

保健食品检验与 评价技术指南

Quality Inspection and
Safety Evaluation of Health Foods

张双庆 崔亚娟 张彦 高丽芳 主编

 北京科学技术出版社

保健食品检验与评价技术指南

张双庆 崔亚娟 张彦 高丽芳 主编

 北京科学技术出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

保健食品检验与评价技术指南/张双庆等主编. —北京: 北京科学技术出版社, 2017. 11

ISBN 978 - 7 - 5304 - 9016 - 7

I. ①保… II. ①张… III. ①疗效食品 - 食品检验 - 指南

IV. ①TS218 - 62 ②TS207. 7 - 62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 104884 号

保健食品检验与评价技术指南

主 编: 张双庆 崔亚娟 张 彦 高丽芳

责任编辑: 朱 琳

责任印制: 李 茗

封面设计: 申 彪

出 版 人: 曾庆宇

出版发行: 北京科学技术出版社

社 址: 北京西直门南大街 16 号

邮政编码: 100035

电话传真: 0086-10-66135495 (总编室)

0086-10-66113227 (发行部)

0086-10-66161952 (发行部传真)

电子信箱: bjkj@bjkjpress.com

网 址: www.bkydw.cn

经 销: 新华书店

印 刷: 北京中献拓方科技发展有限公司

开 本: 787mm × 1092mm 1/16

字 数: 900 千字

印 张: 39.25

版 次: 2017 年 11 月第 1 版

印 次: 2017 年 11 月第 1 次印刷

ISBN 978 - 7 - 5304 - 9016 - 7/T · 921

定 价: 218.00 元



京科版图书, 版权所有, 侵权必究。
京科版图书, 印装差错, 负责退换。

编者名单

主 编 张双庆 崔亚娟 张 彦 高丽芳

编 者 (按姓氏笔画排序)

王梦倩 孔凡华 白沙沙 朱娅敏

刘玉峰 李全霞 何 涛 沈 蕊

张海波 张艳红 陈月晓 陈兆天

陈智仙 赵 楨 赵菁菁 黄 建

黄振武 梁敏慧 彭 宁 程岁寒

前 言

保健食品是声称并具有特定保健功能或者以补充维生素、矿物质为目的的食品，适用于特定人群食用，具有调节机体功能，不以治疗疾病为目的，并且对人体不产生任何急性、亚急性或慢性危害的食品。我国保健食品长期在低水平徘徊，没有确定其功效成分和解决功效成分的检测方法是一个主要因素。同时，保健食品的保健功能是因含有一定量的功效成分，这要求必须有可靠的检测方法能定量检测出，其功能通过动物或/和人体试食试验加以验证，其安全性通过毒理学和卫生学评价。

本书的编写人员都是长期从事保健食品研发、生产、管理、检验与评价的专业工作者，具有较深厚的理论基础和实践经验，根据自己工作经验和国内外的最新研究成果，从保健食品性指标检测、功效成分检测、限量成分检测、违禁添加物质检测、毒理学评价、功能学评价、卫生学评价等方面详细阐述，汇编成册，以飨读者。本书能为我国广大的保健食品工作者提供最新、最实用的保健食品检验与评价方法，从而促进我国保健食品研发，加强我国保健食品检验，提高我国保健食品质量，提升我国保健食品安全标准水平。

本书对保健食品及食品卫生理化检测、毒理学评价、功能学评价、卫生学评价、保健食品的研发、注册、教学、生产及管理人员具有较大的参考价值。

目 录

第一章 保健食品质量控制总论	1
第二章 保健食品物性指标检测	5
一、水分测定	5
二、可溶性固形物测定	8
三、pH 值测定	9
四、比重测定	10
五、过氧化值测定	10
六、丙酮不溶物测定	11
七、乙醚不溶物测定	12
八、崩解时间测定	12
九、乙醇浓度测定	13
十、甲醇、杂醇油分析	13
第三章 保健食品中功效成分的检测	19
一、维生素类功效成分测定	19
二、脂类功效成分测定	63
三、蛋白质类测定（含氨基酸和功能性蛋白质）	82
四、碳水类化合物测定	97
五、膳食纤维类测定（含低聚糖）	107
六、矿物质元素及化合物测定	127
七、类胡萝卜素类功效成分测定	139
八、总黄酮类功效成分测定	152
九、皂苷类功效成分测定	158
十、酚酸类功效成分测定	166
十一、其他类功效成分测定	170

