



- [水分测定方法](#)有许多种，我们在选择时要根据食品的性质来选择。常采用的水份测定方法如下：

1、热干燥法：

- ① [常压干燥法](#)(此法用的广泛)；
- ② 真空干燥法(有的样品加热分解时用)；
- ③ [红外线干燥法](#)(此法用的广泛)；
- ④ 真空器干燥法(干燥剂法)；

2、蒸馏法

3、卡尔费休法

4、水分活度 A_w 的测定

下面我们分别讲述测定[水分](#)的方法。

一、常压干燥法

1、特点与原理

(1) 特点：此法应用最广泛，操作以及设备都简单，而且有相当高的精确度。

(2) 原理：食品中水分一般指在大气压下， 100°C 左右加热所失去的物质。但实际上在此温度下所失去的是挥发性物质的总量，而不完全是水。

2、干燥法必须符合下列条件(对食品而言)：

(1) 水分是唯一挥发成分

这就是说在加热时只有水分挥发。例如，样品中含酒精、香精油、芳香脂都不能用干燥法，这些都有挥发成分。

(2) 水分挥发要完全

对于一些糖和果胶、明胶所形成冻胶中的结合水。它们结合的很牢固，不宜排除，有时样品被烘焦以后，样品中结合水都不能除掉。因此，采用常压干燥的水分，并不是食品中总的水分含量。

(3) 食品中其它成分由于受热而引起的化学变化可以忽略不计。

例：还原糖+氨基化合物 $\xrightarrow{\Delta}$ 变色(美拉德反应)+H₂O↑

还有 $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ (酒石酸)+ 2NaHCO₃ → NaC₄H₄O₆(酒石酸钠)+2H₂O+2CO₂

发酵糖(NaHCO₃+KHC₄H₄O₆) $\xrightarrow{\Delta}$ →H₂O+CO₂+ NaKC₄H₄O₆

高糖高脂肪食品不适应

只看符合上面三点就可采用烘箱干燥法。烘箱干燥法一般是在 100~105℃下进行干燥。

我们讲的上面三点，应该是具体的具体分析，对于一个分析工作人员，或者是一个技术员，虽然干燥法必须符合三点要求，那么我们在只有烘箱的情况下，而且衰红样品不见得符合以上讲的三点，难道就不测水分吗？

例如，啤酒厂要经常测啤酒花的水分，啤酒花中含有一部分易挥发的芳香油。这一点不符合我们的第一点要求，如果用烘箱法烘，挥发物与水分同时失去，造成分析误差。此外，啤酒花中的α—酸在烘干过程中，部分发生氧化等化学反应，这又造成分析上的误差，但是一般工厂还是用烘干法测定，他们一般采取低温长时间(80~85℃烘 4 小时)，或者高温短时(105℃烘 1 小时)

所以应根据我们所在的环境和条件选择合适的操作条件，当然我们应该首先明白有没有挥发物和化学反应等所造成的误差。

3、烘箱干燥法的测定要点

(1) 取样(称样)

在采样时要特别注意防止水分的变化，对有些食品例如奶粉、咖啡等很容易吸水，在称量时要迅速，否则越称越重。

(2) 干燥条件的选择

三个因素：①温度；②压力(常压、真空)干燥；③时间。

一般是温度对热不稳定的食品可采用 70~105℃；温度对热稳定的食品采用 120~135℃。

4、操作方法

清洗称量皿→烘至恒重→称取样品→放入调好温度的烘箱(100~105℃)→烘 1.5 小时→于干燥器冷却→称重→再烘 0.5 小时→称至恒重(两次重量差不超过 0.002g 即为恒重)

* 油脂或高脂肪样品，由于脂肪氧化，而后面一次重量反而增加，应以前一次重量计算。

* 对于易焦化和容易分解的食品，可以选用比较低的温度或缩短干燥时间。

* 对于液体与半固体样品，要在称量皿中加入海砂，使样品疏松，扩大蒸发的接触面，并且用一个玻璃棒作为容器。先放到沸水浴中烘，烘的差不多，再放到烘箱烘，否则不加海砂样品容易使表面形成一层膜，造成水分不易出来，另外易沸腾的液体飞沫使重量损失。

