

食品检测技术 教学方案设计

水分测定



山西药科职业学院

山西药科职业学院《食品检测技术》教学方案设计

授课题目	水分测定	授课学时	4 学时（理实一体）			
授课地点	多媒体教室	授课教师：	授课班级：			
教学 目 标	知识目标	掌握直接干燥和减压干燥测定水分的原理、测定方法及操作技能。				
	素质目标	培养学生对检验职业的情感；强化学生团队协作意识。				
	能力目标	能根据样品选择方法完成食品水分的测定；能正确处理数据，并进行分析评价。				
<p>德育渗透：民以食为天，食以安为先。食品安全大于一切，作为食品工作者一定要以保证消费者的生命安全为首任。</p>						
<p>新知识、新技术：红外干燥法</p>						
<p>参考资料：教材：食品检测技术 吴晓彤主编 食品检验工 刘长春 GB 5009.3—2010 《食品安全国家标准 食品中水分的测定》 GB 20980-2007 《饼干》</p>						
教学 过 程 设 计	教学步骤	教学方法	学生活动	教学资源	时间	备注
	课堂导入	提问	讨论回答	课件、教案	10min	
	讲解：水分的测定方法	讲授、举例 提问引导	听课、讨论	课件、教案	20min	重点
	讲解：实训	讲授、举例 提问引导	听课、讨论、 实验操作	课件、教案、 实验室	125min	重点
	讲解：理论知识	讲授、举例 提问引导	听课、讨论、	课件、教案	20min	重点
	讲解：红外干燥法	讲授 提问引导	听课、讨论	课件、教案	2min	新技术
	课堂小结	引导	总结	课件、教案	2min	
	作业布置		课后完成作业	课件、教案 题库	1min	

教学内容:

【实训操作】为了节约时间,讲课之前将称量瓶洗净、晾干、编号(瓶盖与瓶体)、烘干至恒重(恒重——最后两次重量之差 $<2\text{mg}$,基本保证水分蒸发完全)。

【导入】(采用提问+讨论)

问题 食物中的水分有什么作用?

讨论

学生讨论的基础上,教师进行总结:

- 1、水分含量是一项重要的质量指标
 - ◆ 首先,水分对保持食品的感官性状,维持食品中其他组分的平衡关系,保证食品具有一定的保存期,起重要作用。
 - ◆ 例:新鲜面包水分含量若低于28%—30%,其外观形态干瘪,失去光泽;硬糖水分含量控制在3.0%以内,可抑制微生物生长繁殖,处长延长保质期。
- 2、水分含量是一项重要的技术指标
 - ◆ 每种合格食品,在它营养成分表中水分含量都规定了一定的范围,如饼干2.5%—4.5% 蛋类73—75%,乳类87—89%,面粉12—14%等。
 - ◆ 原料中水分的含量的高低,对原料的品质和保存是密切相关的。
- 3、水分含量是一项重要的经济指标
 - ◆ 成本核算中物料平衡,如酿酒、酱油的原料蒸煮后,水分应控制在多少为最佳;制曲(大曲、小曲)风干后,水分在多少易于保存。

这些都涉及耗能问题。

引入本堂课教学内容:

对于食品检测来说,水分含量的测定是最基本、最重要的项目之一。

【理论知识讲解】:水分的测定方法

1、直接法——利用水分本身的物理性质和化学性质去掉样品中的水分,再对其进行定量的方法:烘干法(直接干燥法、减压干燥法)、蒸馏法、卡尔·费休法、化学干燥法。

2、间接法——利用食品的密度、折射率、电导率、介电常数等物理性质测定水分的方法。

比较:间接法不需要除去样品中的水分,测定速度快;直接法比间接法准确度高。

GB5009.3-2010 食品安全国家标准 食品中水分的测定:直接干燥法、减压干燥法、蒸馏法、卡尔费休法

一、直接干燥法(常压干燥法)