第四章 保健食品中限量成分的检测方法	190
一、合成食品添加剂测定	190
二、药物残留成分测定	205
三、重金属残留测定	259
第五章 保健食品中违禁添加物质检测	269
一、枸橼酸西地那非测定	269
二、洛伐他丁测定	270
三、咖啡因测定	271
四、3-氯-1,2-丙二醇测定	272
五、甲醛测定	275
六、指示性多氯联苯测定	276
七、吡啶甲酸铬测定	284
八、17 β -雌二醇、雌三醇、炔雌醇测定	285
九、地西洋和安眠酮测定	288
十、脱氢表雄甾酮测定	290
十一、异嗪皮啉测定	291
十二、河鲀毒素测定	292
第六章 保健食品安全性评价总论	298
一、保健食品安全性毒理学评价四个阶段、试验内容、目的和结果判定	298
二、不同保健食品选择毒性试验的原则	298
第七章 保健食品安全性评价通则	303
一、对受试物的要求和试验前处理的要求	303
二、样品接收及管理流程	304
三、实验动物接收检疫程序	306
四、常用实验动物操作技术	307
第八章 保健食品毒理学评价方法	313
一、大鼠/小鼠经口急性毒性试验：最大耐受剂量法	313
二、大鼠/小鼠经口急性毒性试验：霍恩（Horn）法	313
三、鼠伤寒沙门菌回复突变试验（Ames 试验）	314
四、骨髓细胞微核试验	322

五、哺乳动物骨髓细胞染色体畸变试验	324
六、小鼠精子畸形试验	326
七、小鼠睾丸染色体畸变试验	328
八、啮齿类动物显性致死试验	330
九、非程序性 DNA 合成试验	332
十、果蝇伴性隐性致死试验	336
十一、体外哺乳类细胞 HGPRT 基因突变试验	337
十二、小鼠淋巴瘤细胞 TK 基因突变试验	340
十三、30 天喂养试验	344
十四、90 天喂养试验	347
十五、致畸试验	348
十六、生殖发育毒性试验	354
 第九章 保健食品功能学评价	 369
一、增强免疫力功能检验方法	369
二、辅助降低血脂功能检验方法	382
三、辅助降血糖功能检验方法	384
四、抗氧化功能检验方法	389
五、辅助改善记忆功能动物实验设计及准备过程	402
六、缓解视疲劳功能检验方法	408
七、促进排铅功能检验方法	410
八、清咽功能检验方法	410
九、辅助降血压动物实验方法	412
十、改善睡眠功能检验方法	413
十一、促进泌乳功能动物实验方法	415
十二、缓解体力疲劳功能动物实验设计和准备过程	416
十三、提高缺氧耐受力功能检验方法	422
十四、对辐射损伤具有辅助保护功能实验设计过程	424
十五、减肥功能检验方法	428
十六、改善生长发育功能动物实验方法	429
十七、增加骨密度功能动物实验方法	429
十八、改善营养性贫血功能动物实验方法	433
十九、对化学性肝损伤具有辅助保护功能实验方法	434
二十、祛痤疮功能检验方法	440

二十一、祛黄褐斑功能检验方法	441
二十二、改善皮肤水份功能检验方法	442
二十三、改善皮肤油份功能检验方法	443
二十四、调节肠道菌群功能动物实验方法	444
二十五、促进消化功能动物实验设计和准备过程	448
二十六、通便功能动物实验设计过程	449
二十七、对胃黏膜损伤有辅助保护功能动物实验方法	452

