

食品分析检测

庄稼 迟燕华



四川科学技术出版社

食品分析检测

第二版

张发荣



中国轻工业出版社 (北京)

食品分析检测

庄稼 迟燕华 主编

四川科学技术出版社
1998年·成都

内 容 简 介

本书包括:食品的基本成分测定、食品添加剂测定、食品中的有害成分测定和物理检测四大部分。较详细介绍了食品分析的基本方法和原理,并注意色谱法在食品分析中应用的介绍。本书适合于作为高等院校分析专业学生的教科书,以及可作为从事分析工作实验技术人员的学习参考书。

食品分析检测

编 著 者 庄 稼 迟燕华
责任编辑 周绍传
装帧设计 力 科
责任出版 邓一羽
出版发行 四川科学技术出版社
成都盐道街3号 邮编 610012
开 本 787×1092 1/16
印 张 12.75 字数 320 千
插 页 1
印 刷 西南工学院印刷厂
版 次 1998年10月成都第一版
印 次 1998年10月第一次印刷
印 数 1—1000册
定 价 18.00元

ISBN 7-5364-4036-7/TS·234

■ 本书如有缺损、破页、装订错误,请寄回印刷厂调换。

■ 如需购本书,请与本社邮购组关系。
地址/成都盐道街3号
邮编/610012

■ 版权所有·翻印必究 ■

前 言

为了适应我国食品工业生产和食品科学技术的不断发展,以及对人民的生活、身体健康、商品贸易、食品检验等的需要,也为进一步培养食品学、营养学方面科技人才的需要,同时作为高等院校分析专业的专业课教材,我们编写了此书。

该书介绍了有关食品的品质分析,食品中主要营养成分的分析,同时也介绍了食品中添加剂、有害物质、微量元素等分析检测方法。

本书着重于实际分析操作的应用,同时也对分析方法的原理作了简要说明。书中除了一般常用的常规分析方法,还介绍了国内外一些新的分析方法。包括先进的仪器分析方法,如气相色谱分析、原子吸收分光光度法、荧光分析等。同时适当地引入了一些自己的科研成果。

食品分析的品种多,分析内容广泛、复杂,分析技术也在不断发展,加之时间和水平有限,该书难免有错误和不足之处,希望读者能提出宝贵意见。

编 者

1998年3月

目 录

第一篇 食品中基本成份的分析	(1)
第一章 样品的采取、制备、处理和保存	(1)
第一节 样品的采取	(1)
第二节 样品的制备与预处理	(3)
第三节 样品的保存	(7)
第二章 水分的测定	(8)
第一节 食品中的水分	(8)
第二节 常用的几种水分测定方法	(9)
第三章 灰分的测定	(14)
第一节 总灰分的测定	(14)
第二节 水溶性与水不溶性灰分、酸不溶性灰分测定	(15)
第三节 特殊灰化法	(16)
第四章 酸度的测定	(18)
第一节 食品中的酸	(18)
第二节 酸度的测定	(19)
第五章 脂类(脂肪和类脂类)的测定	(26)
第一节 概述	(26)
第二节 脂肪的分析方法	(27)
第六章 蛋白质的测定	(36)
第一节 概述	(36)
第二节 蛋白质的测定	(38)
第七章 碳水化合物的测定	(48)
第一节 糖类	(48)
第二节 糖类的分析测定	(53)
第三节 多糖的测定	(57)
第八章 各种维生素的测定	(66)
第一节 维生素 A 的测定	(66)
第二节 维生素 B ₁ 的测定	(69)
第三节 维生素 C 的测定	(73)
第四节 维生素 D 的测定	(78)
第五节 维生素 E 的测定	(80)
第九章 食品中微量元素的测定	(82)

