

浓度在0.1~1mg样品和标准溶液线性关系良好,曲线稳定 $r=0.9999$,样品加标回收率在82.3~99.5%, $S_{\bar{X}}$ 在2.4~9.6,回收结果见表。

取酱油5.00ml,加入乙酯,丙酯标准溶液,按本方法操作,测定六次,并对结果进行处理,乙酯,丙酯变异系数分别为1.74 1.58。

不同样品加标回收测定

	加入标准量 (PPm)		样 本 数	$\bar{X}$ (SX)	
	P-ET	P-PR		P-ET	P-PR
酱 油	200	200	10	91.58 (2.4)	95.94 (2.7)
	100	100	10	88.26 (4.5)	88.11 (4.4)
醋	100	100	10	96.40 (6.7)	97.56 (7.4)
	50	50	10	91.26 (5.5)	89.40 (5.8)
果 酱	200	200	10	82.3 (3.9)	95.40 (6.6)
	100	100	10	83.75 (6.9)	82.97 (5.2)
果 汁	100	100	10	93.16 (9.6)	96.04 (7.6)
	50	50	10	82.80 (2.7)	84.90 (2.7)

参 考 文 献

〔1〕日本厚生省,日本食品添加剂公定书第五版。

〔2〕Gracia et al J. AoAc. 64(4) 1981 844—847

〔3〕Dacnes et al J. AoAc 1973 56 15 15—1517

〔4〕Ishikawa, M. et al Shizucka-ken Eisei

〔5〕中华人民共和国国家标准《食品卫生检验方法》理化部分

两种测定食品水份方法的比较研究

沈阳医学院营养与食品卫生学教研室 徐 超 张质瑜

提要 本文对直接干燥法与SC69—02型水份快速测定的同一样品水份含量进行对比研究,结果表明:快速法的精密度低于直接法;而快速法的水份含量测定结果高于直接法,两者的差别具有显著性($P<0.01$),并分析了差别产生的原因;初步探讨了快速法的用途,为使食物水份测定向快速、简便、准确的方向发展提供参改。

关键词 水份 食品分析 棉籽

关于食品中水份测定的方法,目前多采用直接干燥法,但该方法费时较多,而SC69

—02型水份快速测定仪集红外线灯与定量天平为一体,在样品快速干燥的同时称重,简化了操作,缩短了测定时间,本实验通过对同一样品在同一时间内分别采用以上两种方法测定,对比分析测定结果,以了解快速法的可靠性和可行性。

1 材料和方法

1.1 材料 不同品种的棉榨粉4份(编号为1, 2, 3, 9)及不同条件制取的棉籽蛋白粉5份(编号为4, 5, 6, 7, 8)。

1.2 方法 (1)直接干燥法(简称直接法)〔1〕取样5g。对每个样品平行测定,取均值。

(2)快速测定法(简称快速法)调整仪器电压为220V,将仪器本身的天平调零后,称取5g样品备检,开机预热20分钟后,再调零,放入已称好的样品烘烤至天平投影屏上的刻线移动静止时,即达到恒重状态,读取数据并记录,对每一样品平行测定,取均值。但有的样品持续失重,达不到恒重状态,对此类样品可先进行较长时间的测定后,绘制出样品随时间变化的失重曲线,以确定每一样品测定所需的最佳时间。

2 结果

2.1 快速法测定时间的选定,本实验为了解样品随时间变化而失重的情况,对1至8号样品均进行120分钟的测定,中间每隔10分钟读取一次数据,绘制出样品失重随时间变化的曲线,见图1。结果表明:除1号样

在20分钟达到恒重外,其它样品均随时间的延长而持续失重,难以完全达到恒重状态。考虑到如果测定时间较长则失去快速测定的意义。故将每个样品的测定时间定为由曲线开始至平台起点时间(见表1)。参照相应的时间对每个样品进行平行测定。

图1 样品失重随时间变化的曲线

表1 不同样品的测定时间

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8
测定时间(分)	30	40	30	30	40	50	50	50

2.2 两种方法测定样品水份含量的结果及比较(见表2)。经统计学处理两种测定方法所得结果的差异具有显著性,即快速法的结果高于直接法。

2.3 两种测定方法的精密度(见表3)