第十章 保健食品卫生学评价	455
一、微生物学检验和稳定性实验——霉菌和酵母计数	455
二、曲霉属菌种鉴定方法	456
三、酵母菌属菌种鉴定方法	457
四、蝙蝠蛾拟青霉及蝙蝠蛾被毛孢菌种鉴定方法	458
五、红曲霉属菌种鉴定方法	459
六、放线菌菌种鉴定方法	460
七、真菌菌种安全性评价方法	461
八、菌落总数检验方法	462
九、大肠菌群检验方法	463
十、蜡样芽胞杆菌检验方法	464
十一、单核细胞增生李斯特菌检验方法	468
十二、 β 溶血性链球菌检验方法	472
十三、沙门菌检验方法	472
十四、志贺菌检验方法	477
十五、产气荚膜梭菌检验方法	479
十六、金黄色葡萄球菌检验方法	481
十七、空肠弯曲菌检验方法	483
十八、致泻大肠埃希菌检验方法	486
十九、肉毒梭菌及肉毒毒素检验方法	492
二十、双歧杆菌检验方法	496
二十一、乳酸菌检验方法	497
二十二、枯草芽胞杆菌菌种鉴定方法	500
二十三、嗜热链球菌菌种鉴定方法	502
二十四、益生菌菌种安全性评价方法	504
二十五、商业无菌检验方法	505

二十六、副溶血性弧菌检验方法	507
二十七、小肠结肠炎耶尔森菌检验方法	510
二十八、椰毒假单胞菌酵米面亚种检验方法	512
二十九、常见产毒霉菌的形态学鉴定	514
三十、大肠埃希菌 O157: H7/NM 检验	536
 附 录	 539
附录 A 培养基和试剂	539
附录 B 样品稀释因子指导值	540
附录 C 淋洗液洗脱梯度程序和检测器时间程序	540
附录 D 多氯代苯并二噁英及呋喃和共平面多氯联苯毒性当量因子 (TEF)	 541
附录 E 测定方法的技术要求	542
附录 F EPA 1613 和 EPA 1668 标准溶液	550
附录 G 洗脱与净化流程	557
附录 H 霍恩法 (Horn) LD ₅₀ 值计算 (剂量递增法测定 LD ₅₀ 计算用表)	561
附录 I 急性毒性 (LD ₅₀) 剂量分级	566
附录 J 明视持久度测定方法	566
附录 K 培养基与试液	567
附录 L 菌群最可能数检索表	601
附录 M 双歧杆菌的有机酸代谢产物检测方法	615

第一章 保健食品质量控制总论

保健食品可分为两大类：一类是具有特定保健功能，主要具有调节机体功能的作用，不以治疗疾病为目的，并且对人体不产生任何急性、亚急性或者慢性危害的食品；另一类是营养补剂，用来补充人们从食物中难以获得或者获得的量不足、同时又是人体健康所需要的营养成分的食品。从目前已审批的保健食品来看，进口保健食品的功​​效成分主要为鱼油、磷脂类和各种膳食补充剂，如维生素、多不饱和脂肪酸、类胡萝卜素等；国产保健食品主要是含多糖类、皂苷类、黄酮类成分和以草本植物为原料的保健食品。截至2017年2月，国家食品药品监督管理总局审批的保健食品有16630个，其中国产保健食品15878个，进口保健食品752个。

《保健食品检验与评价技术规范实施手册（2003版）》指出：功效成分系指在保健食品中能通过激活酶的活性或其他途径，调节人体机能的物质。目前，保健食品的功效成分分为以下几种：功能性脂类、功能性多糖类、肽与蛋白质类、膳食纤维类、维生素类、活性菌类、无机盐及微量元素类、类胡萝卜素类、黄酮类、多酚类以及其他醇、皂苷等。功效成分是保健食品质量控制、功效评价的重要关键因素，功效成分的检测方法是质量控制和功效评价的必要手段，是保健食品研发、检测、审评和审批的关键技术之一。按照《保健食品管理办法》的要求，申报保健食品时应提供产品的功效成分和功效成分的定性、定量测定方法。但在保健食品的实际检测中，大多存在成分较为复杂、功效成分具有多种结构、生理活性不一、缺乏统一的对照标准和对照标准品、基质干扰严重、难以进行有效质量控制等问题。为了保证保健食品的安全性、有效性和可靠性，保健食品检测、鉴定技术方面的研究也得到了迅速的发展，并且已成为突破保健食品发展瓶颈的难点和热点。