第一节 金属元素	(82)
第二节 非金属元素	(88)
第一篇复习思考题	(94)
第二篇 食品中的添加剂的测定	(95)
第十章 食品添加剂的测定方法	(97)
第一节 防腐剂	(97)
第二节 发色剂及其它添加剂的测定	(102)
第三节 利用高效液相色谱测定食品添加剂	(108)
第二篇复习思考题	(131)
第三篇 食品中的有害物质的测定	(132)
第十一章 重金属的测定	(133)
第一节 重金属简介	(133)
第二节 测定的方法	(134)
第三节 重金属的测定	(138)
第十二章 食品中农药、黄曲霉素等有害物质的测定	(148)
第一节 有机氯农药残留量测定	(148)
第二节 黄曲霉素的测定	(151)
第三节 食品中N-亚硝胺类的测定	(153)
第四节 食品中苯并芘(a)的测定	(155)
第五节 几种有害物质的气相色谱法测定	(158)
第三篇复习思考题	(170)
第四篇 物理检验	(171)
第十三章 物理检验方法介绍	(171)
第一节 比重法	(171)
第二节 折光法	(177)
第三节 旋光法	(182)
第四篇复习思考题	(186)
说明与参考书目	(187)
附录一 糖溶液的比重和折射率	(188)
附录二 有关食品卫生标准规定	(196)
附录三 食物成份表	(197)

第一篇

食品中基本成分的分析

食品的成分十分复杂,取决于食品的种类、生长条件和加工方法等。因此要测定食品的所有成分是相当困难的。虽然各种食品的成分各不一样,但是,有不少成分却是各种食品都共有的。例如水分、碳水化合物(还原糖、蔗糖、淀粉、纤维素、果胶等)、氨基酸与蛋白质、脂肪与类脂化合物、有机酸、无机盐(矿物质)和维生素等。本篇所说的食品的基本成分指的就是这些物质,也就是人们常说的营养成分,这部分内容是食品分析的主体。

第一章 样品的采取、制备、处理和保存

第一节 样品的采取

一、正确采样的意义

在产品或原料中,抽取有一定代表性的样品供分析测试用的做法,叫作采样。采取的样品必须能代表全部被检查的物质,否则,即使以后的样品处理及检测无论怎样严格,精确,也将毫无价值。

食品种类繁多,并且一些食物的组成很不均匀,其所含成分的分布也不一致,故需采取其平均样品。所谓平均样品,是指所取出的少量的物料,其组成或成分能代表全部物料的成分。

采样时除十分注意样品的代表性外,还应了解商品的来源、批次组成和运输贮存条件,并要调查可能存在的成分逸散及污染情况。应均衡地,不加选择地从全部批次的各个部分按规定的数量和方法采样。

二、采样的一般方法

样品可分为原始样、检样和平均样三种。

原始样即是没有经过采样处理的,整批的保持原有成分状态的基本物料。在原始样的各部分采取的少量样品的称为检样。原始样品经过处理再抽取其中一部分作为检验用的称为平均样品。

1. 固体采样(如粮食、粉状食品)

可按不同批号分批进行。对同一批号的产品,采样次数可按下式决定:

$$S = \sqrt{N/2}$$

式中: N ——代表被检测物质的数目(件、袋、桶、包、箱等)

S ——采样次数

例如:200袋淀粉或砂糖,应从10袋中采样。然后将采得的样品合并混匀,按四分法或用分样器分取小样。最后留取的小样数量应不少于全部检测项目所需样品量的两倍(一般200g左右)。然后装入洁净干燥的广口瓶中,贴上标签。

具体的采取方法可采用双套回转取样管(见图1-1)插入容器中,回转180°取出样品,每一包

装须由上、中、下三层取出检样,把取出的多个检样集合起来混匀,用四分法或二分器法做成平均样品。

例如:将混匀样品堆集在清洁的玻璃板上,压平成厚度在 3cm 以下的正方形,并划成对角线,将样品分成四份,取对角线上的两份,再如上方法混合,分为四份,取对角两份。这样操作至取得所需数量为止,即是平均样品,见图 1-2 四分法取样图解。

2. 较稠的半固体样品(如稀奶油)

可用采样器,从上、中、下层分别取出检样,然后,再将检样混匀,缩分至得到所需数量的平均样品。

3. 液体样品

在采样前,应将样品充分混合,混合时可采用混合器,如容器内被检物量不多时,可采用由一个容器转移到另一容器的方法来混合取样。采样用长形管或特殊采样器。一般采用虹吸法分层(不同深度)取样,每层各取 500mL 左右,装入小口瓶中混匀备用。

