



中华人民共和国国家标准

GB 5009.238—2016

食品安全国家标准 食品水分活度的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 23490—2009《食品水分活度的测定》和 SN 0180—1992《食品水活度测定方法》。

本标准与 GB/T 23490—2009 和 SN 0180—1992 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品水分活度的测定”;
- 本标准整合了 GB/T 23490—2009、SN 0180—1992 中水分活度的测定方法。

食品安全国家标准

食品水分活度的测定

1 范围

本标准规定了康卫氏皿扩散法和水分活度仪扩散法测定食品中的水分活度。

本标准适用于预包装谷物制品类、肉制品类、水产制品类、蜂产品类、薯类制品类、水果制品类、蔬菜制品类、乳粉、固体饮料的水分活度的测定。

本标准不适用于冷冻和含挥发性成分的食品。

本标准的第一法(康卫氏皿扩散法)适用食品水分活度的范围为 0.00~0.98;第二法(水分活度仪扩散法)的范围为 0.60~0.90。

第一法 康卫氏皿扩散法

2 原理

在密封、恒温的康卫氏皿中,试样中的自由水与水分活度(A_w)较高和较低的标准饱和溶液相互扩散,达到平衡后,根据试样质量的变化量,求得样品的水分活度。

3 试剂和材料

3.1 试剂

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

- 3.1.1 溴化锂($\text{LiBr} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.2 氯化锂($\text{LiCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.3 氯化镁($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.4 碳酸钾(K_2CO_3)。
- 3.1.5 硝酸镁 $[\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 。
- 3.1.6 溴化钠($\text{NaBr} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.7 氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.8 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.9 硝酸钠(NaNO_3)。
- 3.1.10 氯化钠(NaCl)。
- 3.1.11 溴化钾(KBr)。
- 3.1.12 硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 。
- 3.1.13 氯化钾(KCl)。
- 3.1.14 硝酸锶 $[\text{Sr}(\text{NO}_3)_2]$ 。
- 3.1.15 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.16 硝酸钾(KNO_3)。

3.1.17 硫酸钾(K_2SO_4)。

3.2 试剂配制

3.2.1 溴化锂饱和溶液(水分活度为 0.064, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 500 g 溴化锂,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.2 氯化锂饱和溶液(水分活度为 0.113, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 220 g 氯化锂,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.3 氯化镁饱和溶液(水分活度为 0.328, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 150 g 氯化镁,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.4 碳酸钾饱和溶液(水分活度为 0.432, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 300 g 碳酸钾,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.5 硝酸镁饱和溶液(水分活度为 0.529, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 200 g 硝酸镁,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.6 溴化钠饱和溶液(水分活度为 0.576, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 260 g 溴化钠,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.7 氯化钴饱和溶液(水分活度为 0.649, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 160 g 氯化钴,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.8 氯化镉饱和溶液(水分活度为 0.709, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 200 g 氯化镉,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.9 硝酸钠饱和溶液(水分活度为 0.743, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 260 g 硝酸钠,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.10 氯化钠饱和溶液(水分活度为 0.753, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 100 g 氯化钠,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.11 溴化钾饱和溶液(水分活度为 0.809, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 200 g 溴化钾,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.12 硫酸铵饱和溶液(水分活度为 0.810, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 210 g 硫酸铵,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.13 氯化钾饱和溶液(水分活度为 0.843, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 100 g 氯化钾,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.14 硝酸镉饱和溶液(水分活度为 0.851, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 240 g 硝酸镉,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.15 氯化钡饱和溶液(水分活度为 0.902, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 100 g 氯化钡,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.16 硝酸钾饱和溶液(水分活度为 0.936, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 120 g 硝酸钾,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

3.2.17 硫酸钾饱和溶液(水分活度为 0.973, 25 °C):在易于溶解的温度下,准确称取 35 g 硫酸钾,加入热水 200 mL,冷却至形成固液两相的饱和溶液,贮于棕色试剂瓶中,常温下放置一周后使用。