1、原理

在一定的温度（101℃~105℃）和压力（常压，101.3kPa）下，将样品在烘箱中加热干燥，除去水分，干燥前后样品的质量之差为样品的水分含量。

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

2、适用范围

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。

3、干燥法的前提条件

对于直接干燥法，样品本身要符合三项条件

① 水分是唯一的挥发的物质，不含或含其它挥发性成分极微。（挥发性成分：酒精、香精油、芳香酯）

②水分的排除情况很完全，即不含胶态物质、含结合水量少。因为常压很难把结合水除去，只好用真空干燥除去结合水。

③食品中其他组分在加热过程中发生化学反应引起的重量变化非常小，可忽略不计，对热稳定的食品。

二、减压干燥法

1、原理

利用水的沸点随 P↓ 的原理，将样品称量后放入真空干燥箱内，在达到 40kPa~53kPa 压力后加热至 60℃±5℃，干燥至恒重，干燥后样品所失去的质量百分比即为水分含量。

2、适用范围

减压干燥法适用于在 100℃以上加热容易变质及含有不易除去的结合水的食品。如糖浆、果糖、味精、高脂肪的食品、果蔬及果蔬制品（因为这些样品在高温下长时间加热，样品中的果糖会发生氧化分解作用而导致明显误差）。

该法不适用于水分含量小于 0.5 g/100 g 的样品。

三、蒸馏法

1、原理

把不溶于水的有机溶剂和样品放入蒸馏式水分测定装置中加热,试样中的水分与溶剂一起共沸蒸出,冷凝并收集馏出液,由于水与其他组分密度不同,馏出液在有刻度的接收管中分层,根据水的体积计算水分含量。

有机溶剂: 甲苯、苯、二甲苯,水与这些互不相溶的液体构成的二元体系的沸点低于其中各组份分沸点。

例: 有关沸点: 水 —— 100℃

苯 —— 80.2 °C

水 + 苯 —— 69.25 °C

有关相对密度:(20/4): $d_{\text{水}} = 1.00000$ $d_{\text{苯}} = 0.87900$ $d_{\text{甲苯}} = 0.86694$

2、特点和使用范围

(1) 此法为一种高效的换热方法,水分可以被迅速的移去,加热温度比直接干燥法低;

(2) 而且避免了挥发性物质减少的质量以及脂肪氧化对水分测定造成的误差。读数: 水的体积。

(3) 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。目前,AOAC 规定蒸馏法用于饲料、啤酒花和调味品的测定。

特别是香料,此法是唯一公认的水分含量的标准分析方法。

(4) 不适用于水分含量小于 1g/100 g 的样品。

(四) 卡尔-费休法

1935年由卡尔·菲休提出的测定水分的定量方法,属于碘量法,是对测定水分最为准确的化学方法。

卡尔-费休试剂: I_2 、 SO_2 、 C_5H_5N (吡啶)、 CH_3OH 。

1、原理

利用 I₂ 氧化 SO₂ 时需要有一定的水参加反应，（氧化还原反应）



此反应具有可逆性，当生成物 H₂SO₄ 浓度 > 0.05 % 时，即发生可逆反应，要使反应顺利向右进行，要加入适量的碱性物质以中和生成的酸，吡啶（C₅H₅N）可以。



硫酸吡啶很不稳定，与水发生副反应，形成干扰。若有甲醇存在，则可生成稳定的化合物。

2、适用范围

在食品分析中，卡尔-费休法能用于含水量从 1mg/kg 到接近 100% 的样品的测定，已应用于面粉、砂糖、人造奶油、可可粉、糖蜜、茶叶、乳粉、炼乳及香料等食品中的水分测定，结果的准确度优于直接干燥法；也常作为水分痕量级标准分析方法，也可用于此法校定其他的测定方法。