保健食品不仅要求具有一般食品的安全性，同时还必须具备保健功能，此外还应具有非药物属性。然而，由于我国保健食品产业发展起步较晚，企业素质参差不齐，市场监督管理体系尚待完善，尽管国家卫生监督机构加大力度对保健食品审核批准、抽样检测和调查取证，但违禁添加药物的现象仍然屡禁不止，其添加的形式和手段也由过去单一的较大量添加某一类或某几种治疗用化学药物转变为添加一种或多种非治疗药物或已被淘汰的药物或某些治疗药物的结构改造物；甚至添加尚未获得批准的新型药物或先导化合物，或添加天然植物化学品；或有意识地降低单一某种药物含量，混合添加多种治疗药物；或者采取“证后”添加：即在取得保健食品批文后再在上市产品中违法加入；或者利用剂型的特点，将违禁药物添加到胶囊壳中以逃避检测。致使保健食品的食用安全性存在极大隐患，降低了消费者的信心，也影响了保健食品产业的良性可持续发展。由于保健品成分复杂，常规的检测手段难以全面、准确地鉴别各

种添加的违禁化学物质。因此,建立和完善非法添加化学物质的检测方法已成为分析界的热点之一。

目前,我国保健食品功效成分的检测技术主要包括比色法、薄层色谱法、气相色谱法(GC)和液相色谱法(LC)等。比色法一般是测定一大类物质的混合物,主要用于检测粗多糖、总黄酮、总皂苷、茶多酚等,测定的结果不能确切代表功效成分,测定指标较少,无法进行有效的质量控制,是过渡的测定方法。薄层色谱法主要用于定性鉴别,在重复性、灵敏度及定量上都存在一定不足,以天然植物为主要原料开发的保健食品尤为突出,这类保健食品以测定总黄酮、粗多糖、总皂苷等作为质量控制指标,测定结果不稳定,针对性不强,或只测定1~2个化学成分的含量来控制产品的质量优劣,并未能达到整体上对质量进行控制。气相色谱法在物质定性及定量方面较比色法和薄层色谱法有了很大的提高,但由于保健食品成分复杂,而气相色谱法在样品选择性方面具有明显局限,因此其在保健食品分析中的应用也受到了一定限制。使用最多的是液相色谱法。

对于违法添加物的检测技术主要包括酶联免疫吸附测定法(ELISA)、红外及近红外光谱法(IR/NIR)、核磁共振法(NMR)、高效液相色谱法(HPLC)和高效液相色谱-质谱联用法(LC-MS)、毛细管电泳法(CE)和直接进样分析技术(DSA)。ELISA方法简易、节约,亦可降低食品中复杂的基质对分析方法的干扰。近红外光谱技术由于具有操作简便、分析速度快、不损伤样品等特点,已经逐渐成为分析领域的热点技术。该方法是一种快速筛查保健食品中非法添加物的方法,但一般只用于定性检测,若用于定量检测则误差较大。而化学方法和NMR方法是定性定量测定保健品中特殊成分的两种经典方法,但这些方法需要大量高纯度的样品,而且结果分析困难。CE法具有多种分析模式和检测方法,可以满足食品复杂成分的分析要求,目前该法在食品着色剂、防腐剂、药物残留、抗生素等的检测中均有应用。DSA法在质谱样品引入方式上突破性地提供了可代替前端气相或者液相分离系统的选择,可直接快速分析固、液、气态样品,而无须色谱分离,无须复杂的样品前处理,极大提高分析工作效率。DSA的快速简单操作与高分辨飞行时间质谱技术结合,几秒即可获得高分辨率、高准确度的高质量数据和结果。通过配套的定制软件和相应的工作流程,既可以通过谱库检索进行未知样品的快速筛选及鉴定,又可以对样品中目标化合物进行定量筛查和分析。该技术在保健食品安全工作中有着独特的优势和应用。