4. 小包装的样品

如罐头、瓶装奶粉、饮料等,连包装一起采样。

5. 鱼、肉、蔬菜等组成不均匀的样品

可根据被检测物质的性质和检测的要求,由被检测物各个部分分别采样。也可从有代表性的各个部位(如肌肉、脂肪、蔬菜的茎、叶等)分别采样,经过充分打碎混合成为平均样品。对于特殊要求的,可按检测方法中的规定处理。样品制备好后,装入预先洗净烘干的广口瓶中,贴上标签、注明名称、采样日期、交货数量、采样方法及其它应用说明的情况,并由经手人密封。



图 1-1 双套回转取样器

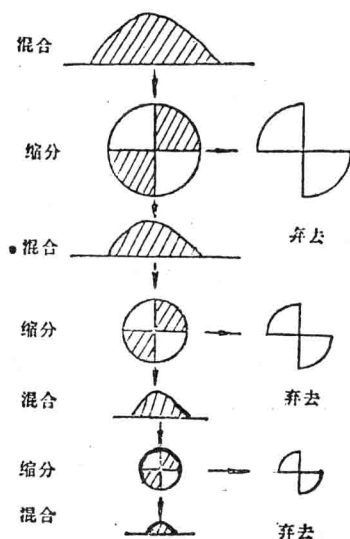


图 1-2 四分法取样图解

第二节 样品的制备与预处理

一、样品的制备

为了保证分析结果的正确性,对分析样品必须采用适当而正确的方法进行制备,其目的是要保证样品的均匀性和代表性,使其在分析时,获取的样品能代表全部样品的成分。

样品的制备是指试样的采取,粉碎混匀等过程,其方法因产品类别不同而异。

1. 液体、浆体和悬浮液体

一般是将样品摇动和充分搅拌均匀。常采用的简便的搅拌工具是玻璃搅棒,此外,还有带变速器的电动搅拌器等。

2. 互不相溶的液体

如油与水的混合物,分离后分别采取样品。

3. 固体样品

此类样品应切细、捣碎,反复研磨或用其它的方法磨细,常用工具有绞肉机、磨粉机、研钵等等。

4. 果类、肉禽类样品

水果类在捣碎前须清除果核。肉禽类应先清除骨头,鱼类罐头等要将调味品(葱、辣椒及其他)分出后再捣碎。常采用高速组织捣碎机等工具制备这类样品。

在测定动植物中农药残留量时,各种样品制备方法如下:

(1)粮食类 先将试样充分混匀,用四分法分取 200g 粉碎后使其全部通过 40 目筛。

(2)蔬菜和水果 先用水洗净,除去泥沙和表面脏物,然后除去表面附着的水分。按照当地的食用习惯,取可食部分沿纵轴剖开,各取四分之一,切碎、捣细、充分混匀。

(3)肉类 先除去皮和骨,将肥瘦肉混合取样。每份样品在检验农药残留量的同时,还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在瘦肉中的残留量。

(4)蛋类 去壳后,将其余全部充分混匀。

(5)禽类 去毛,开膛除去内脏,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,取每鱼的一半,去骨刺后全部绞成肉泥状,充分混匀。

二、样品的预处理

食品检验中,被测物质和其它同时存在的物质有许多共同之处,分析测定时常产生相互干扰。因此,分析测定前应将样品进行处理,这种处理就是要排除干扰因素,又不使被测物质受损失,而且能使被测物质达到浓缩,从而达到分析测定,得到准确结果的目的。所以,在食品分析测定中,样品的预处理是分析测定的一个重要步骤和环节。

通常,可根据测定物质的性质,以及食品的类型特点,采用下面的几种方法对食品进行处理:

(一)有机物破坏法

主要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除去。根据具体的操作方法不同,可分为干法灰化和湿法消化两大类。

1. 干法灰化

让样品在灰化炉中(一般 550°C)被充分氧化。为了避免在灰化过程中物质的散失,往往加入少量碱性或酸性物质(固定剂),这类方法通常称之为碱性干法灰化或酸性干法灰化。例如:样品中某些金属的氯化物在灰化时容易散失,这时就加入硫酸,使金属离子转变成稳定的金属硫酸盐,从而保证灰化完全,结果正确。