计算：水分 = $\frac{G_2 - G_1}{W}$

固形物(%) = 100 - 水分%

G_1 —— 恒重后称量皿重量(g)

G_2 —— 恒重后称量皿和样品重量(g)

W —— 样品重量(g)

固形物 —— 指食品内将水分排除以后的全部残留物。其组分有蛋白质、脂肪、粗纤维、无氮抽出物和灰分等。

5、烘箱干燥法产生误差的原因

- (1) 样品中含有非水分易挥发性物质(酒精、醋酸、香精油、磷脂等);
- (2) 样品中的某些成分和水分的结合,使测的结果偏低(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,使样品重量增重;
- (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;
- (6) 烘干到结束样品重新吸水。

二、真空干燥法

1、原理: 利用较低温度,在减压下进行干燥以排除水分,样品中被减少的量为样品的水分含量。

本法适用于在 100℃以上加热容易变质及含有不易除去结合水的食品。其测定结果比较接近真正水分。

2、操作方法

准确称 2.00~5.00g 样品→于烘至恒重的称量皿→至真空烘箱→70℃、真空度 93.3~98.6KPa(700~740mmHg)→烘 5 小时→于干燥皿冷却→称至恒重

计算: 水分= G / W

G —— 样品中干燥后的失重(g)

W —— 样品重量(g)

真空干燥法测水分，一般用于 100℃以上容易变质、破坏或不易除去结合水的样品，如糖浆、味精、砂糖、糖果、蜂蜜、果酱和脱水蔬菜等样品都可采用真空干燥法测定水分。

三、蒸馏法测定水分(迪安—斯达克)

蒸馏法出现在二十世纪初，当时它采用沸腾的有机液体，将样品中水分分离出来，此法直到如今仍在适用。

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蒸汽一起蒸发，把这样的蒸汽在冷凝管中冷凝，由水分的容量而得到样品的水分含量。

2、步骤

准确称 2.00~5.00g 样品→于 250ml 水分测定蒸馏瓶中→加入约 50~75ml 有机溶剂→接蒸馏装置→徐徐加热蒸馏→至水分大部分蒸出后→在加快蒸馏速度→至刻度管水量不在增加→读数

计算：

水分=V/W

V —— 刻度管中水层的容量 ml

W —— 样品的重量(g)

3、常用的有机溶剂及选择依据

常用的有机溶剂有比水清的，也有比水重的。

| | 苯 | 甲苯 | 二甲苯 | CCl ₄ |
|----|------|------|------|------------------|
| 密度 | 0.88 | 0.86 | 0.86 | 1.59 |
| 沸点 | 80℃ | 80℃ | 140℃ | 76.8℃ |

选择依据：对热不稳定的食品，一般不采用二甲苯，因为它的沸点高，常选用低沸点的有机溶剂，如苯。对于一些含有糖分，可分解释放出水分的样品，如脱水洋葱和脱水大蒜可采用苯，要根据样品的性质来选择有机溶剂。

4、蒸馏法的优缺点

优点：

- (1) 热交换充分
- (2) 受热后发生化学反应比重量法少
- (3) 设备简单，管理方便

缺点：

- (1) 水与有机溶剂易发生乳化现象
- (2) 样品中水分可能完全没有挥发出来
- (3) 水分有时附在冷凝管壁上，造成读数误差

对分层不理想，造成读数误差，可加少量戊醇或异丁醇防止出现乳浊液。

这种方法用于测定样品中除水分外，还有大量挥发性物质，例如，醚类、芳香油、挥发酸、CO₂等。目前 AOAC 规定蒸馏法用于饲料、啤酒花、调味品的水分测定，特别是香料，蒸馏法唯一的、公认的水分检验分析方法。

四、卡尔—费休法

众所周知，卡尔费休法是测定各种物质中微量水分的一种方法，这种方法自从 1935 年由卡尔费休提出后，一直采用 I₂、SO₂、吡啶、无水 CH₃OH(含水量在 0.05%以下)配制而成，并且国际标准化组织把这个方法定为国际标准测微量水分，我们国家也把这个方法定为国家标准测微量水分。

