

用红外水分测定仪快速测定食品中的水分

张 慧, 乙小娟, 周 璐

(张家港出入境检验检疫局综合技术中心, 江苏 张家港 215633)

摘 要: 本文采用GB/T5009.3-2003和红外干燥法对三种固体食品样品分别进行了水分检测。结果表明红外干燥法大大缩短了检测时间, 且操作简便迅速。经过显著性检验, 红外法检测结果与国标中 (105 ± 2) (3+1)h的直接干燥法无显著性差异。

关键词: 水分; 红外水分测定仪; F 检验法; t 检验法

Rapid Determination of Moisture in Foodstuff with Infrared Moisture Meter

ZHANG Hui, YI Xiao-juan, ZHOU Lu

(Zhangjiagang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Zhangjiagang 215633, China)

Abstract: This article assayed the moisture of three solid foods with both GB/T5009.3-2003 and infrared method. The results showed that the infrared method takes less time and easier to handle with no significant diversity in comparison with drying oven method at (105 ± 2) (3+1)h.

Key words: moisture; infrared moisture meter; F inspection; t inspection

中图分类号: TS201

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2006)06-0174-03

水分是一般食品、粮食谷物类制品的常规检测项目, 目前一般实验室采用的都是国家标准方法GB/T5009.3-2003, 即 (105 ± 2) (3+1)h的直接干燥法^[1]。此法虽然经典, 但是耗时长, 比较繁琐, 需多次重复称量, 人力消耗较多, 与快检快出的需要不相适应。红外干燥法^[2-4]通过辐射加热, 辐射热可以穿透食品, 这样可以加速水分的蒸发, 而且样品本身温度升高不大, 不会破坏样品结构。目前, 红外干燥法已经在一些饲料, 污水中得到了运用, 但一些常规的固体食品还是选用直接干燥法。本文通过对样品投放量和干燥时间的确定, 建立了一套采用红外水分测定仪测定食品中水分含量的方法。该方法重现性好, 同时又缩短了干燥时间, 提高了工作效率。通过F检验、t检验表明该法与国标GB/T5009.3-2003方法无显著性差异。

1 材料与方法

1.1 仪器

电热鼓风干燥箱 采用数显式电热鼓风干燥箱, 能自动控制温度在 $105 \sim 130 \pm 2$ 的范围内。

电子天平 AT201型, 梅特勒-托利多公司, 采用感量为千分之一。

玻璃干燥器 内装有效变色硅胶干燥剂。

铝铂干燥皿 内径50mm, 高30mm。

红外水分测定仪 (附打印机)LJ-16 梅特勒-托利多公司。

刀式粉碎磨 1095型, 瑞典FOSSTECATOR公司(带冷凝水)。

1.2 供试样品

美国大豆, 用旋风磨磨细; 出口小麦淀粉; 浓缩蛋白粉。

1.3 测试方法

每个供试样品同时按下述两种方法重复测定五次。

1.3.1 国标法

用已烘至恒重的铝盒称量皿称量约2g试样, 精确至0.001g, 平铺在铝盒中, 置于 (105 ± 2) 电热干燥箱内, 盖斜支于皿边, 干燥3h后, 盖好取出, 放入玻璃干燥器内冷却30min后称量。然后再放入 (105 ± 2) 烘箱中干燥1h左右至恒重, 取出, 冷却称量, 直至两次称量之差小于0.002g。计算公式如下:

$$\text{水分}(\%) = \frac{m_1 + m_2 - m_3}{m_2}$$

式中: m_1 — 恒重的铝盒称量皿的质量, g;

收稿日期: 2005-08-25

作者简介: 张慧(1982-), 女, 助理工程师, 主要从事理化分析研究。

表1 不同质量对水分测定的影响
Table 1 Effect of different mass on the determination of moisture

实验 编号	质量在 2~3g 左右			质量在 5g 左右			质量在 7g 左右		
	样品质量(g)	水分(%)	干燥时间(min)	样品质量(g)	水分(%)	干燥时间(min)	样品质量(g)	水分(%)	干燥时间(min)
1	2.650	11.698	8	5.010	12.086	20	7.010	11.897	26
2	2.677	11.916	11	5.007	12.095	19	7.023	12.003	25
3	2.671	11.906	9	5.011	12.076	18	7.001	12.198	24
4	2.622	11.976	11	5.007	12.124	21	7.003	11.995	26
5	2.638	11.872	10	5.008	12.193	20	7.016	11.932	25
平均值		11.874	9.5		12.115	19.5		12.005	25
相对标准偏差	0.008850284			0.000303348			0.009709383		

m_2 —样品的质量, g ;

m_3 —烘后样品和铝盒的总质量, g。

1.3.2 红外水分测定仪法

按照仪器说明, 本文一开始采用的操作模式为, 将温度调至 105, 时间调至 0min, 系统归零, 称取大约 5g 的样品粉末于铝盒中(需要时可加入石英砂), 将铝铂底面铺满, 放下仪器罩, 掀 Start 键开始测定, 当数据基本保持不变时, 按 Stop 键停止, 记录测定结果。在摸索出不同样品所需要的时间之后, 采用的模式为将时间设置为不同样品测定水分具体所需时间, 其它条件不变, 然后开始测定。