2. 湿法消化

此法是在试样中加入强氧化剂(如浓硝酸、高氯酸、高锰酸钾等),使样品消化,而被测物质则呈离子状态保存在溶液中,由于湿法消化在溶液中进行,反应也较干法缓和一些,所以,被分析物质的散失大大减少。湿法常应用于某些极易挥发散失的物质。除了汞以外,此法对大部分金属的测定都有良好的结果。

对以上两种处理方法相对而言,干法灰化时间长,常需过滤完成,但不必工作者经常看管,并且干法试剂用量少,测定空白值较少,但对挥发性物质的损失较湿法大。

湿法消化法时间短,并且样品中挥发性物质损失较少,然而其试剂用量较大,并要求工作者经常看管消化过程。

(二)蒸馏法

利用液体混合物中各组分不同的挥发度而蒸馏达到分离纯组分的方法叫做蒸馏法。

蒸馏法有下列常用几种:

1. 常压蒸馏法

当被蒸馏的物质受热后,不发生分解,或在沸点不太高的情况下,可在常压下进行蒸馏。

常压蒸馏的装置比较简单。加热的方法要根据被蒸馏物质的特性和沸点来确定,如果沸点超过了 90°C,则改为油浴、沙浴、盐浴、石棉浴。如果被蒸馏的物质不易爆炸或燃烧,可用电炉或酒精灯直接在火上加热,最好垫上石棉网,使其受热均匀和安全。当被蒸馏的物质沸点高于 150°C 时,可用空气冷凝管代替冷水冷凝器。

2. 减压蒸馏

当蒸馏物质在常压蒸馏下易分解,或其沸点太高时,可以采用减压蒸馏。减压装置可用水泵或真空泵。

3. 水蒸汽蒸馏

将水和与水互不相溶的液体一起蒸馏,这种蒸馏方法称之为水蒸汽蒸馏。水蒸汽蒸馏是用水蒸汽来加热混合液体的。

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。这种蒸馏方法常用这类混合液体之中,即它的两种或两种以上组分是可以互溶而且沸点相差很小的。

5. 扫集共蒸馏法

扫集共蒸馏法是在专门的成套装置中进行的(见图 1-3),可用于农药分析中的分离富集。其工作原理是将样品抽取液用注射器从施特勒(*Storherr*)管的一端注入后,农药便和溶剂在加热的管中汽化为蒸汽,并借氮气流吹入冷凝管,然后通过微层析柱进入收集器内,而脂肪和色素等杂质则被留在施特勒管和微层析柱中。用此法净化只需 20~30 分钟,速度快并且节省溶剂,是一项颇有发展前途的净化方法。此法对试样中的色素及脂肪都可分离。

先进的自动化扫集共蒸馏器装有 20 条净化管道,可在 2.5 小时内净化 20 份样品提取液。

蔬菜、水果、食用油脂和乳制品中的有机氯和有机磷农药都可用本法分离净化。

(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的溶解度不同,将混合物组分完全或部分地分离,此过程叫萃取,也称溶剂提取。最常用的溶剂分层法和浸泡法。

1. 溶剂分层法

要从溶液中提取某一组分时,所选用的萃取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)。当选用萃取溶剂与溶液混合后,由于某一组分在两种互不相溶的溶剂中的分配系数不同,经多次萃取可分离出来。

提取的仪器采用分液漏斗。

2. 浸泡法

从固体混合物或有机体中提取某物质时,一般采用浸泡法,所以,这种方法称为浸提。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,往往在浸取时,要加热。常采用索克斯特式提取器(简称索氏提取器)。

3. 盐析法

向溶液中加入某一物质,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,这种方法叫做盐析。

例如:在蛋白质测定中,加入氢氧化铜或碱性醋酸铅,使得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,从而测定样品中纯蛋白质的含量。

在进行盐析时,应注意所要加入溶液中的物质的选择。要求加入的物质不应破坏溶液中所要析出的物质,否则达不到盐析提取的目的。盐析沉淀分离法中,应根据溶液、溶剂、析出的物质的性质和分析要求选择适当的分离条件(溶液的 pH 值、温度、浓度等)和方法(如过滤、离心、蒸发等)。

