

食品检验中全自动水分灰分分析仪的优势

杨伟伟, 徐盼盼

淄博市食品药品检验研究院, 山东淄博 255000

【摘要】水分和灰分是食品中的重要组成部分, 多数情况下被作为检验食品的关键性理化指标。在水分灰分分析仪出现之前, 食品中水分和灰分的标准检验方法往往需要耗费相当长的试验周期, 同时整个检验过程步骤异常繁琐, 也会消耗大量的人力资源(主要用于多个环节读数的人工测算), 因此同样无法保证结果准确性。而在全自动水分灰分分析仪出现之后, 食品检验中水分灰分的测验精度和准确度均得到了可靠保障, 且将大部分人力从这项工作中解放出来, 充分保证了食品水分、灰分测定结果的可信度, 为食品工业的发展提供了更可靠的支持。

【关键词】食品检验; 全自动; 水分灰分分析仪; 优势

【中图分类号】TS207.3 **【文献标识码】**A **【DOI】**10.12325/j.issn.1672-5336.2023.05.041

引言

现代科技的高速发展使得检测工艺更可靠、完备, 同时性能也更强大的技术支持, 与检测相关的工业材料、电子技术一经研发成功, 大部分能够迅速投入到实际的生产领域, 不仅提升了相关领域的技术水准, 也推动着食品工业的高速安全发展。在食品安全受到高度关注的当下, 任何与食品安全相关的问题都不容忽视, 因此相关检测仪器在食品安全检测中的应用也受到充分重视。由于水分灰分检测能够直观发现食品中存在的问题, 但常规水分灰分检测方式耗时费力且无法保证准确性和精度, 因此在全自动水分灰分分析仪被开发出之后, 就很快被应用到食品水分灰分检测过程中, 不仅提升了食品检测的效率, 也为食品的水分和灰分检测工作提供了更加完备的技术支持。

1 食品水分、灰分检测的意义

食品中的水分含量与微生物的繁殖速率直接相关, 因此水分含量较高的食品通常不会表现出较长的保质期, 不同水分含量的食品在保存方式上也因此存在差异, 而食品的品质也与水分含量直接相关。灰分则是食品样品灼烧后剩余的残渣, 其构成成分以无机盐为主, 可能会根据食品的组分含有其他内容, 多数情况下被作为评价食品营养的指标之一^[1]。由于构成食品的不同物质在灼烧后形成的灰分与物质数量有固定函数关系, 因此检测过程中若发现食品灰分含量与正常情况下的标准存在显著误差, 则意味着食品中可能掺杂了其他类型的原料或添加剂, 或是存在已经遭到污染的可能^[2]。在这种情况下, 检测食品水分、灰分的含量就成为评价食品质量的重要

标准。

2 传统水分灰分测量方式与全自动水分灰分分析仪的差异

在不考虑全自动水分灰分分析仪的前提下, 标准食品水分含量的测定方式相对较多, 较为常见的包括烘箱法、卡尔费休法、阿贝折射仪法、减压蒸馏法等等, 在融入多种科技类型后还诞生出红外测定法、微波水分测定法、卤素水分测定法及阻容法等等。灰分测定法则以马弗炉法为主, 少有其他在精度和操作难度上均较为理想的测定方法^[3]。考虑到同一样品难以共同进行两种测定方法(事实上样品在经历灰分测定后就无法进行水分测定, 水分测定也可能对样品称量结果造成影响), 以上水分或灰分测定法大多只能分别进行, 且需要消耗复数的食品样品, 因此在面对某种食品水分、灰分的共同测定需求时, 往往需要耗费大量的人力及物力资源。国标方法中将烘箱法(水分测定)、马弗炉法(灰分测定)作为当前适用最广泛且应用频率最高的方法, 这两种方法在准确度上明显超过其他测定方法, 但都具有相当长的试验周期, 且操作步骤繁杂程度高, 整个操作过程会消耗大量人力及物力资源, 也无法支持大批量样品的测定, 因此具有明显的局限性^[4]。

而在全自动水分灰分分析仪出现并得到应用之后, 由于该仪器不仅支持食品水分或灰分的单一测定分析, 也可同时进行水分灰分测定, 因此在测定材料和效率上更具优势。由于全自动水分灰分分析仪中内置了天平, 因而可借助转盘自行称量样品, 并在电子仪器的帮助下判断样品是否处于恒重状态, 也就避免了传统分析方法