随着分析仪器的的发展,质谱技术特别是色质联用技术在食品安全检测中发挥着越来越重要的作用,主要有CE-MS、GC-MS、LC-MS、LC-ICP-MS等。这些高新技术具有传统方法无法比拟的优势,既应用了现代色谱对复杂样品的高分离能力,又发挥了质谱的高选择性、高灵敏度以及能够准确提供化合物分子质量与结构信息的优点。GC-MS适宜于分析小分子、易挥发和热稳定的化合物。然而在实际分析中,只有20%左右的物质可以满足这些条件。绝大多数化合物由于具有强极性、低挥发度、高分子量或热不稳定性等特点,需要采用液相色谱法来完成分析。LC-MS在保健食品的功效成分和非法添加物的检测方面应用均最广泛,具有独特的优势,其分析的化合物多数无须衍生化处理而可直接进样,在HPLC上得到分离,并进一步在MS上获得准确

的定性和定量,从而大大地缩短了分析时间,提高了分析的灵敏度和准确性。目前,色质联用技术在保健食品分析中的对象主要为多组分的功效成分和违禁添加的化学药品,对具有毒副作用的天然物尚缺乏分析应用。随着色谱分离技术和质谱检测能力的提高,色质联用技术在定量分析、鉴定靶物质和筛选未知成分等研究领域的深度应用,将进一步推动色质联用技术的发展,也必将对我国的保健食品分析研究起到巨大的促进作用。

保健食品剂型主要有胶囊、口服液、粉末、片剂和丸剂等,在检测分析中,除了采用先进的仪器进行分离和分析外,对目标化合物的提取同样重要。提取的原理主要是依据化合物自身的理化性质,常用的提取方式一般需要结合酶解、皂化、衍生等化学反应后再进行萃取。随着提取技术的发展,配合超声波或加速溶剂萃取方式,以及固相萃取等多种方式同时提取,以达到最佳的提取效果。

参照《保健食品管理办法》的要求,生产企业在提交申报保健食品资料时需提供产品的功效成分以及定性定量分析测定方法,同时说明此功效成分在保健食品中所处的地位。功效成分是保健食品功能的关键所在,也是控制产品质量的主要指标,国内外对保健食品的研究开发都十分重视其功效成分的相关研究。中外学者一致认为保健食品要长期稳定地健康发展,必须首先明确其功效成分,并解决功效成分的测定方法,特别是以草本植物为主要原料的保健食品,弄清其功效成分有着极其重要的意义。

我国保健食品长期在低水平徘徊,没有确定其功效成分和解决功效成分的检测方法是一个主要因素。保健食品功效成分测定方法主要存在以下几个方面的问题:①储备性研究不够。相关研究方面空白较多,无基础、无积累;对研究测定方法认识不足,投入的人力与物力不够。②基质干扰严重。现行的分析方法大多出自药典、药学文献报道或厂家提供的方法,大多数保健食品实施的是终产品检验,其中所含的蛋白质、脂肪和糖类成分对测定有干扰,使功效成分的分析检测难度增加。③缺乏统一的对照标准和对照标准品。以天然植物为原料的保健食品含有多种功效成分,以什么组分作为对照和对照所选用的标准品质量,决定了产品的检测结果。④无法进行有效的质量控制。以天然植物为原料开发的保健食品以总皂苷、总黄酮、粗多糖作为功效成分,测定结果不稳定,针对性不强,质量控制无法开展。因此,我们有必要加大对功效成分检测方法研究的投入,努力提高保健食品功效成分的检测分析水平,为保健食品的技术审评提供依据,为保健食品的市场监督奠定基础。

参考文献

- [1] 彭涛,李晓娟,代汉慧,等. 色质联用技术在保健食品违禁化学物质分析中的应用,质谱学报,2012,33(6):370-379.
- [2] 谢瑶,石萌萌,庞欣. 高效液相色谱及液相色谱质谱联用技术在保健食品检测中的应用. 化学通报,2010,73(8):684-689.
- [3] 孙丽,谭艳红. 保健食品非法添加物检测技术研究进展. 食品工业科技,2014,35(12):398-400.
- [4] Reepmeyer JC, Woodruff JT. Use of liquid chromatography - mass Spectrometry and a hydrolytic technique for the detection and structure elucidation of a novel synthetic vardenafil design drug added illegally to a

“natural”herbaldietary supplement. J Chromatogr A,2006, 1125(1):67-75.