1、原理：在水存在时，即样品中的水与卡尔费休试剂中的 SO_2 与 I_2 产生氧化还原反应。



但这个反应是个可逆反应，当硫酸浓度达到 0.05% 以上时，即能发生逆反应。如果我们让反应按照一个正方向进行，需要加入适当的碱性物质以中和反应过程中生成的酸。经实验证明，在体系中加入吡啶，这样就可使反应向右进行。



生成硫酸酐吡啶不稳定，能与水发生反应，消耗一部分水而干扰测定，为了使它稳定，我们可加无水甲醇。



我们把这上面三步反应写成总反应式为：



从反应式可以看出 1mol 水需要 1mol 碘，1mol 二氧化硫和 3mol 吡啶及 1mol 甲醇而产生 2mol 氢碘酸吡啶、1mol 甲基硫酸吡啶。这是理论上的数据，但实际上， SO_2 、吡啶、 CH_3OH 的用量都是过量的，反应完毕后多余的游离碘呈现红棕色，即可确定为到达终点。



2、卡尔费休试剂的配制与标定

若以甲醇作溶剂，则试剂中 I_2 、 SO_2 、 $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ (含水量在 0.05% 以下) 三者的克分子数比例为



这种试剂有效浓度取决于碘的浓度。新配制的试剂其有效浓度不断降低，其原因是由于试剂中各组分本身也含有一些水分，但试剂浓度降低的主要原因是由一些副反应引起的，较高消耗了一部分碘。

这也说明了配制这种试剂要单独配，分甲乙两种试剂并且分别贮存，临用时再混合，而且要标定。

甲液 I_2 的 CH_3OH 溶液

乙液 SO_2 的 CH_3OH 吡啶溶液

这种方法对试剂要求严格，要求甲醇、吡啶都是无水的，并且要求有 KF 水分测定仪(上海化工研究所制)

配制：

称 85g I_2 → 于干燥的有塞棕色烧瓶中 → 加 670ml 无水 CH_3OH → 塞上瓶塞 → 振摇使 I_2 全部溶解 → 加 270ml 吡啶 → 混匀 → 于冰水浴冷却 → 通干燥的 SO_2 气体 60g → 塞上瓶塞 → 于暗处 24 小时后标定使用

标定：

先加 50ml 无水甲醇 → 于反应器中 → 接通电源 → 启动电磁搅拌器 → 用 KF 试剂滴入甲醇中使甲醇中尚残留的痕量水分与试剂达到终点(即指针到达一定刻度，不记录 KF 试剂用量) → 保持一分钟 → 用 10 μ l 注射器从反应器加料口注入 10 μ l 蒸馏水(相当于 0.01g 水) → 电流表指针接近零点 → 用 KF 试剂滴定到原定终点 → 记录

$$F = G \cdot 100 / V$$

F —— KF 试剂的水当量(mg/ml)

V —— KF 滴定消耗试剂的体积(ml)

G —— 水的重量(g)

3、步骤

对于固体样，如糖果必须预先粉碎，称 0.30~0.50g 样于称样瓶中

取 50 ml 甲醇 → 于反应器中，所加甲醇要能淹没电极，用 KF 试剂滴定 50 ml 甲醇中痕量水 → 滴至指针与标定时相当并且保持 1min 不变时 → 打开加料口 → 将称好的试样立即加入 → 塞上皮塞 → 搅拌 → 用 KF 试剂滴至终点保持 1min 不变 → 记录

计算：

水分= FV/W

F —— KF 试剂的水当量(mg/ml)

V —— 滴定所消耗的卡尔费休试剂(ml)

W —— 样品重量(g)

注：① 此法适用于食品中糖果、巧克力、油脂、乳糖和脱水果蔬类等样品；

② 样品中有强还原性物料，包括维生素 C 的样品不能测定；

③ 卡尔费休法不仅可测得样品中的自由水，而且可测出结合水，即此法测得结果更客观地反映出样品中总水分含量。

④ 固体样品细度以 40 目为宜，最好用粉碎机而不用研磨，防止水分损失。

五、水分活度值的测定

食品中水分活度的检验方法很多，如蒸汽压力法、电湿度计法、附感敏器的湿动仪法、溶剂萃取法、扩散法、水分活度测定仪法和近似计算法等。一般常用的是水分活度测定仪法(A_w 测定仪法)、溶剂萃取法和扩散法。水分活度测定仪法操作简便，能在较短时间得到结果。