【实训】

一、布置实训任务

饼干中水分含量的测定（直接干燥法）

二、实训方案设计

小组根据给出的资料设计详尽的实训方案（参阅资料：教材、GB5009、GB20980）

三、实训方案讲解

（一）实验仪器与设备（结合实物讲解）

1、称量瓶

作用：主要用于使用分析天平时称取一定质量的试样，也可用于烘干

试样。

(1) 材质

•玻璃称量瓶——能耐酸碱，不受样品性质的限制，常用于常压干燥法。

•铝制称量瓶——质量轻，导热性强，但对酸性食品不适宜，常用于减压干燥法或原粮水分的测定。

(2) 规格

•常见的称量瓶有高型和扁型两种，高型的瓶高 40mm 至 60mm 不等；扁型的瓶高 40mm 至 60mm 不等。扁型用作测定水分或在烘箱中烘干基准物；高型用于称量基准物、样品。

•选择称量瓶的大小要合适，一般样品 $\gt 1/3$ 高度。

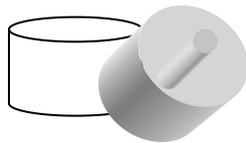
(3) 使用注意事项

•称量瓶平时要洗净，烘干，存放在干燥器内以备随时使用。

•称量瓶不能用火直接加热，瓶盖不能互换。

•称量时不可用手直接拿取，应带指套或垫以洁净纸条。

•称量瓶放入烘箱内，盖子应该打开，斜放在旁边，取出时先盖好盖子，放入干燥器内，冷却后称重。

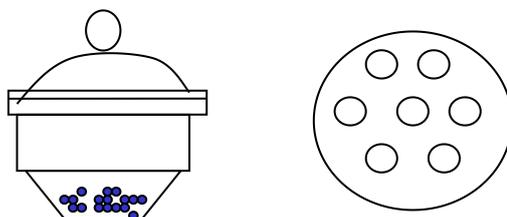


2、烘箱

使用前，将烘箱预热至所需温度：101-105℃。

注意事项：散热板上不能放置烘干物品，以免影响热气流流动，防止火灾发生；须烘干的玻璃类物品，必须洗净控干水后，才能放入烘箱；禁止放置易燃、易爆、易挥发、易腐蚀性的物品。

3、干燥器



水分测定过程中干燥器作用：防止烘干的物料返潮；将称量瓶降温，便于操作。

(1) 干燥器的使用：干燥器带有磨口的玻璃盖子，为了使干燥器密闭，在盖子磨口处均匀地涂一层凡士林油。

- 干燥器中带孔的圆板将干燥器分为上、下两室，上室被干燥的物体，下室装干燥剂。干燥剂不宜过多，约占下室的一半即可，否则可能沾污被干燥的物体，影响分析结果。

- 最常用的干燥剂有硅胶、CaO、无水CaCl₂、分子筛等。硅胶是硅酸凝胶，烘干除去大部分水后，得到白色多孔的固体，具有高度的吸附能力。为了便于观察，将硅胶放在钴盐溶液中浸泡，使之呈粉红色，烘干后变为蓝色。蓝色的硅胶具有吸附能力，当硅胶变为粉红色时，表示已经失效，应重新烘干至蓝色，135℃左右烘2-3小时。

(2) 干燥器使用注意事项：启盖时，左手扶住干燥器，右手握住盖上的圆球，向前推开器盖，不可向上提起，搬动干燥器时，要用双手捧住，并用两个拇指压住盖沿，防止盖子滑下打碎。

- 当高温坩埚放入干燥器后，不能立即盖紧盖子。一方面因为干燥器中的空气因高温而剧烈膨胀，推动干燥器盖，有时会将盖子推落打碎，另一方面，当干燥器中的空气从高温降到室温后，压力大大降低，盖子很难打开。即使打开了，也会由于空气流的冲入将坩埚中的被测物冲散使分析失败。

- 因此，正确的操作是：当坩埚放入干燥器后，先盖上盖子，再慢慢推开盖子，放出热空气。这样重复数次，直到听不到“嘣”“嘣”的声音后，把盖子盖紧并移至天平室后，冷却至室温。

