,再用氢氧化钠溶液(6 mol/L)煮沸 0.5 h,用水洗至中性,经 105 °C 干燥备用。

4 仪器和设备

- 4.1 扁形铝制或玻璃制称量瓶。
 4.2 电热恒温干燥箱。
 4.3 干燥器:内附有效干燥剂。
 4.4 天平:感量为 0.1 mg。

5 分析步骤

5.1 固体试样:取洁净铝制或玻璃制的扁形称量瓶,置于 101 ℃~105 ℃干燥箱中,瓶盖斜支于瓶边,加热 1.0 h,取出盖好,置干燥器内冷却 0.5 h,称量,并重复干燥至前后两次质量差不超过 2 mg,即为恒重。将混合均匀的试样迅速磨细至颗粒小于 2 mm,不易研磨的样品应尽可能切碎,称取 2 g~10 g 试样(精确至 0.000 1 g),放入此称量瓶中,试样厚度不超过 5 mm,如为疏松试样,厚度不超过 10 mm,加盖,精密称量后,置于 101 ℃~105 ℃干燥箱中,瓶盖斜支于瓶边,干燥 2 h~4 h 后,盖好取出,放入干燥器内冷却 0.5 h 后称量。然后再放入 101 ℃~105 ℃干燥箱中干燥 1 h 左右,取出,放入干燥器内冷却 0.5 h 后再称量。并重复以上操作至前后两次质量差不超过 2 mg,即为恒重。

注:两次恒重值在最后计算中,取质量较小的一次称量值。

5.2 半固体或液体试样:取洁净的称量瓶,内加 10 g 海砂(实验过程中可根据需要适当增加海砂的质量)及一根小玻棒,置于 101 ℃~105 ℃干燥箱中,干燥 1.0 h 后取出,放入干燥器内冷却 0.5 h 后称量,并重复干燥至恒重。然后称取 5 g~10 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于称量瓶中,用小玻棒搅匀放在沸水浴上蒸干,并随时搅拌,擦去瓶底的水滴,置于 101 ℃~105 ℃干燥箱中干燥 4 h 后盖好取出,放入干燥器内冷却 0.5 h 后称量。然后再放入 101 ℃~105 ℃干燥箱中干燥 1 h 左右,取出,放入干燥器内冷却 0.5 h 后再称量。并重复以上操作至前后两次质量差不超过 2 mg,即为恒重。

6 分析结果的表述

试样中的水分含量,按式(1)进行计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X ——试样中水分的含量,单位为克每百克(g/100 g);
 m_1 ——称量瓶(加海砂、玻棒)和试样的质量,单位为克(g);
 m_2 ——称量瓶(加海砂、玻棒)和试样干燥后的质量,单位为克(g);
 m_3 ——称量瓶(加海砂、玻棒)的质量,单位为克(g);
 100 ——单位换算系数。

水分含量 ≥ 1 g/100 g 时,计算结果保留三位有效数字;水分含量 < 1 g/100 g 时,计算结果保留两位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

第二法 减压干燥法

8 原理

利用食品中水分的物理性质,在达到 40 kPa~53 kPa 压力后加热至 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,采用减压烘干方法去除试样中的水分,再通过烘干前后的称量数值计算出水分的含量。

9 仪器和设备

- 9.1 扁形铝制或玻璃制称量瓶。
- 9.2 真空干燥箱。
- 9.3 干燥器:内附有效干燥剂。
- 9.4 天平:感量为 0.1 mg。

10 分析步骤

- 10.1 试样制备:粉末和结晶试样直接称取;较大块硬糖经研钵粉碎,混匀备用。
- 10.2 测定:取已恒重的称量瓶称取 2 g~10 g(精确至 0.000 1 g)试样,放入真空干燥箱内,将真空干燥箱连接真空泵,抽出真空干燥箱内空气(所需压力一般为 40 kPa~53 kPa),并同时加热至所需温度 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。关闭真空泵上的活塞,停止抽气,使真空干燥箱内保持一定的温度和压力,经 4 h 后,打开活塞,使空气经干燥装置缓缓通入至真空干燥箱内,待压力恢复正常后再打开。取出称量瓶,放入干燥器中 0.5 h 后称量,并重复以上操作至前后两次质量差不超过 2 mg,即为恒重。

11 分析结果的表述

同第 6 章。

12 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

第三法 蒸馏法

13 原理

利用食品中水分的物理化学性质,使用水分测定器将食品中的水分与甲苯或二甲苯共同蒸出,根据接收的水的体积计算出试样中水分的含量。本方法适用于含较多其他挥发性物质的食品,如香辛料等。

14 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

14.1 试剂

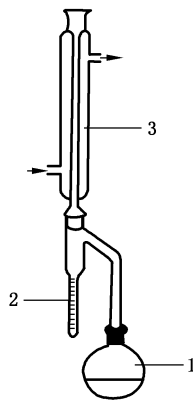
甲苯(C_7H_8)或二甲苯(C_8H_{10})。

14.2 试剂配制

甲苯或二甲苯制备:取甲苯或二甲苯,先以水饱和后,分去水层,进行蒸馏,收集馏出液备用。

15 仪器和设备

15.1 水分测定器:如图 1 所示(带可调电热套)。水分接收管容量 5 mL,最小刻度值 0.1 mL,容量误差小于 0.1 mL。



说明:

- 1——250 mL 蒸馏瓶;
- 2——水分接收管,有刻度;
- 3——冷凝管。

图 1 水分测定器

15.2 天平:感量为 0.1 mg。

16 分析步骤

准确称取适量试样(应使最终蒸出的水在 2 mL~5 mL,但最多取样量不得超过蒸馏瓶的 2/3),放入 250 mL 蒸馏瓶中,加入新蒸馏的甲苯(或二甲苯)75 mL,连接冷凝管与水分接收管,从冷凝管顶端注入甲苯,装满水分接收管。同时做甲苯(或二甲苯)的试剂空白。

加热慢慢蒸馏,使每秒钟的馏出液为 2 滴,待大部分水分蒸出后,加速蒸馏约每秒钟 4 滴,当水分全部蒸出后,接收管内的水分体积不再增加时,从冷凝管顶端加入甲苯冲洗。如冷凝管壁附有水滴,可用附有小橡皮头的铜丝擦下,再蒸馏片刻至接收管上部及冷凝管壁无水滴附着,接收管水平面保持 10 min 不变为蒸馏终点,读取接收管水层的容积。

17 分析结果的表述

试样中水分的含量,按式(2)进行计算:

$$X = \frac{V - V_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——试样中水分的含量,单位为毫升每百克(mL/100 g)(或按水在 20 °C 的相对密度 0.998,20 g/mL 计算质量);

V ——接收管内水的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——做试剂空白时,接收管内水的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

100——单位换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

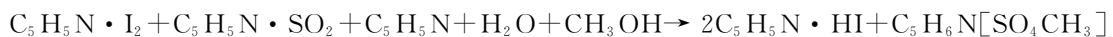
18 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

第四法 卡尔·费休法

19 原理

根据碘能与水和二氧化硫发生化学反应,在有吡啶和甲醇共存时,1 mol 碘只与 1 mol 水作用,反应式如下:



卡尔·费休水分测定法又分为库仑法和容量法。其中容量法测定的碘是作为滴定剂加入的,滴定剂中碘的浓度是已知的,根据消耗滴定剂的体积,计算消耗碘的量,从而计量出被测物质水的含量。

20 试剂和材料

20.1 卡尔·费休试剂。

20.2 无水甲醇(CH_3O):优级纯。

21 仪器和设备

21.1 卡尔·费休水分测定仪。

21.2 天平:感量为 0.1 mg。

22 分析步骤

22.1 卡尔·费休试剂的标定(容量法)

在反应瓶中加一定体积(浸没铂电极)的甲醇,在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点。加入 10 mg 水(精确至 0.000 1 g),滴定至终点并记录卡尔·费休试剂的用量(V)。卡尔·费休试剂的滴定度按式(3)计算:

$$T = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

T ——卡尔·费休试剂的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——水的质量,单位为毫克(mg);

V —— 滴定水消耗的卡尔·费休试剂的用量,单位为毫升(mL)。

22.2 试样前处理

可粉碎的固体试样要尽量粉碎,使之均匀。不易粉碎的试样可切碎。

22.3 试样中水分的测定

于反应瓶中加入一定体积的甲醇或卡尔·费休测定仪中规定的溶剂浸没铂电极,在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点。迅速将易溶于甲醇或卡尔·费休测定仪中规定的溶剂的试样直接加入滴定杯中;对于不易溶解的试样,应采用对滴定杯进行加热或加入已测定水分的其他溶剂辅助溶解后用卡尔·费休试剂滴定至终点。建议采用容量法测定试样中的含水量应大于 100 μg 。对于滴定时,平衡时间较长且引起漂移的试样,需要扣除其漂移量。

22.4 漂移量的测定

在滴定杯中加入与测定样品一致的溶剂,并滴定至终点,放置不少于 10 min 后再滴定至终点,两次滴定之间的单位时间内的体积变化即为漂移量(D)。

23 分析结果的表述

固体试样中水分的含量按式(4),液体试样中水分的含量按式(5)进行计算:

$$X = \frac{(V_1 - D \times t) \times T}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$X = \frac{(V_1 - D \times t) \times T}{V_2 \rho} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

X —— 试样中水分的含量,单位为克每百克(g/100 g);

V_1 —— 滴定样品时卡尔·费休试剂体积,单位为毫升(mL);

D —— 漂移量,单位为毫升每分钟(mL/min);

t —— 滴定时所消耗的时间,单位为分钟(min);

T —— 卡尔·费休试剂的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

m —— 样品质量,单位为克(g);

100 —— 单位换算系数;

V_2 —— 液体样品体积,单位为毫升(mL);

ρ —— 液体样品的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

水分含量 ≥ 1 g/100 g时,计算结果保留三位有效数字;水分含量 < 1 g/100 g时,计算结果保留两位有效数字。

24 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。