

第4章 重量分析法



概述

- 重量分析法一般是将被测组分与试样中的其他组分分离后，转化为一定的称量形式，然后用称量的方法测定该组分的含量。食品中的水分测定、灰分测定、脂肪测定，多属于重量分析法

一、食品水分的测定

1 食品水分的测定方法

2 食品灰分的测定方法

1 概述

(1) 食品中的水分含量

表 3-1 食品的水分含量 (w) / %

食品名称	水分含量	食品名称	水分含量
蔬菜、水果	70~97	蛋 类	67~77
乳 类	87~89	谷类、豆类	12~16
鱼 类	67~81	菌类(鲜)	88~97
肉 类	43~76	植 物 油	0

1.1 概述

表 3-2 部分食品标准对水分含量的规定(w)/%

食品名称	水分含量	食品名称	水分含量
大米(早籼米)	≤ 14.0	肉 松	≤ 20
大米(晚籼米)	≤ 14.5	糖果(硬糖)	≤ 3
面 粉	12~14	糖果(奶糖)	5~9
大 豆	13~14	巧克力(纯)	≤ 1
花 生 仁	8.0~9.0	鸡全蛋粉	≤ 4.5
方便面(油炸)	≤ 10.0	全脂乳粉(一级)	≤ 2.75
饼 干	2.5~4.5	脱脂乳粉(一级)	≤ 4.5

1.2 食品水分的测定方法

- 1 加热干燥法
- 2 蒸馏法
- 3 卡尔·费休法
- 4 水分活度值的测定
- 5 其他测定方法简介

测定食品中水分

- 一、案例
- 二、选用的国家标准
 - **GB/T5009.3-2003** 食品中水分的测定——直接干燥法。

直接干燥法测定方法 @

- 1. 测定步骤

- 空瓶恒重：

- 取洁净铝制或玻璃制的扁形称量瓶，置于 $95 \sim 105^{\circ}\text{C}$ 干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热 $0.5 \sim 1.0\text{h}$ ，取出盖好，置于干燥器内冷却 0.5h ，然后称量，重复干燥至恒量。



直接干燥法

- 准确称取 $2.00 \sim 10.00\text{g}$ 切碎或磨细的试样，放入称量瓶中，试样厚度不超过 5mm 为宜，加盖称量后，置于 $95 \sim 105^{\circ}\text{C}$ 干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热 $2 \sim 4\text{h}$ 后，盖好取出，置于干燥器内冷却 0.5h ，然后称量，然后再放入 $95 \sim 105^{\circ}\text{C}$ 干燥箱中干燥 1.0h 左右，取出，置于干燥器内冷却 0.5h ，再称量，至前后两次称量质量差不超过 2mg ，即为恒量。计算时以重量小的为准。

食品分析与检验技术

9

减压干燥法

- 利用低压下水的沸点降低的原理，将样品置于减压低温真空干燥箱内加热至恒量，这样的在一定的温度及减压的情况下失去物质的总重量即为样品中水分含量。本法摘自 **GB/T5009.3-2003**，适用于含糖、味精等易分解易熔化碳化的食品。
- 1. 试样制备
 - 粉末和结晶试样直接称取，硬糖果经乳钵粉碎；软糖用刀片切碎，混匀备用。

减压干燥法

- 2. 测定方法

- 将 2 中，水，泵（至真箱内，缓缓打量称



测定食品中水分

- 2. 结果计算
- 水分 = 失去的水分重量 / 样品未失水前重量 * 100%

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

式中

- X ——样品水分质量分数， % ；
- m_1 ——称量瓶和试样的质量， g ；
- m_2 ——称量瓶和试样干燥后的质量， g
- m_3 ——称量瓶的质量， g 。

- 1、测定水分时，称取的样品平铺称量瓶底部的厚度不得超过
 - A、3mm B、6mm C、5mm
 - D、10mm (C)
- 2、食品分析中干燥至恒重，是指前后两次质量差不超过
 - A、2 毫克 B、0.2 毫克 C、0.1 克
 - D、0.2 克
- (A)

- 3、糖果水份测定选用减压干燥法是因为糖果
- A、容易挥发 B、水分含量较低 C、易融化碳化 D、以上都是
- 4、水分测定时，水分是否排除完全，可以根据（ ）来进行判定。 c
- A、经验 B、专家规定的时间 C、样品是否已达到恒重 D、烘干后样品的颜色

- 5、确定常压干燥法的时间的方法是（ A ）
 - A 干燥到恒重
 - B 规定干燥一定时间
 - C 95 ~ 105 度干燥 3 ~ 4 小时
 - D 95 ~ 105 度干燥约 1 小时
- 6、在恒重操作中如果干燥后反而增重了这时一般将（ ）作为最后恒重重量如何处理水分测定中干燥到恒重的标准是
 - A 增重前一次称量的结果
 - B 必须重新实验
 - C 前一次和此次的平均值
 - D 随便选择一次