4 仪器和设备

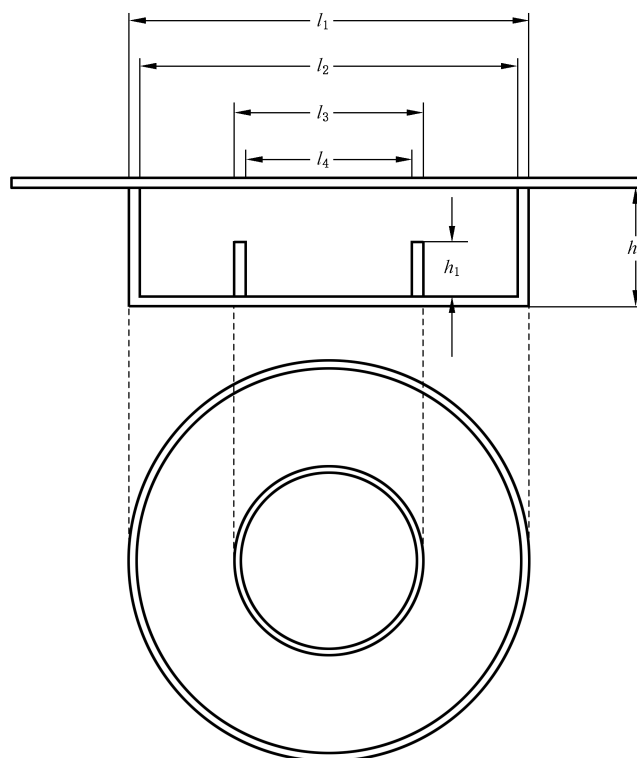
4.1 康卫氏皿(带磨砂玻璃盖):见图 1。

4.2 称量皿:直径 35 mm,高 10 mm。

4.3 天平:感量 0.000 1 g 和 0.1 g。

4.4 恒温培养箱:精度 ± 1 °C。

4.5 电热恒温鼓风干燥箱。



说明:

l_1 ——外室外直径,100 mm;

l_2 ——外室内直径,92 mm;

l_3 ——内室外直径,53 mm;

l_4 ——内室内直径,45 mm;

h_1 ——内室高度,10 mm;

h_2 ——外室高度,25 mm。

图 1 康卫氏皿

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 粉末状固体、颗粒状固体及糊状样品

取有代表性样品至少 200 g,混匀,置于密闭的玻璃容器内。

5.1.2 块状样品

取可食部分的代表性样品至少 200 g。在室温 18 °C~25 °C,湿度 50%~80%的条件下,迅速切成约小于 3 mm×3 mm×3 mm 的小块,不得使用组织捣碎机,混匀后置于密闭的玻璃容器内。

5.1.3 瓶装固体、液体混合样品

取液体部分。

5.1.4 质量多样混合样品

取有代表性的混合均匀样品。

5.1.5 液体或流动酱汁样品

直接采取均匀样品进行称重。

5.2 试样预测定

5.2.1 预处理

将盛有试样的密闭容器、康卫氏皿及称量皿置于恒温培养箱内,于 25 °C ±1 °C 条件下,恒温 30 min。取出后立即使用及测定。

5.2.2 预测定

分别取 12.0 mL 溴化锂饱和溶液、氯化镁饱和溶液、氯化钴饱和溶液、硫酸钾饱和溶液于 4 只康卫氏皿的外室,用经恒温的称量皿,在预先干燥并称量的称量皿中(精确至 0.000 1 g),迅速称取与标准饱和盐溶液相等份数的同一试样约 1.5 g(精确至 0.000 1 g),放入盛有标准饱和盐溶液的康卫氏皿的内室。沿康卫氏皿上口平行移动盖好涂有凡士林的磨砂玻璃片,放入 25 °C ±1 °C 的恒温培养箱内,恒温 24 h。取出盛有试样的称量皿,立即称量(精确至 0.000 1 g)。

5.2.3 预测定结果计算

5.2.3.1 试样质量的增减量按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1 - m}{m - m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样质量的增减量,单位为克每克(g/g);

m_1 —— 25 °C 扩散平衡后,试样和称量皿的质量,单位为克(g);

m —— 25 °C 扩散平衡前,试样和称量皿的质量,单位为克(g);

m_0 —— 称量皿的质量,单位为克(g)。

5.2.3.2 绘制二维直线图:以所选饱和盐溶液(25 °C)的水分活度(A_w)数值为横坐标,对应标准饱和盐溶液的试样的质量增减数值为纵坐标,绘制二维直线图。取横坐标截距值,即为该样品的水分活度预测值,参见图 A.1。

