

卡尔费休容量法测定配方奶粉中水分的含量

周冲, 徐泽宇, 杜屿天, 姚龙, 周雄晨

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要: 使用 T930 全自动水分测定仪测定奶粉中的水分含量, 重复多次试验, 测得奶粉中的水分含量 8.7397%。试验结果表明: T930 全自动水分测定仪测定奶粉中的水分含量, 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 奶粉; 水分

奶粉是将动物奶除去水分后制成的粉末, 它适宜保存。奶粉是以新鲜牛奶或羊奶为原料, 用冷冻或加热的方法, 除去乳中几乎全部的水分, 干燥后添加适量的维生素、矿物质等加工而成的冲调食品。

GB 19644-2010 《食品安全国家标准乳粉(奶粉)》中规定奶粉的水分含量需 $\leq 5.0\%$ 。若奶粉水分过高, 可能导致组织状态发生软化, 弹性也降低或者消失。奶粉的水分含量过高, 还可能導致营养素损失、微生物滋长、奶粉结块变质等问题。目前行业的平均水平控制在 4% 左右。检测奶粉中的水分含量是每个企业生产和品检必不可少的项目。

目前, 检测奶粉水分含量的方法为 GB/T 5009.3—2016 《食品安全国家标准食品中水分的测定》

此测试方案亦适用于全脂、脱脂、部分脱脂乳粉和调制乳粉中水分的测定。

1 基本信息

1.1 样品信息

配方奶粉 10 g

1.2 测试项目

水分

1.3 测试设备及试剂

1.3.1 前处理设备: 无。

1.3.2 仪器: T930 全自动水分测定仪

经检定合格的实际分度值为 0.1 mg 的 I 级电子天平

1.3.3 辅助器具: 1 支 10 μ L 微量进样器

1.3.4 试剂: 单组分卡尔·费休容量法滴定剂, 5 mg/mL (34805-1L); 单组分卡尔·费休溶剂

(Fluka 37817-1L); 甲酰胺 (GR); 娃哈哈纯净水

1.4 参考方法

GB 5009.3-2016 《食品安全国家标准食品中水分的测定》

GB 19644-2010 《食品安全国家标准乳粉 (奶粉)》

2 样品测试

2.1 测试过程

1) 方法选择: 打开 T930 开机按钮, 登录用户界面, 依次点击“开始滴定”—“方法编辑”, 按

2.2 设置仪器参数。

2) 标定卡尔·费休滴定剂浓度:

(1) 预滴定: 加入适量溶剂 (浸没电极), 点击“开始预滴定”, 直至待机。

(2) 加纯水: 用 10 μL 微量进样器抽取纯净水, 反复润洗多次, 然后抽取 10 μL 纯水, 戴手套用手将微量进样器上多余的水抹掉, 点击“系统进样”, 用微量进样器迅速将纯水注入分析杯中, 然后立即拔出微量进样器 (整个过程应稳当、连贯、迅速), 最后点击“开始滴定”按钮。

(3) 连续测试三次, 取其平均值为卡尔·费休滴定剂的浓度值。

3) 测试:

(1) 仪器处于待机状态时, 点击“系统进样”, 打开加料口橡胶塞, 迅速加入 0.1~0.2 g (精确称至 0.0001 g) 的样品于滴定杯中, 立即盖好橡胶塞, 点击“开始滴定”。(若此时滴定杯壁上有样品, 需通过晃动滴定杯, 使之溶解。)

(2) 滴定结束后, 在弹出的对话框中, 输入样品的实际重量, 从而计算样品的水分含量。

2.2 仪器参数

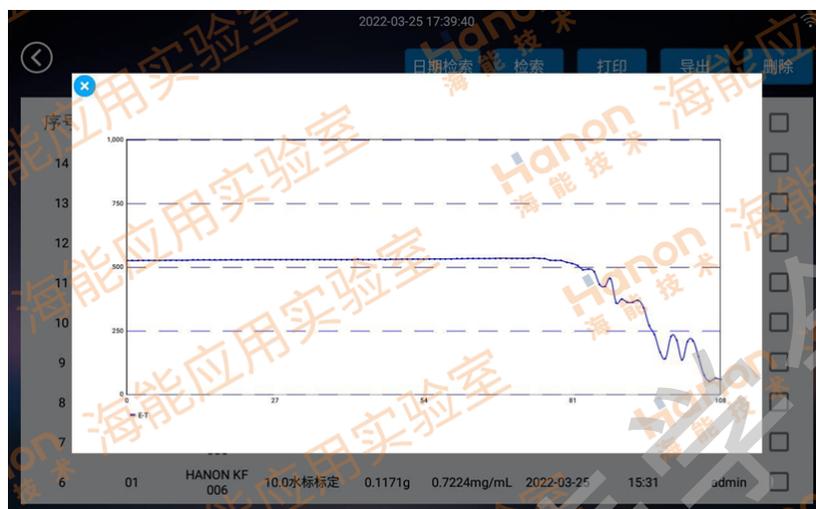
搅拌速度:	40%	终点:	100.0 mV
控制区:	400.0 mV	漂移值:	0.0 $\mu\text{g}/\text{min}$
混合时间:	120 s	终止类型:	相对漂移停止
开始加液速率:	正常	结束体积:	10.0 mL
最大加液速率:	1.0 mL/min	最小加液速率:	80.0 $\mu\text{L}/\text{min}$

2.3 结果

样品名称	检测项目	序号	滴定剂浓度 (mg/mL)	称样质量 g	滴定剂消耗体积 mL	水分含量 (%)	精密度 (%)	标准
配方奶粉	水分	1		0.1815	1.346	3.70	-	
		2	4.99	0.1834	1.355	3.69	0.27	$\leq 10\%$
		3		0.1628	1.211	3.71	0.54	

4	0.1483	1.097	3.69	0.54
5	0.1453	1.074	3.69	0.00
6	0.1747	1.291	3.69	0.00

2.4 图谱



3 注意事项

对于全脂类奶粉，需更改溶剂。溶剂有以下两个选择：

- ①无水甲醇：三氯甲烷=1:1（无水甲醇取 30 mL，三氯甲烷取 30 mL）；
- ②Fluka 溶剂（34697），其成分为 1,2-二甲苯（浓度范围 30%~60%）、三氯甲烷（浓度范围 20%~50%）、甲醇（浓度范围 15%~20%）、咪唑（浓度范围 1%~10%）和液化的二氧化硫（浓度范围 1%~5%）。

选择溶剂①时，不可避免的需接触三氯甲烷，故推荐选择溶剂②，可以通过 T930 进样系统直接进样，避免与试剂接触的风险。