计算题

测定某食品水分，取洁净铝制或玻璃制的扁形称量瓶，置于 105℃ 干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热 1.0h，取出盖好，置于干燥器内冷却 0.5h，然后称量，重量为 1.0082g，重复干燥，再次称量为 1.0080g。切碎或磨细的试样，放入称量瓶中，加盖称量为 5.0095g 置于 105℃ 干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热 2～4h 后，盖好取出，置于干燥器内冷却 0.5h，然后称量，为 4.9788g，然后再放入 105℃ 干燥箱中干燥 1.0h 左右，取出，置于干燥器内冷却 0.5h，再称量，为 4.9780g，为该样品水分是多少？

$$\frac{(5.0095 - 4.9780)}{(5.0095 - 1.0080)} \times 100\% = 0.79\%$$

样品损失水分的重量

样品未干燥时的重量

测定食品中总灰分

- 一、案例
- 二、选用的国家标准
 - **GB/T5009.4-2003 食品中灰分的测定——灼烧称重法。**

食品中灰分测定——灼烧称重法原理

- 食品经过灼烧后残留的无机物质称为灰分。将一定量的样品经炭化后放入高温炉内灼烧，其中的有机物质被氧化分解，以二氧化碳、氮的氧化物及水等形式逸出，而无机物质则以无机盐（硫酸盐、磷酸盐、碳酸盐、氯化物）和金属氧化物的形式残留下来，称量残留物的质量即可计算出样品中总灰分的含量。
- 本法摘自 **GB/T5009.4-2003**，适用于各种食品中总灰分的测定。

灰分种类

- 我们通常所说的 灰分 是指总灰分 (即粗灰分) 包含以下三类灰分：
 1. 水溶性灰分：总灰份中可溶于水的部分，包括可溶性的钾、钠、钙、镁等的氧化物和盐类的量 。
 2. 水不溶性灰分：总灰份中可溶于水的部分包括污染的泥沙和铁、铝等氧化物及碱土金属的碱式磷酸盐

灰分种类

- 3. 酸不溶性灰分：总灰份中不可溶于酸的部分。包括污染的泥沙和食品中原来存在的微量氧化硅等物质。
- 补充：做酸不溶性灰分时，炭化时要加 1—2ml 盐酸。还有一种硫酸灰分，炭化时加 1—2ml 硫酸。

三、测定方法

1. 样品预处理

- (1) 液体样品（果汁、牛乳等）：准确称取适量试样于已知质量的瓷坩埚（或蒸发皿）中，置于水浴上蒸发至近干，再进行炭化，以防止直接炭化样品，造成溅失。
- (2) 含水分较多的样品（果蔬、动物组织等）：先制备成均匀的试样，再准确称取适量试样于已知质量坩埚中，置烘箱中干燥，再进行炭化。也可取测定水分后的干燥试样直接进行炭化。
- (3) 水分含量较少的固体试样（谷类等）：取适量粉碎均匀试样于已知质量的坩埚中进行炭化。
- (4) 脂肪含量高的样品：制成均匀试样后，准确称取后先提取脂肪，再将残留物移入已知质量的坩埚中，进行炭化。

- 以下哪种均匀样品测灰分时可以直接放入电炉上碳化？ **C**
- **A** 液体样品
- **B** 含水分较多的样品
- **C** 水分含量较少的固体试样
- **D** 脂肪含量高的样品

测定食品中总灰分

2. 测定:

- (1) 坩埚恒量:

- 取大小适宜的坩埚用 1:4 的盐酸煮 1 ~ 2 h，洗净晾干后，用三氯化铁与蓝墨水的混合液在坩埚外壁及盖上编号，然后将坩埚置于马弗炉内，在 $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 0.5h，冷却至 200°C 以下后，取出放入干燥器内冷却至室温，准确称量，反复灼烧至恒量（两次称量之差不超过 0.5mg）。



(2) 炭化:

- 准确称取预处理过的样品 $2 \sim 3\text{g}$ 置于电炉或煤气灯上进行炭化，半盖坩埚盖，小心加热使试样在通气情况下逐渐炭化，直至无黑烟产生。
- 炭化是为了防止灼烧时，高温使试样中的水分急剧蒸发造成试样飞扬；防止糖、蛋白质、淀粉等易发泡膨胀的物质在高温下发泡膨胀逸出；也防止直接灰化，出现炭粒被包住，灰化不完全现象；对特别容易膨胀的试样（如含淀粉多的食品），可先于试样上加数滴甘油或纯植物油，再进行炭化。





(3) 灰化



- 将炭化好样品及坩埚连同盖置于 $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4h，冷却至 200°C 以下后取出放入干燥器中冷却 30min。
- 在称量前如灼烧残渣中有炭粒，向试样中滴入少许水润湿，使结块松散，蒸出水分再次灼烧直至无炭粒即灰化完全，准确称量。
- 重复灼烧至前后两次称量不超过 0.5mg 为恒量。

3 . 结果计算

每 100g 试样含灰分

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

= 灰分的重量 / 未灰化前样品的重量 * 100

式中

- X —— 样品灰分含量, g/100g ;
- m_1 —— 坩埚和灰分的质量, g ;
- m_2 —— 坩埚的质量, g ;
- m_3 —— 坩埚和试样的质量, g 。