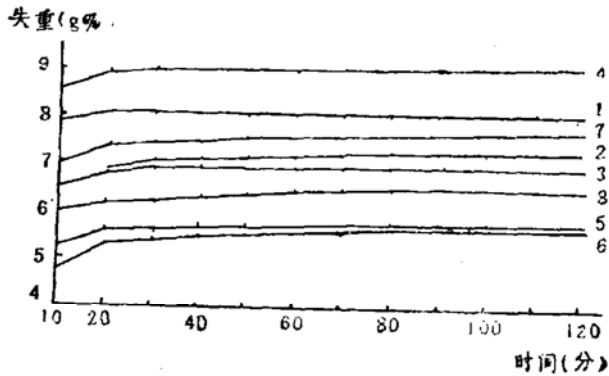
表2 两种方法测定样品水份含量的结果

样号	快速法(均值%)	直接法(均值%)
1	8.0	6.82
2	7.0	6.23
3	7.0	6.28
4	8.8	6.60
5	5.7	5.02
6	5.6	5.24
7	7.5	7.17
8	6.4	5.96

经t检验 $n=7$ $t=3.831$ $p<0.01$

表3 两种水份测定方法的精密度

方法	样品号	取样量(g)	测定结果(%)					标准偏差	相对标准偏差(%)
			1	2	3	4	均值		
快速法	3	5.000	7.1	6.9	7.1	7.0	7.0	0.096	1.4
直接法	1	5.000	7.94	7.85	7.83	7.82	7.86	0.0548	0.697



3 讨 论

从表2两种方法测定同一样品的结果看出：快速法测定样品时，样品的失重率大于直接法（ $P < 0.01$ ），此结果并非红外线灯照射时温度较高所致。经测量，在红外线灯工作时，加热室中样品上方的温度为 $101 \sim 105^\circ\text{C}$ ，与直接法中样品所处的环境温度相似（ $103 \sim 105^\circ\text{C}$ ）。经分析认为：产生这种差异的原因主要是由于两种测定方法中的加热方式不同。

直接法以电阻丝为热源，当加热时，电阻丝处于红热状态，其表面温度可达 $500 \sim 1200^\circ\text{C}$ ，将上面覆盖的铁筛板加热后，铁筛板作为二次辐射源将烘箱内的空气加热，热空气以热传导的方式对样品进行加热。同时，铁筛板也发出一定波长的电磁波直接对样品以热辐射的方式进行加热。

快速法以一只220V250W的红外线灯做为热源，加热时灯丝处于白热状态，其表面温度可达 $1200 \sim 1500^\circ\text{C}$ 〔2〕，直接以热辐射的方式对样品及周围的空气进行加热，所以样品也同时受到热辐射与热传导两种加热方式的作用。根据维恩位移定律：黑体热辐射光谱中能量最大的波长与黑体的绝对温度成反比〔3〕。则快速法中红外线灯发出的光谱中能量最大波长必然比直接法中的电阻丝及铁筛板所发出的波长短，由此，红外线灯具有较强的辐射，在相似的环境温度条件下

可使样品获得较多的能量，而使样品中水分子逸出的量大于直接法的结果。由此看出直接法是以热传导为主要方式对样品进行加热，而快速法则以热辐射为主。

另外，直接法的加热过程为间断式，加热温度曲线呈波浪型，样品所处的温度时高时低，在 $103 \sim 105^\circ\text{C}$ 的范围内波动，而快速法的加热过程为连续式，温度曲线呈直线型，样品所处的环境温度随时间延长而升高，由此，样品在单位时间内所失去的水份必然大于直接法。

由于以上两个主要原因使得快速法的测定结果高于直接法，但该法失重所代表的物质中游离水份及其它易挥发物质所占的比重各为多少还应进一步探讨。

关于快速法的精密度低于直接法（见表3）的原因，推测可能是由于加热室体积小，箱壁薄易受外界气流影响所致。

根据本次实验结果，快速法虽然操作简便，测定速度快，但其结果略高于直接法，经统计学处理差异具有显著性，故在使用时应持慎重态度。建议此法可用于大批量测定时的样品筛选；或先经直接法校正，选择适当的操作条件后，对同一样品进行大批测定，以提高工作效率。

（本文承蒙物理教研室李玉生老师大力支持，在此致谢；参加本实验的还有85级卫生大专班王恩玲同学。）

参 考 文 献

- 〔1〕 卫生部食品卫生监督检验所 主编
食品卫生检验方法（理化部分）注
解 北京 1987：22
- 〔2〕 苏和 王文亮 编著 基础物理手册
第一版 呼和浩特 内蒙古人民出
版社1982：180
- 〔3〕 中国医科大学 主编 医用物理学
第一版 北京 人民卫生出版社
1978：186