

本方法适用于酿造酱油时原料、半成品、副产品的水分测定。

仲裁方法—105℃恒重法

1.1 仪器与用具

- a. 分析天平: 感量 0.1mg;
- b. 电烘箱;
- c. 称量瓶;
- d. 干燥器、牛角匙等。

1.2 测定步骤

1.2.1 将称量瓶洗净,置于 105℃电烘箱中 2h 左右,取出放入干燥器内,冷却后用分析天平称量。复烘至恒重(二次称重相差不超过 0.002g 即为恒重)。此重量即称量瓶重量(W1)。记录该称量瓶的号码和重量。

1.2.2 用牛角匙先将细碎的样品充分搅拌均匀后,取出 5g 左右放入已恒重的称量瓶内,以分析天平精确称量,分别按称量瓶的号码记录样品与称量瓶的总重量(W2)。

1.2.3 揭开称量瓶盖,放入已调节至 105℃的烘箱内,置于上层铁网上,并靠近温度计的水银球周围,烘 3~4h(一般烘 4h 即达恒重)。用坩埚钳取出称量瓶,盖好盖子,于干燥器中冷却后称重。再复烘后冷却、称重,直至恒重为止。记下烘干(恒重)后总重量(W3)。

1.3 计算

$$X(\%) = \frac{W_2 - W_3}{W} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中:X——水分,%;

W2——称量瓶和试样烘前总重量,g;

W3——称量瓶和试样至恒重后重量,g;

W——样品重量(W=W2-W1),g。

1.4 注意事项

1.4.1 普通电烘箱干燥室内的温度是不均匀的,测定水分时为了使烘干温度恰在 105℃,必须将称量瓶置于上层靠近温度计水银球的下方或周围。

1.4.2 电烘箱顶上的出气孔,在干燥过程中要旋开,让水蒸汽向外逸出。

1.4.3 干燥温度的控制范围可在 105±2℃之间。

1.4.4 试样称取 5g 左右。

1.4.5 用两份试样分别测定含水量时,允许误差为不超过 0.2%,在此范围内取其平均值作为测定结果。

2 快速法 (近似测定法之一)

快速法所用仪器、测定步骤、计算方法都和仲裁法一样,仅是烘箱温度提高(160℃)。因此烘干时间可缩短(半小时左右)。

此法必须严格控制时间的长短。由于样品的性质、容器(称量瓶)的大小,样品的多少等不同,精确的烘干时间可与仲裁烘干法进行校对后确定之。

3 红外干燥法 (近似测定法之二)

3.1 从水分快速测定仪的码盘中取下 10g 砝码,在试料盘中加样品,样品量一般控制在 10g 以内。若样品不到 10g,可将砝码加在码盘上凑足 10g 定量。

3.2 调节好所需要的电压幅度。开启红外线灯,旋动开关旋钮。由于水分迅速蒸发,样品重量减轻,天平失去平衡,横梁指针上端的微分表牌随之倾斜。微分表牌刻度通过光学系统映示在投影屏上上升,直到刻度在投影屏上静止,表示样品内已无水分。此时可在投影屏刻度左边读出样品水分含量。

3.3 微分表牌有两种表示方法,左边刻度表示 10g、5g 样品之水分百分数;右边刻度表示水分重量。微分表牌刻度分为 200 格,每格代表 5 mg,共合 1g。所以测定 10g 样品,其水分在 10%以内,或者 5g 样品,其水分在 20%以内的,可中途不加砝码一次读出。若超出这个范围(微分表牌刻度超过投影屏上黑线)须将开关旋钮关闭,取 1g 砝码放在码盘中,再开动开关旋钮,以后类推,直到静止,此时投影屏微分表牌刻度右边上所映示数值加上追加在码盘上的砝码数值,即是样品的水分重量。

3.4 计算

$$X1 (\%) = \frac{a + b}{W} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:X1——样品水分,%;

a——微分表牌右边刻度读数,mg;

b——追加在码盘上的砝码,mg;

W——样品重量,mg。

附加说明:

本标准由商业部副食品局提出。

本标准由上海市酿造科学研究所起草。

本标准主要起草人须凤高。