2 结果与分析

2.1 样品投放量的选择

样品的质量的多少是影响干燥时间的首要因素, 一般以平铺满铝盒的底部为佳, 否则未铺上样品的铝盒会反射红外射线, 造成其温度相对于样品要小, 样品会不断与暴露的铝盒发生热交换, 从而导致样品只能吸收很少的能量, 干燥的时间就会相对较长, 结果也不稳定。样品的量如果太多, 一方面会使得干燥所需要的时间相对较长, 影响工作效率, 另一方面, 会在样品的表面形成水膜, 影响水分的挥发(如果需要可在样品中加入石英砂, 增加表面积和吸收红外线的能力, 提高干燥速率)。在本实验中, 一般样品的投放量在 5g 左右, 效果最佳。从表 1 可以看出, 质量越大所需要的时间越长, 而且质量在 5g 左右的时候其相对标准偏差最小。

2.2 样品时间的选择

根据仪器说明书的两种模式, 一开始选择时间设置在 0min, 当水分稳定时按下 Stop 键, 停止测定, 得到三种样品测定所需的时间如表 2 所示。从表中可以看到, 小麦淀粉、美国大豆和浓缩蛋白粉所需的最大时间分别为 11、22 和 15min。在确定下三种样品所需的时间之后, 采用将时间设置在需要时间上的模式工作。一般在仪器开机后, 第一次测

表2 不同样品所需时间
Table 2 The time need for diferernt sample

品名	时间(min)					最大时间(min)
小麦淀粉	8	11	9	11	10	11
美国大豆	20	18	19	22	20	22
浓缩蛋白粉	15	14	13	14	15	15

水分时, 水分测定仪的温度相对较低, 需要的时间会比较长, 数据也不稳定, 第一次测得的数据一般应该舍弃不用。

2.3 与烘箱法的比较

分别对出口小麦淀粉、浓缩蛋白粉和由旋风磨磨细后的美国大豆进行国标法和红外水分测定法进行水分测定, 得到结果如表 3、4、5 所示。

2.4 显著性检测^[5-8]

利用统计检验分析两种方法的测定结果是否一致。通过 F 和 t 检验法进行判断。

表3 小麦淀粉水分测定数据
Table 3 The result of misture in wheat starch

国标法			红外法		
水分(%)	x_1	$ x_1 - \bar{x}_1 $	水分(%)	x_2	$ x_2 - \bar{x}_2 $
		$ x_1 - \bar{x}_1 ^2$			$ x_2 - \bar{x}_2 ^2$
12.128	0.061	0.003721	12.086	0.0288	0.00082944
12.159	0.092	0.008464	12.095	0.0198	0.00039204
11.938	0.129	0.016641	12.076	0.0388	0.00150544
12.131	0.064	0.004096	12.124	0.0092	0.00008464
11.979	0.088	0.007744	12.193	0.0782	0.00611524
$\bar{x}_1 = 12.067$		$\Sigma = 0.040666$	$\bar{x}_2 = 12.115$		$\Sigma = 0.008927$

表4 美国大豆水分测定数据
Table 4 The result of misture in American soybean

国标法			红外法		
水分(%)	x_1	$ x_1 - \bar{x}_1 $	水分(%)	x_2	$ x_2 - \bar{x}_2 $
		$ x_1 - \bar{x}_1 ^2$			$ x_2 - \bar{x}_2 ^2$
10.36	0.008	0.000064	10.318	0.008	0.0000672
10.25	0.102	0.010404	10.338	0.012	0.000139
10.43	0.078	0.006084	10.253	0.073	0.005358
10.33	0.022	0.000484	10.376	0.050	0.00248
10.39	0.038	0.001444	10.346	0.020	0.000392
$\bar{x}_1 = 10.352$		$\Sigma = 0.01848$	$\bar{x}_2 = 10.326$		$\Sigma = 0.008437$