(二) 实验步骤

过程：烘箱预热 → 称量瓶恒重 m_3 → 准确称样+称量瓶重 m_1 → 干燥 2-4h → 冷却 30min → 称量 → 干燥 1h → 冷却 30min → 称量 → 反复至恒重准确称样+称量皿重 m_2 。

详细步骤：

a、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。

b、将混合均匀的试样迅速磨细至颗粒小于 2 mm (10 目)，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 °C~105 °C 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 °C~105 °C 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。

(三) 数据记录

原始数据记录表 (见附件)

(四) 结果计算

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

式中：

X —— 试样中水分的含量，单位为克每百克 (g/100g)；

m_1 —— 称量瓶 (或蒸发皿加海砂、玻棒) 和试样的质量，单位为克 (g)；

m_2 —— 称量瓶 (或蒸发皿加海砂、玻棒) 和试样干燥后的质量，单位为克 (g)；

m_3 —— 称量瓶 (或蒸发皿加海砂、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。

精密度要求：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 %。

四、实训方案修订

小组将自己实训方案根据所讲内容进行修订，然后开始实验。

为了节约时间，先进行样品处理、烘干，再讲解剩余理论知识。

【理论知识补充讲解】

一、样品预处理（对分析结果影响较大）

采集，处理，保存过程中，要防止组分发生变化，特别要防止水分的丢失或受潮。

例：奶粉、咖啡等很容易吸水，在称量时要迅速，否则越称越重。

根据食品的种类及存在状态的不同，样品的制备方法也不同。一般情况下，食品以固态（如面包、饼干、乳粉等）、液态（如牛乳、果汁等）和浓稠态（如炼乳、糖浆、果酱等）存在。

a、固体样品：

样品制备：磨碎→过筛（20-40目筛）→混匀

1) 一般水分含量在14%（安全水分：保证食品长期（一年以上）安全储藏的最高水分含量）以下，在实验室条件下进行粉碎过筛等处理，水分含量一般不会发生变化，但动作要迅速，制备好的样品存于干燥的磨口瓶中备用。

2) 水分含量 $\geq 16\%$ 如面包：可采用二步干燥法。如面包，称出总质量，切成薄片，自然风干15-20h（为了达到安全水分），再称量，磨碎，过筛，再称量，烘干。

◆ **关键点**：在磨碎过程中，要防止样品水分含量变化。

b、液态样品：需经低温浓缩后，再进行高温干燥。（原因直接置于高温下加热，会因沸腾而造成样品损失。）

加入海砂的目的：由于干燥后固形物含量较少，可先称适量的海砂，用小玻棒与之一同搅拌，放在沸水浴上蒸干然后带上小玻棒，放入干燥箱中干燥4小时。

c、浓稠液体（糖浆、炼乳等）：加入精制海砂或无水硫酸钠，搅拌均匀以增大蒸发面积；糖浆、甜炼乳等需加水稀释（稀释液固形物含量20%-30%），最后要把加入的水除去。

浓稠样品直接加热，其表面易结硬壳焦化，使内部水分蒸发受阻。

对于易结块或形成硬皮的样品要加入定量的海砂。作用为：防止表面硬皮的形成；使样品分散，减少样品水分蒸发的障碍。海砂的量依样品量定，一般每3g样品加入20-30g的海砂可以使其充分地分散。

实验前准备：取洁净的蒸发皿，内加 10 g 海砂及一根小玻棒，置于 101 °C~105 °C 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。

测定：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 °C~105 °C 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。以下按固体试样自“然后再放入 101 °C~105 °C 干燥箱中干燥 1 h 左右……”起依法操作。