5.3 试样的测定

依据 5.2.3 预测定结果,分别选用水分活度数值大于和小于试样预测结果数值的饱和盐溶液各 3 种,各取 12.0 mL,注入康卫氏皿的外室用经恒温的称量皿,在预先干燥并称量的称量皿中(精确至 0.000 1 g),迅速称取与标准饱和盐溶液相等份数的同一试样约 1.5 g(精确至 0.000 1 g),放入盛有标准饱和盐溶液的康卫氏皿的内室。沿康卫氏皿上口平行移动盖好涂有凡士林的磨砂玻璃片,放入 25 °C ±1 °C 的恒温培养箱内,恒温 24 h。取出盛有试样的称量皿,立即称量(精确至 0.000 1 g)。

6 分析结果的表述

同 5.2.3。

取横轴截距值,即为该样品的水分活度值,参见图 A.2。当符合精密度所规定的要求时,取三次平行测定的算术平均值作为结果。

计算结果保留两位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

第二法 水分活度仪扩散法

8 原理

在密闭、恒温的水分活度仪测量舱内,试样中的水分扩散平衡。此时水分活度仪测量舱内的传感器或数字化探头显示出的响应值(相对湿度对应的数值)即为样品的水分活度(A_w)。

9 试剂和材料

同 3.1 和 3.2。

10 仪器和设备

10.1 水分活度测定仪。

10.2 天平:感量 0.01 g。

10.3 样品皿。

11 分析步骤

11.1 试样制备

同 5.1。

11.2 试样的测定

11.2.1 在室温 18 °C~25 °C,湿度 50%~80%的条件下,用饱和盐溶液校正水分活度仪。

11.2.2 称取约 1 g(精确至 0.01 g)试样(5.1),迅速放入样品皿中,封闭测量仓,在温度 20 °C~25 °C、相对湿度 50%~80%的条件下测定。每间隔 5 min 记录水分活度仪的响应值。当相邻两次响应值之差小于 $0.005A_w$ 时,即为测定值。仪器充分平衡后,同一样品重复测定 3 次。

12 分析结果的表述

当符合精密度所规定的要求时,取两次平行测定的算术平均值作为结果。
计算结果保留两位有效数字。

13 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

附录 A
水分活度参考二维直线图

A.1 蛋糕水分活度预测结果二维直线图,见图 A.1。

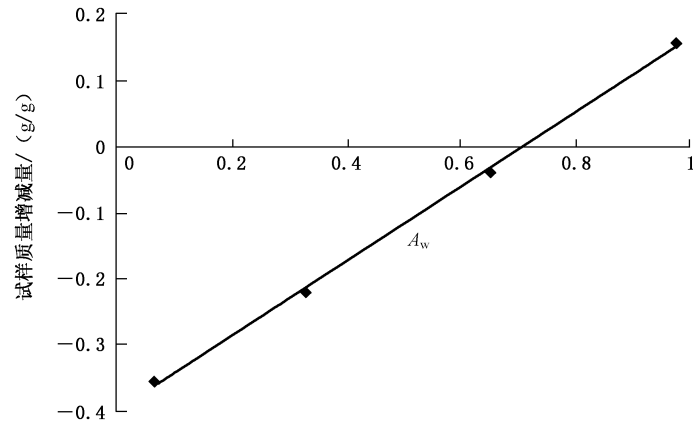


图 A.1 蛋糕水分活度预测结果二维直线图

A.2 蛋糕水分活度二维直线图,见图 A.2。

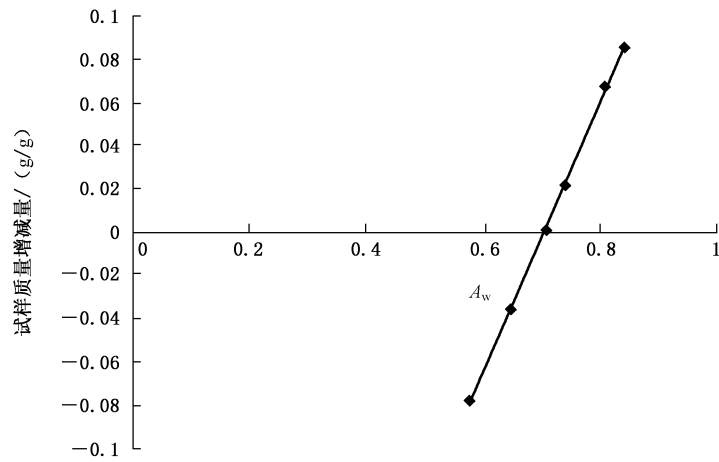


图 A.2 蛋糕水分活度二维直线图