(四)磺化法和皂化法

这是用于处理油脂或含脂肪这类样品经常使用的方法。例如:油脂被浓硫酸磺化,或者油脂被碱皂化,使油脂由憎水性成为亲水性,这时,油脂中那些要测定的非极性物质就能较容易被非极性或弱极性溶剂提取出来。

1. 磺化法

油脂与浓硫酸磺化反应,成为极性较大并且易溶于水的化合物,其反应式如下:

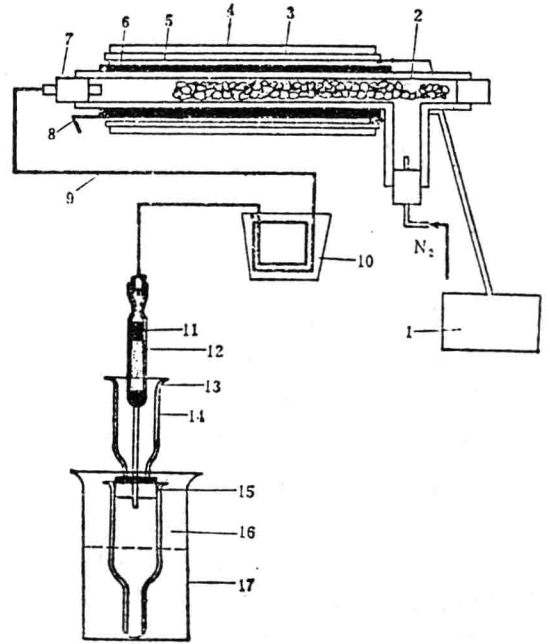
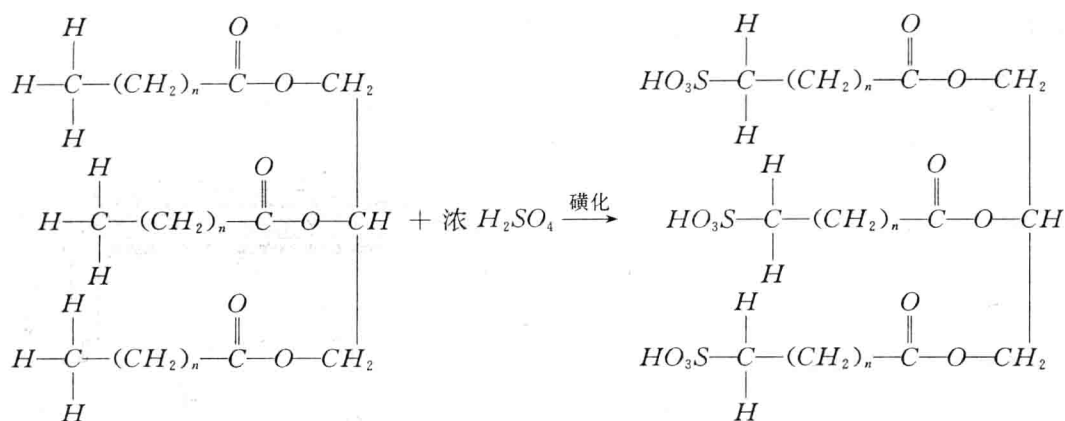


图 1-3 扫集共蒸馏装置

- 1—可变压器 2—施特勒管(填充 12~15 厘米硅烷化的玻璃棉) 3—石棉 4—绝缘套 5—加热板
- 6—铜管 7—硅橡胶塞 8—高温计 9—聚氟乙烯管 10—水或冰浴 11—硅烷化玻璃
- 12—ANAKROM ABS(一种吸附剂) 4cm
- 13—尾接管 14—硅烷化玻璃棉 15—19~22 号标准磨口 16—离心管 17—盛水烧杯



利用这一反应,使样品中的油脂磺化后再用水洗除,就是磺化净化法。

此法主要用于对酸稳定的有机氯农药,如 DDT 和六六六等,不能用于狄氏剂和一般有机磷农药,但对于个别有机磷农药也可控制在一定酸度条件下应用。

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。

一般取硅藻土 10g,加发烟硫酸 3mL,并研磨至烟雾消失,随即再加浓硫酸 3mL,继续研磨,然后将研磨好硅藻土装柱。加入待净化的样品,用正乙烷或环乙烷、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,洗脱液经水洗后可继续进行其它的净化或脱水等处理。