如何制备海砂：海砂可购买也可自己制备。

取用水洗去泥土的海砂或河砂，先用 6M HCl 煮沸半小时，用水洗至中性，再用 6M NaOH 煮沸半小时，用水洗到中性，经 105 °C 干燥备用。

二、操作条件

（一）称样量

- ◆ 样品一般控制在干燥后的残留物为 1.5~3 克；
- ◆ 固态、浓稠态样品控制在 3~5 克；
- ◆ 含水分较高的样品控制在 15~20 克。

（二）干燥时间

- ◆ 恒重——最后两次重量之差 $< 2 \text{ mg}$ ，基本保证水分蒸发完全。
- ◆ 规定时间——根据经验，准确度要求不高的。
- ◆ 对于脂肪高的样品，后一次重量可能高于前一次（由于脂肪氧化），应用前一次的数据计算。

三、常压干燥法产生误差的原因

（1）样品中含有非水易挥发性物质（酒精、醋酸、香精油、磷脂等），结果增大。

（2）样品中某些成分和水分的结合，使测定结果偏低，（如蔗糖水解为二分子单糖），主要是限制水分挥发。

（3）食品中的脂肪与空气中的氧发生氧化，使样品重量增加，测定结果偏低。

（4）在高温条件下物质的分解（果糖对热敏感）：



(5) 被测样品表面易产生硬壳，妨碍水分的扩散，尤其是对于富含糖分和淀粉的样品，结果偏高。

(6) 烘干到结束样品重新吸水，结果偏低。

【新知识新技术】红外干燥法

1、原理：

以红外线灯管做为热源（700~300000 nm 波长），利用红外线的辐射热加热试样，高效快速的使水分蒸发，据干燥前后的失重即可求出样品的水分。集烘箱于天平为一体。

2、装置

MA30 水分测定仪（德），样品最大为 30g。

SCT—3A 快速水分测定仪（中），样品最大量为 100 g。

Kett FD610 红外线水分计，测量范围 5-70g，测量精度 0.1%。

3、操作方法

特点：测定水分快速，简便，但其精密度较差，当样品份数较多时，效率反而降低。奶粉水分测定：几分钟完成。

可作为简易法用于测定 2-3 份样品的大致水分，或快速检验在一定允许偏差范围内的样品水分含量。

四、实训实施：实训实施要点

1、样品预处理

- ◆ 固体样品：磨碎→过筛（20-40 目筛）→混匀
- ◆ **关键点**：在磨碎过程中，要防止样品水分含量变化。

2、称量瓶的使用

- ◆ 称量瓶放入烘箱内，盖子应该打开，斜放在旁边；
- ◆ 取出时先盖好盖子，用纸条取，放入干燥器内，冷却后称重。

3、干燥器的使用

- ◆ 正确按照规范操作。

4、称量恒重

- ◆ 最后两次重量之差 $<2\text{mg}$
- ◆ 对于脂肪高的样品，后一次重量可能高于前一次（由于脂肪氧化），应用前一次的数据计算。

【课堂小结及布置作业】

实训实施总结：

- 1、总结实训过程中学生存在的问题；
- 2、结合产品标签及 GB 20980-2007 《饼干》，分析结果。

作业：完成实训报告

【课后记】

--	--	--	--

表 饼干中水分含量测定原始记录单

样品名称		生产日期		标准依据	
检验项目		抽样日期		抽样数量	
主要仪器			仪器状态		
项目		平行样 1		平行样 2	
称量瓶编号					
称量瓶第一次干燥后质量 (g)					
称量瓶第二次干燥后质量 (g)					
称量瓶第三次干燥后质量 (g)					
称量瓶第三次干燥后质量 (g)					
称量瓶的恒重质量 m_3 (g)					
称量瓶和试样的初始质量 m_1 (g)					
称量瓶和试样第一次干燥后质量 (g)					

称量瓶和试样第二次干燥后质量 (g)		
称量瓶和试样第三次干燥后质量 (g)		
称量瓶和试样第四次干燥后质量 (g)		
称量瓶和试样干燥恒重质量 m_2 (g)		
试样中水分含量(g/100g)		
试验中水分平均含量 X (g/100g)		
双实验差		
结果与结论		
检验人		组 长
检验日期		