1、 A_w 测定仪法

(1) 原理：在一定温度下主要利用 A_w 测定仪中的传感器根据食品中水的蒸汽压力的变化，从仪器的表头上读出指针所示的水分活度。在样品测定前需用氯化钡和溶液校正 A_w 测定仪的 A_w 为 9.000。

(2) 步骤

① 仪器校正

两张滤纸→浸于氯化钡饱和液中→用小夹子轻轻地把它放在仪器的样品盒内→然后将传感器的表头放在样品盒上，轻轻地拧紧→于 20℃ 恒温烘箱→加热恒温 3 小时后→将校正螺丝校正 A_w 为 9.00

② 样品测定

取样→于 15~25℃ 恒温后→(果蔬样品迅速捣碎取汤汁与固形物按比例取样→肉和鱼等固体试样需适当切细)→于容器样品盒内→将传感器的表头置于样品盒上轻轻地拧紧→于 20℃ 恒温烘箱中→加热 2 小时后→不断观察表头仪器指针的变化情况→等指针恒定不变时→所指的数值即为此温度下试样的 A_w 值

2、溶剂萃取法

(1) 原理：食品中的水可用不混溶的溶剂苯来萃取。苯在一定温度下其萃取的水量随样品中水分活度而变化，即萃取的水量与水相中的水分活度成比例，其结果与同温度下测定的苯中饱和溶解水值与水相中的水的比值即为该样品的水分活度。

(2) 步骤

称样 1.00g → 于 250 ml 磨口三角烧瓶 → 加 100ml 苯 → 塞上瓶塞 → 振摇 1 小时 → 静置 10 分钟 →

吸 50ml → 于卡尔费休水分测定器中 → 加无水甲醇 70ml → 混合 → 用 KF 试剂滴至微红色 → 置电

流指针再不变即为终点 → 记录

求苯中饱和溶解水值:

取蒸馏水 10ml 代替样品 → 加苯 100 ml → 振摇 2 分钟 → 静置 5 分钟
→ 同上样品测定

(3) 计算

$$A_w = \frac{[H_2O]_n \times 10}{[H_2O]_0}$$

A_w —— 样品中水分活度值

$[H_2O]_n$ —— 从食品中萃取的水量，即从 KF 试剂滴定度乘滴定样品消耗 KF 试剂毫升数

$[H_2O]_0$ —— 测定纯水中萃取水量

3、扩散法

样品在康威氏微量扩散皿密封和恒温下，分别在较高和较低的标准饱和溶液中扩散平衡后，根据样品重量的增加和减少的量，求出样品中 A_w 值。

六、其它测定水分方法

1、化学干燥法

化学干燥法就是将某种对于水蒸汽具有强烈吸附作用的化学药品与含水样品同装入一个干燥器(玻璃或真空干燥器)，通过等温扩散及吸附作用而使样品达到干燥恒重，然后根据干燥前后样品的失重即可计算出其水分含量，此法在室温下干燥，需要较长时间，几天、几十天甚至几个月。

干燥剂有五氧化二磷、氧化钡、高氯酸镁、氢氧化锌、硅胶、氧化氯等。

2、微波法

微波是指频率范围为 $10^3 \sim 3 \times 10^5 \text{MHz}$ 的电磁波。当微波通过含水样品时，因水分引起的能量损耗远远大于干物质所引起的损耗，所以测量微波能量的损耗就可以求出样品含水量。

3、红外吸收光谱法

红外线属于电磁波，波长 $0.75 \sim 1000 \mu\text{m}$ 的光。红外波段可分三部分：① 近红外区 $0.75 \sim 2.5 \mu\text{m}$ ；② 中红外区 $2.5 \sim 25 \mu\text{m}$ ；③ 远红外区 $25 \sim 1000 \mu\text{m}$ 。

根据水分对某一波长的红外光的吸收程度与其在样品中含量存在一定的关系的事实即建立了红外光谱测定水分方法。