也可不使用硅藻柱而把浓硫酸直接加入样品溶液里振摇和分层处理,同样可磺化除去样品中的油脂,这叫直接磺化法。这种方法操作较简便,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。这样,磺化去油的过程便完成了。

2. 皂化法

一些对碱稳定的农药(如:艾氏剂、狄氏剂)进行净化时,可用皂化法除去混入的脂肪。例如:在测定肉、鱼、禽类及其熏制品中的 3,4-苯并芘时,可在样品中加入氢氧化钾,回流皂化 2~3 小时,以除去样品中的脂肪。

(五) 色层分离法

色层分离是化学分离法中一种极为重要的方法,尤其对一系列有机物质的分析测定,色层分离有它的独特优点,其最大的特点不仅是分离效果好,而且分离的过程往往也是鉴定的过程。色层分离常用的方式有柱上色层,纸上色层和薄层色层等,以柱上色层法应用最广。由于选用的柱填充物和薄层涂布材料不同,所以有各种类型的柱层析分离和薄层层析分离。

柱层析法是净化抽提液中杂质的最通用方法。在使用此法时,调整吸附剂的活性及选用极性弱适宜的溶剂是净化成败的关键。柱层析法有吸附柱层析法和分配柱层析法。吸附柱层析法常用氧化铝,弗罗里砂土、活性炭和硅胶等作吸附剂;分配柱层析法常用硅藻土和弗罗里砂土等作担体。

薄层层析实际只包括从点样到样品中被测各组分在薄层板上得到分离的过程。不同组分在薄层层析上得到分离,是因为其极性不同的结果,但必须给予适当的条件才能实现。所谓条件,就是在进行吸附薄层层析或分配薄层层析时,吸附剂和展开剂或者静相溶剂和动相溶剂的选用与配合,一般称作层析系统。

样品的处理方法很多,在实际应用中,为了获得最理想的分离效果,往往把两种或两种以上的处理方法结合起来使用,详细的可在具体测试方法中的样品处理部分了解。

第三节 样品的保存

通常,采取样品应在当天进行分析,以防止其中水分或挥发性物质的散失,以及其它待测物质含量的变化。如果不能立即进行分析,必须要妥善保存。

样品应当保存在清洁、密封的容器内,必要时放在避光处,但切忌使用带有橡皮垫的容器。对于容易腐烂变质的样品需保存在 $0^{\circ}\text{C}\sim 5^{\circ}\text{C}$,保存时间也不易过长,否则,样品会变质或待测组分分解,致使分析结果不准确。

一些国家采用升华干燥来保存样品,又称为冷冻干燥。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脱水,样品即被干燥。所用真空度约为 $0.013kPa\sim 0.040kPa$ 绝对压强,温度为 $-10^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$,而逸出的水分聚集于冷冻的冷凝器内,并用干燥剂将水分吸收或直接用真空泵抽走。

冷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°C ,西红柿为 -40°C ,梨为 -33°C 。

由于样品在低温下干燥,食品化学和物理结构变化极小,所以,食品成分的损失比较少,可用于肉、鱼、蛋和蔬菜样品的保存。保存时间可达数月或更长的时间。

第二章 水分的测定

第一节 食品中的水分

一、食品中水分的作用

水是维持动、植物生存必不可少的物质之一。水分也是食品分析的重要测试项目之一,控制食品水分含量,关系到食品品质的保持和食品稳定性的提高。例如:脱水果蔬的非酶褐变(食品在加工、贮藏期间里,食品发生褐色变化而比原来的色泽加深的现象)可随水分含量的增加而增加,某些食品的水分减少到一定程度时将引起水分和食品中其它组分的平衡关系的破坏,于是,产生蛋白质的变质,糖和盐的结晶,降低食品的复水性,保藏性及组织形态等。食品的变质甚至腐败,还起因于微生物的生长。这与食品的含水量也有直接的关系。换言之,食品的含水量会影响食品的风味、腐败和发霉。同时,干燥食品吸潮后还会发生许多物理性质的变化。此外,在肉糜类加工中,如香肠的口味就与吸水,含水的情况关系十分密切。所以食品的含水量对食品的鲜度、硬软性、流动性、色味性、保藏性、加工性等许多方面有着至为重要的关系。