表5 浓缩蛋白粉水分测定数据

Table 5 The result of mixture in albumen powder concentrate

国标法			红外法		
水分(%)			水分(%)		
\bar{x}_1	$ \bar{x}_1 - \bar{x}_2 $	$ \bar{x}_1 - \bar{x}_2 ^2$	\bar{x}_2	$ \bar{x}_2 - \bar{x}_2 $	$ \bar{x}_2 - \bar{x}_2 ^2$
9.174	0.054	0.002916	9.298	0.0408	0.001665
9.215	0.031	0.000961	9.219	0.0382	0.001459
9.288	0.06	0.0036	9.256	0.0012	1.44E-06
9.257	0.029	0.000841	9.238	0.0192	0.000369
9.206	0.022	0.000484	9.275	0.0178	0.000317
$\bar{x}_1 = 9.228$		$= 0.008802$	$\bar{x}_2 = 9.257$		$= 0.003811$

2.4.1 方差之比—F 检验法

在选用显著水平 1 情况下, 分别对上述 5 对二组成对数据的样本均值 \bar{x}_1 及 \bar{x}_2 进行 F 测验。从表 6 可以看到, 三个品种的 F 值都比 $F_{0.05(4, 4)}$ 小, 两种分析方法没有显著差异, 即测定精密度两种方法是一致的, 因此可确定进行 t 测验有效。

表6 F 检验结果

Table 6 The results of F inspection

品种	S^2		F	查 F 分布表 $F_{0.05(4, 4)}$
	国标法	红外法		
小麦淀粉	0.010167	0.002231	4.56	6.30
美国大豆	0.00462	0.002109	2.19	
浓缩蛋白粉	0.002201	0.000953	2.31	

2.4.2 平均值比较—t 检验法

从表 7 可以看到, $t < t_{0.05}$, 故认为两种分析方法没有显著差异, 即两种水分测定方法的准确度无显著差异。

表7 t 检验结果

Table 7 The result of t inspection

品种	方法	\bar{x}	S	\bar{s}	-t-	$t_{0.05, 8}$
小麦淀粉	国标法	12.067	0.10083	0.074035	1.03	
	红外法	12.115	0.04724			
美国大豆	国标法	10.352	0.067971	0.056947	0.722	2.31
	红外法	10.326	0.045924			
浓缩蛋白粉	国标法	9.228	0.046915	0.038893	1.18	
	红外法	9.257	0.030871			

3 结论

采用 (105 ± 2) , $(3+1)h$ 的国标法和红外法分别对 3 个固体食品品种水分含量进行一系列对照试验, 并经数理统计分析, 结果表明两种水分测定方法无显著或极显著差异。红外法由于操作简便迅速, 大大缩短了测定的时间, 减少了工时和人力, 达到减少费用和提高工作效率的目的, 适合现时标准要求, 在日常检验中可与国标法等同采用。

参考文献:

- [1] GB/T5009. 3, 中华人民共和国国家标准-水分的测定[S].
- [2] 王永红, 禹飞. 糕点的水分测定[J]. 安徽农学通报, 2004, 10(6): 79.
- [3] 王成云, 杨左军. 用红外水分测定仪快速测定饲料中的水分[J]. 粮食与饲料工业, 2003, (2): 47-48.
- [4] 万志健, 骆冠琦. 用红外水分快速测定仪测定污泥含水率[J]. 理化检验-化学分册, 2004, 40(12): 733.
- [5] 徐良梅. 饲料中水分测定方法的比较[J]. 饲料博览, 2005, (1): 36-37.
- [6] 傅冬和, 邓克尼. 几种烘箱法测定成品茶含水量的差异性比较实验[J]. 茶叶通讯, 2001, (3): 14-16.
- [7] 林琳, 张晓荣. 用显著性检验法判断粮食中水分快速测定法[J]. 西部粮油科技, 2003, (2): 47-48.
- [8] 杨树勤. 卫生统计学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1988. 10.

信息

法国利用植物垃圾制造有机肥料

法国上维埃纳省近日开始实施一项植物垃圾循环再利用计划。当地研究人员认为, 利用植物垃圾制造有机肥料, 具有环保和廉价的特点, 可以实现变废为宝。

上维埃纳省位于法国中部, 每年人均产生 50 公斤的植物垃圾, 其中的 30% 到 40% 通常被简单地焚烧处理。当地一家废弃物处理机构希望改变这种状况。该机构植物垃圾处理中心的研究人员介绍说, 如果利用植物垃圾制造肥料, 不仅可以节省原料开销, 还可以节约一大笔垃圾清运费。

据介绍维埃纳省现有三座植物垃圾循环再利用中心, 可收集处理 1 万多吨植物垃圾。该省计划再建造几座新的处理中心, 使该省年处理垃圾能力超过 1.85 万吨。

当地的一位农民称, 他一直坚持使用有机肥料, 但常常苦于肥料不够用。他在使用了以植物垃圾为原料的混合堆肥后发现, 这种肥料既解决了肥料短缺的问题, 而且肥效也不错。统计数字显示, 上维埃纳省已有 126 个农业合作社开始利用植物垃圾制造混合堆肥。