计算题

- 将坩埚恒量，准确称取为 8.9321g，预处理过的样品置于坩埚中，称得总重为 11.3564g，置于电炉或煤气灯上进行炭化，将炭化好样品及坩埚连同盖置于 550 ± 25℃ 灼烧 4h，冷却至 200℃ 以下后取出放入干燥器中冷却 30min，称得总重为 9.0081g，重复灼烧后总重为 9.0079g。样品的灰分为多少？

$$\frac{(9.0079 - 8.9321)}{(11.3564 - 8.9321)} \times 100 = 3.13\text{g}/100\text{g}$$

灰未灰化前样品的重量分 未灰化前样品的重量

· 4 . 试剂

- 1:4 盐酸溶液、 0.5% 三氯化铁溶液和等量蓝墨水的混合液、 36% 过氧化氢、辛醇或纯植物油。

· 5 . 实验仪器

- 马弗炉、分析天平、石英坩埚或瓷坩埚、干燥器。



- （二）注意事项

- 1. 操作条件选择

- （1）样品的取样量由灼烧后得到的灰分量为 $10 \sim 100\text{mg}$ 来决定。
 - （2）灰化温度一般在 $500 \sim 600^{\circ}\text{C}$ ，多数样品在 $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 为宜。
 - （3）灰化时间以样品灼烧至灰分呈白色或浅灰色，无炭粒存在并达到恒量为止，一般需 $2 \sim 5\text{h}$ 。
 - （4）灰化坩埚通常用瓷坩埚，可根据情况选择铂坩埚（测定强碱性样品）或石英坩埚。

· 1、测定食品灰分含量要将样品放入高温炉中灼烧至_____并达到恒重为止。

· 2、测定灰分含量使用的灰化容器，主要有_____，_____。

· 3、测定灰分含量的一般操作步骤分为_____

1、有机物质被氧化分解而无机物质以硫酸盐、磷酸盐、碳酸盐、氯化物等无机盐和金属氧化物的形式残留下来。

2、坩锅，蒸发皿_____，_____

3、坩锅准备，样品预处理，炭化，灰化_____。

- 水溶性灰分是指_____、水
不溶性灰分是指_____；酸
不溶性灰分是指_____。

总灰份中可溶于水的部分，总灰份中可溶于水的部分
，总灰份中不可溶于酸的部分。

食品中灰分的意义

- 1. 食品的总灰分含量是控制食品成品或半成品质量的重要依据。
- 比如：牛奶中的总灰分在牛奶中的含量是恒定的。一般在 $0.68\%--0.74\%$ ，平均值非常接近 0.70% ，因此可以用测定牛奶中总灰分的方法测定牛奶是否掺假，若掺水，灰分降低。另外还可以判断浓缩比，如果测出牛奶灰分在 1.4% 左右，说明牛奶浓缩一倍。

食品中灰分的意义

- 1. 食品的总灰分含量是控制食品成品或半成品质量的重要依据。
- 又如富强粉，麦子中麸皮灰分含量高，而胚乳中蛋白质含量高，麸皮的灰分比胚乳的含量高 **20** 倍，就是说面粉中的剪度高，则灰分就低 。

灰分测定意义

2. 评定食品是否卫生，有没有污染。如果灰分含量超过了正常范围，说明食品生产中使用了不合理的卫生标准。如果原料中有杂质或加工过程中混入了一些泥沙，则测定灰分时可检出。
3. 判断食品是否掺假
4. 评价营养的参考指标（可通过测各种元素）

- 1、测定食品中灰分时，首先准备瓷坩锅，用盐酸（1：4）煮1~2小时，洗净晾干后，用什么在坩锅外壁编号。**A** ）
- **A**、 FeCl_3 与蓝墨水 **B**、 MgCl_2 与蓝墨水
 C、记号笔 **D**、墨水
- 2、以下各化合物不可能存在于灼烧残留物中的是 （ **C** ）。
- **A**、氯化钠 **B**、碳酸钙 **C**、蛋白质
 D、氧化铁

- 5、对食品灰分叙述不正确的是（ D ）
- A 灰分中无机物含量与原样品无机物含量相同。
- B 灰分是指样品经高温灼烧完全后的残留物。
- C 灰分是指食品中含有的无机成分。
- D A 和 C
- 6、测定强碱性样品的灰化容器是（ D ）
- A 瓷坩埚 B 蒸发皿 C 石英坩埚 D 铂坩埚

- 7、正确判断灰化完全的方法是（ c ）
- A 一定要灰化至浅灰色。
- B 一定要高温炉温度达到 500 — 600℃ 时计算时间 5 小时。
- C 应根据样品的组成、性状观察判断。
- D 达到白灰色为止。 D
- 8、不是炭化的目的是（ ）
- A 防止在灼烧时，因温度高试样中的水分急剧蒸发使试样飞扬
- B 防止糖、蛋白质、淀粉等易发泡膨胀的物质在高温下发泡膨胀而溢出坩埚
- C 缩短灰化时间。

Thank you