二、食品中水分的含量

除谷物和豆类等种子类食品(一般水分在12%~16%)之外,作为食品的许多动、植物一般含有60%~90%的水分,有的甚至更高,水是组成成分中数量最多的组分。例如:鲜果为69.7%~92.5%、鲜蔬菜为79.7%~97.1%、瘦肉类(鲜瘦肉)为52.6%~77.4%、鱼类为67%~81%、牛乳为87.0%~87.5%、乳粉(含)3.0%~5.0%、鲜蛋67.3%~74.0%、脱水蔬菜6%~9%、面粉12%~14%、饼干2.5%~4.5%,面包的水分随品种不同略有差异,一般为32%~42%,如主食面包约为32%~36%,花色面包为35%~42%。所以水分的含量某种意义上直接说明食品的新鲜程度,加工时间、工艺等状况。

三、食品中水的存在形式

在动、植物体内,水不仅以纯水状态存在,而且常常是溶解那些可溶性的物质(例如:糖类和许多盐类)而构成溶液,以及把淀粉、蛋白质等亲水性高分子分散在水中形成凝胶来保持一定形态的膨胀体。另外,水虽然不能溶解油脂类的脂溶性化合物,但象石蜡,磷脂类界面活性剂在水中达到某种程度时,则可生成微胶粒,而把油脂物乳化分散在水中,所以,食品中的水分主要有下列三种存在形式。

1. 机械结合水

由分子间力形成的吸附水及充满在毛细管或巨大孔隙中的毛细管水。

2. 真溶液或胶态溶液的分散介质

如食盐、砂糖、氨基酸、蛋白质或植物胶的水溶液中的水。

3. 化学结合水

一种为食品成分中为蛋白质活性基($-OH$, $-NH$, $-NH_2$, $-COOH$, $-CONH_2$)和碳水化合物的活性基($-OH$)以氢键结合而不能自由运动的结合水(*bond water*)。因为这种水是以配价键结合的,其结合力要比吸附水分子与物质分子间的吸引力大得多,很难用蒸发的方法除去。

第二节 常用的几种水分测定方法

水分测定法一般分为直接法和间接法两类。利用水分本身的物理性质和化学性质测定水分的方法,叫做直接法,如:重量法、蒸馏法和卡尔·费休法;利用食品的比重、折射率、电导、介电常数等物理性质测定水分的方法,叫作间接法。具体的测定方法应根据食品的性质和测试要求及目的来选定。

一、重量法

分析测试过程中包括有称量步骤的测定方法,统称为重量法,如烘箱干燥法,红外线干燥法、干燥剂法等。

(一)烘箱干燥法

在一定的温度和压力条件下,将样品加热干燥,以排除其中水分的方法,叫做烘箱干燥法。它包括常压烘箱干燥法和真空烘箱干燥法。这种方法费时较长,但操作简便,应用范围较广。特别是真空烘箱干燥法,常作为标准方法使用。

应用本法测定水分的样品应当符合下述三个条件:

- (1)水分是唯一的挥发性物质;
- (2)水分的排除情况很完全;
- (3)食品中其它组分在加热过程中由于发生化学反应而引起的重量变化可以忽略不计。

由于食品的组织极为复杂,并且多半含有胶态物质,想要把结合水完全排除是较为困难的。有时,加热温度已使样品碳化,而有部分结合水依然无法除去,所以,烘箱干燥法实际上不能测出食品中的真正水分。可是,若用真空烘箱干燥法,测定结果比较接近真正水分,并且分析客观性也较好。例如:许多生物材料中的水分,大部分可以用一般烘干法除去,但是,驱除其中最后残留的 1% 的水,却十分困难,若采用真空干燥法,这些残留水就可以较快除去,并且不易引起食品中其它组分的化学变化。

1. 常压干燥法

精确称取均匀样品 2g~10g(视样品性质和水分含量而定),置于已干燥,冷却和称重的有盖铝皿中(或其它金属皿中),移入 100℃~150℃烘箱内,开盖,经过 2~3 小时后,取出,加盖,置于干燥器中冷却,称重。再烘一小时,取出放入干燥器中,冷却称重。前后两次重量差不超过 0.002g 即可认为恒重。

