中华人民共和国国家标准

GB 5009.3—2010

食品安全国家标准
食品中水分的测定

National food safety standard

Determination of moisture in foods

2010-03-26 发布　　2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部　发布

前　言

本标准代替GB/T 5009.3-2003《食品中水分的测定》和GB/T 14769-1993《食品中水分的测定方法》。

本标准与GB/T 5009.3-2003相比主要修改如下：

——增加了卡尔费休法作为“第四法”；

——对直接干燥法中的温度范围进行了修改；

——明确了第一法和第二法公式中的单位；

——对减压干燥法的适用范围进行了修改。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5009.3-1985、GB/T 5009.3-2003；

——GB/T 14769-1993。

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。

本标准中直接干燥法适用于在101 ℃～105 ℃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 g/100 g的样品。

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

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

卡尔•费休法适用于食品中水分的测定，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，卡尔•费休库伦法适用于水分含量大于1.0×10^{-5} 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 ℃～105 ℃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。

3.1 盐酸：优级纯。

3.2 氢氧化钠（NaOH）：优级纯。

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

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

3.5 海砂：取用水洗去泥土的海砂或河砂，先用盐酸（3.3）煮沸0.5 h，用水洗至中性，再用氢氧化钠溶液（3.4）煮沸0.5 h，用水洗至中性，经105 ℃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0.0001 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，取最后一次的称量值。

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0.0001 g），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4 h后盖好取出，放入干燥器内冷却0.5 h后称量。以下按5.1自“然后再放入101 ℃～105 ℃干燥箱中干燥1 h左右……”起依法操作。

6　分析结果的表述

试样中的水分的含量按式（1）进行计算。

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

式中：

X ——试样中水分的含量，单位为克每百克（g/100g）；

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）。

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，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5 %。

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 ℃±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。

9 仪器和设备

9.1 真空干燥箱。

9.2 扁形铝制或玻璃制称量瓶。

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 试样的制备：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约2 g～10 g（精确至0.0001 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 ℃±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6。

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

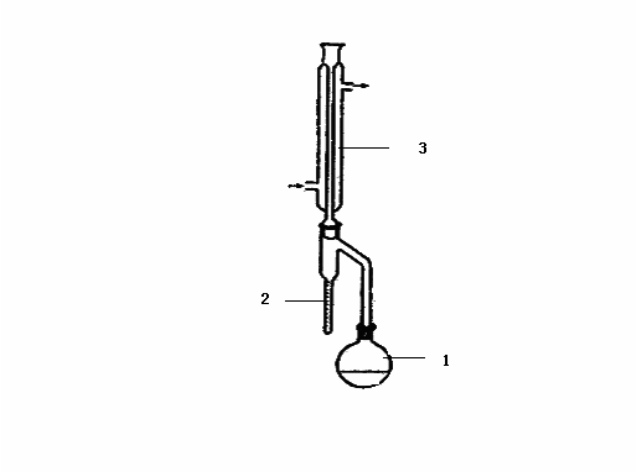
利用食品中水分的物理化学性质，使用水分测定器将食品中的水分与甲苯或二甲苯共同蒸出，根据接收的水的体积计算出试样中水分的含量。本方法适用于含较多其他挥发性物质的食品，如油脂、香辛料等。

14 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。

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。



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0.1mg。

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锥形瓶中，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。

加热慢慢蒸馏，使每秒钟的馏出液为两滴，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。

$$X = \frac{V}{m} \times 100 \cdots\cdots (2)$$

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 ℃的密度0.998，20 g/mL计算质量)；

V——接收管内水的体积，单位为毫升（mL）；

m——试样的质量，单位为克（g）。

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：

$C_5H_5N \cdot I_2 + C_5H_5N \cdot SO_2 + C_5H_5N + H_2O + CH_3OH \rightarrow 2C_5H_5N \cdot HI + C_5H_6N[SO_4CH_3]$

卡尔•费休水分测定法又分为库仑法和容量法。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_4O）：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0.0001 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：

$$T = \frac{M}{V} \qquad \cdots\cdots (3)$$

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。迅速将易溶于上述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。建议采用库仑法测定试样中的含水量应大于10 μg，容量法应大于100 μg。对于某些需要较长时间滴定的试样，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。

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

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

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）；

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）；

V_2——液体样品体积，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）；

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 %。