- [5] Luypaert J, Massart DL, Vander Heyden Y. Near-infrared spectroscopy applications in pharmaceutical analysis. Talanta,2007, 72(3):865-863.
- [6] 何琳,王凌. 色谱技术在检测中成药和保健食品中非法添加化学物质的应用研究进展. 安徽医药, 2011,15(10):1306-1309.
- [7] 马微,马丽卿,付丽,等. 减肥类保健食品中添加违禁药物的研究现状. 中国卫生检验杂志,2009, 19(12):3023-3026.
- [8] 王静文,曹进,王钢力,等. 保健食品中非法添加药物检测技术研究进展. 药物分析杂志,2014,34(1):1-11.
- [9] 杨桂君,高文惠. 毛细管电泳法测定食品中8种添加剂. 食品科学,2010,31(8):377-380.

第二章 保健食品物性指标检测

一、水分测定

水分指物质中所含水的质量与总质量的比值，通常表示为百分数，常作为化验指标，为生产、处理等提供依据，分子式为 H_2O 。

(一) 直接干燥法

1. 适用范围 直接干燥法适用于在 $101 \sim 105^\circ\text{C}$ 下，不含或含其他挥发性物质甚微的谷物及其制品、水产品、豆制品、乳制品、肉制品及卤菜制品等食品中水分的测定，不适用于水分含量小于 $0.5\text{g}/100\text{g}$ 的样品。

2. 原理 利用食品中水分的物理性质，在 101.3kPa 、 $101 \sim 105^\circ\text{C}$ 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 除非另有规定，本方法中所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

盐酸：优级纯。氢氧化钠（NaOH）：优级纯。盐酸溶液（ 6mol/L ）：量取 50mL 盐酸，加水稀释至 100mL 。氢氧化钠溶液（ 6mol/L ）：称取 24g 氢氧化钠，加水溶解并稀释至 100mL 。

海砂：取用水洗去泥土的海砂或河砂，先用盐酸煮沸 0.5h ，用水洗至中性，再用氢氧化钠溶液煮沸 0.5h ，用水洗至中性，经 105°C 干燥备用。

4. 仪器和设备 扁形铝制或玻璃制称量瓶。电热恒温干燥箱。干燥器：内附有效干燥剂。分析天平（精密度万分之一）。

5. 测定步骤

固体试样：取洁净铝制或玻璃制的扁形称量瓶，置于 $101 \sim 105^\circ\text{C}$ 干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热 1.0h ，取出盖好，置干燥器内冷却 0.5h ，称量，并重复干燥至前后两次质量差不超过 2mg ，即为恒重。将混合均匀的试样迅速磨细至颗粒直径小于 2mm ，不易研磨的样品应尽可能切碎，称取 $2 \sim 10\text{g}$ 试样（精确至 0.0001g ），放入此称量瓶中，试样厚度不超过 5mm ，如为疏松试样，厚度不超过 10mm ，加盖，精密称量后，置 $101 \sim 105^\circ\text{C}$ 干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，干燥 $2\text{h} \sim 4\text{h}$ 后，盖好取出，放入干燥器内冷却 0.5h 后称量。然后再放入 $101 \sim 105^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥 1h 左右，取出，放入干燥器内冷却 0.5h 后再称量。重复以上操作至前后两次质量差不超过 2mg ，即为恒重。

半固体或液体试样：取洁净的称量瓶，内加 10g 海砂及一根小玻棒，置于 $101 \sim 105^\circ\text{C}$ 干燥箱中，干燥 1.0h 后取出，放入干燥器内冷却 0.5h 后称量，并重复干燥至恒

重。然后称取 5~10g 试样（精确至 0.0001g），置于蒸发皿中，用小玻棒搅匀放在沸水浴上蒸干，并随时搅拌，擦去皿底的水滴，置 101~105℃ 干燥箱中干燥 4h 后盖好取出，放入干燥器内冷却 0.5h 后称量。然后再放入 101~105℃ 干燥箱中干燥 1h 左右，取出，放入干燥器内冷却 0.5h 后再称量。并重复以上操作至前后两次质量差不超过 2mg，即为恒重。