按下式计算水分的百分含量:

$$\text{水分}(\%) = \frac{G}{W} \times 100$$

$$\text{干燥物}(\%) = 100 - \text{水分}\%$$

式中:G——样品干燥后失重(g);

W——样品重量(g)。

采用此法样品的情况和预处理方法对分析结果影响较大。应当注意如下事项:

(1)固体样品必须磨碎,谷类约为 18 目,其它食品为 30 目~40 目。液体样品宜先在水浴上浓缩,然后用烘箱干燥。

(2)糖、浆、甜炼乳等浓稠液体,一般要加水稀释。糖浆稀释液的固形物含量应控制在 20%~

30%，甜炼乳的稀释方法为：称取样品 25g，加水定容到 100mL。

(3) 面包之类水分含量大于 16% 的谷类食品，可采用二步干燥法。如：将面包称重后，切成厚为 2cm~3cm 的薄片，风干 15~20 小时，然后再称重、磨碎、过筛，以烘箱干燥法测定水分。

二步干燥法中，测定结果以下式表示：

$$Z(\%) = \frac{(W_1 - W_2) - W_2 \times X\%}{W} \times 100$$

式中：Z——新鲜面包的水分百分含量；

X——风干面包的水分百分含量；

W_1 ——新鲜面包的总重量(g)；

W_2 ——风干面包的总重量(g)。

二步干燥法所得分析结果准确度较一步法高，但费时长。

(4) 样品重量通常控制其干燥残留物为 2g~4g。

(5) 铝质称量皿规格为：直径 5cm，高度至少 2cm，直径加大时，高度至少 3cm，称量皿底部直径：对少量液体为 4cm~5cm；对多量液体为 6.5cm~9.0cm；对水产品为 9cm。

2. 真空干燥法

对加热至 100℃ 以上时容易破坏，变质或不易除去结合水的样品，如糖浆、味精、砂糖、糖果、脱水蔬菜、果类等，可采用真空干燥法。

在已知重量的测量皿内放入称取的样品后，移入真空干燥箱内，在适当的温度（一般 70℃ 以下）和真空度（一般 80.0kPa 以上）下，加热干燥至恒重。根据干燥后失重，计算样品的水分或干燥物的含量。

采用本法注意：

(1) 对于干果和其它水果制品、坚果及其制品、油脂、干酪、蔬菜、谷物、绝对压强不可大于 13.3 kPa；

(2) 对于糖和糖制品，绝对压强不大于 6.67kPa；

(3) 对于谷类制品、蛋及蛋制品，绝对压强应小于 3.33kPa。

3. 红外线干燥法

本法以红外线为加热干燥的热源，常用的产生红外线方法有两种：一种是用红外线灯泡，干燥时可调节灯泡与物料之间的距离，从而调节加热温度。另一种是用电热丝降压（例如：降至 110 伏），使温度降低，从而辐射出比较大量的红外线。物料的干燥可参照干燥法进行。

利用红外线热源与称量天平结合在一起，可以做成快速测定水分的装置。

为了缩短干燥时间，一种低光度的特制的钨丝灯已应用，其功率 250W~500W。辐射热可以穿透样品，到达样品内部的一定深处，这样即加速了水分的蒸发，而样品本身温度升高并不大。

钨丝灯与样品的间距是一项重要的参数，距离太近，样品会分解，通常取 10cm 左右。被测样品的厚度为 10mm~15mm，在最适当条件下，样品干燥时间的最大值为：肉制品 20 分钟、焙烤制品 25 分钟。根据样品的性质和样品中水分的含量，样品重量约为 2.5g~10g。

对热不稳定的样品，可采用干燥剂法，即在室温常压或减压条件下，以干燥剂吸收样品中扩散出来的水分，直至达到平衡状态。

常用的干燥剂是浓硫酸。对浓硫酸要进行如下处理：把硫酸放入凯氏烧瓶中煮沸 4 小时，瓶口加塞盖住，塞子中插有氯化钙管，煮毕后冷却。这种浓硫酸干燥剂的吸水效果好，但它有腐蚀性，增加了不安全因素。干燥剂法费时较长，常需数天或几个星期，甚至几个月才能完成，这是它的主要缺