6. 分析结果 试样中的水分的含量按下式进行计算：

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100$$

式中：X——试样中水分的含量，g/100g；

m_1 ——称量瓶（加海砂、玻棒）和试样的质量，g；

m_2 ——称量瓶（加海砂、玻棒）和试样干燥后的质量，g；

m_3 ——称量瓶（加海砂、玻棒）的质量，g。

（二）减压干燥法

1. 适用范围 减压干燥法适用于糖、味精等易分解的食品中水分的测定，不适用于添加了其他原料的糖果，如奶糖、软糖等试样的测定，同时该法不适用于水分含量小于 0.5g/100g 的样品。

2. 原理 利用食品中水分的物理性质，在达到 40~53kPa 压力后加热至 60℃ ± 5℃，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。

3. 仪器和设备 真空干燥箱。扁形铝制或玻璃制称量瓶。干燥器：内附有效干燥剂。分析天平（精密度万分之一）。

4. 测定步骤 取已恒重的称量瓶称取 2~10g 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 40~53kPa），并同时加热至所需温度 60℃ ± 5℃。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 4h 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 0.5h 后称量，重复以上操作至前后两次质量差不超过 2mg，即为恒重。

5. 分析结果 同直接干燥法。

（三）蒸馏法

1. 适用范围 蒸馏法适用于含较多挥发性物质的食品中水分的测定，如油脂、香辛料等，不适用于水分含量小于 1g/100g 的样品。

2. 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。

3. 试剂和材料 甲苯或二甲苯（化学纯）：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。

4. 仪器和设备 水分测定器：水分接收管容量 5mL，最小刻度值 0.1mL，容量误差小于 0.1mL。分析天平（精密度万分之一）。

5. 测定步骤 准确称取适量试样（应使最终蒸出的水在2~5mL，但最多取样量不得超过蒸馏瓶的2/3），放入250mL锥形瓶中，加入新蒸馏的甲苯（或二甲苯）75mL，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。加热慢慢蒸馏，使每秒钟滴出馏出液为两滴，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滴附着，接收管水平面保持10min不变为蒸馏终点，读取接收管水层的容积。

6. 分析结果 试样中水分的含量按下式进行计算：

$$X = \frac{V}{m} \times 100$$

式中：X——试样中水分的含量，mL/100g；

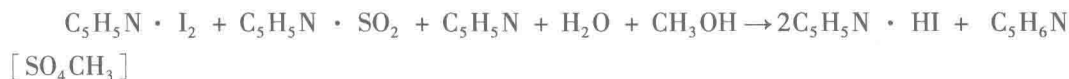
V——接收管内水的体积，mL；

m——试样的质量，g。

（四）卡尔·费休法

1. 适用范围 卡尔·费休水分测定法又分为库仑法和容量法。卡尔·费休容量法适用于食品中水分含量大于 1.0×10^{-3} g/100g的样品测定，卡尔·费休库仑法适用于水分含量大于 1.0×10^{-5} g/100g的样品。

2. 原理 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，1mol碘只与1mol水作用，反应式如下：



库仑法测定的碘是通过化学反应产生的，只要电解液中存在水，所产生的碘就会和水以1:1的关系按照化学反应式进行反应。当所有的水都参与了化学反应，过量的碘就会在电极的阳极区域形成，反应终止。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中水的含量。

3. 试剂和材料 卡尔·费休试剂。无水甲醇（CH₃O）：优级纯。

4. 仪器和设备 卡尔·费休水分测定仪。分析天平：感量为0.1mg。

5. 测定步骤

（1）卡尔·费休试剂的标定（容量法）方法。

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10mg水（精确至0.0001g），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下式计算：

$$T = \frac{m}{V}$$

式中：T——卡尔·费休试剂的滴定度，mg/mL；

m——水的质量，mg；

V——滴定水消耗的卡尔·费休试剂的用量，mL。