作者简介: 杨伟伟(1986.06—), 女, 汉族, 山东省滨州市, 本科, 助理工程师, 研究方向: 食品酱油氨基酸态氮、全氮; 食醋总酸、不挥发酸、食品中水分灰分。

表1 烘箱法和水分灰分仪法测定样品水分含量]

方法	样品	测定结果 (g/100g)						均值 (g/100g)	标准偏差
烘箱法	橙汁	89.34	90.22	89.97	89.85	90.13	89.74	89.88	0.31
	咖啡饮料	89.98	90.66	90.07	90.58	89.94	90.25	90.25	0.31
	夹心吐司	27.41	27.27	26.99	28.30	28.04	27.80	27.64	0.49
	奶粉	2.15	2.03	2.11	2.09	2.19	2.08	2.11	0.05
	干贝	26.14	25.50	26.48	26.85	26.34	26.28	26.27	0.44
水分灰分仪法	橙汁	89.28	89.52	89.59	88.48	89.43	89.30	89.27	0.41
	咖啡饮料	90.49	90.40	90.58	89.90	89.83	90.50	90.28	0.33
	夹心吐司	27.40	27.25	26.98	27.51	27.66	27.64	27.43	0.26
	奶粉	2.11	2.01	2.05	2.08	2.02	2.11	2.06	0.04
	干贝	26.07	26.28	25.97	26.19	25.90	25.95	26.06	0.16

表2 马弗炉法和水分灰分仪法测定样品的灰分含量

方法	样品	测定结果 (g/100g)						均值 (g/100g)	标准偏差
马弗炉法	茉莉花茶	4.79	4.52	4.47	4.72	4.81	4.69	4.67	0.15
	黑木耳	4.52	4.50	4.59	4.56	4.50	4.53	4.53	0.04
	银耳	4.74	4.65	4.82	4.44	4.73	4.68	4.68	0.12
	黑芝麻	5.41	5.53	5.30	5.72	5.59	5.34	5.48	0.16
	海苔肉松	4.74	4.64	4.82	4.75	4.76	4.72	4.74	0.06
水分灰分仪法	茉莉花茶	4.69	4.63	4.58	4.64	4.62	4.58	4.62	0.04
	黑木耳	4.51	4.52	4.46	4.53	4.57	4.54	4.52	0.03
	银耳	4.67	4.68	4.66	4.65	4.73	4.71	4.68	0.02
	黑芝麻	5.62	5.57	5.53	5.65	5.55	5.69	5.60	0.06
	海苔肉松	4.74	4.75	4.77	4.76	4.74	4.78	4.76	0.02

中坩埚及称量皿的冷却需求,在称量上首先表现出更理想的效率及工作状态^[5]。此外传统灰分测定分析方法需要以人工方式使待测样品碳化,而全自动水分灰分分析仪的碳化过程,可直接通过设定温度和时间在炉内实现。最后,全自动水分灰分分析仪最强大的功能在于能够同时测定复数样品,且配备的计算机能够自动记录并保存测定数据,计算过程也可通过计算机实现,在样品测试分析的数量和效率上均表现出远超常规检测方法的优势和水准。

3 不同水分灰分测量方法的比较分析

3.1 测试准备

以全自动水分灰分分析仪与烘箱法及马弗炉法分别进行水分灰分测试结果的对比,考虑到两种方法及设备的检测需求,在具体的设备上需配备恒温干燥箱、分析天平、马弗炉及对应的水分灰分仪。其中全自动水分灰分分析仪的主要参数如下所示:

测量精度 0.0001g; 称量范围 0.1~120g; 称量样品数 29 个/杯; 温度范围 50℃~1000℃; 温度偏差 ±2%; 升温速率 50℃/min; 压力 6bar。

加热过程中炉膛可选气体为浓度 99.5% 的氧气、氮气或压缩空气,并支持 0~9L/min 的自由调节。

此外全自动水分灰分分析仪还具备随时查看样品质量-时间曲线,以及加热体温度-时间曲线的功能,测试结果同样可准确表示样品中水分/灰分的含量,及与测试分析相关组分的残留质量,分析仪还支持以此为基

础的质量及百分比测算功能。

为保证测试的准确性,还需准备固态、液态、精加工、粗加工或纯天然食品若干,准备的食品样品包括橙汁、咖啡饮料、吐司、奶粉、干贝、茉莉花茶、木耳、银耳、黑芝麻、海苔肉松等,所有食品样品获取渠道均为市场上采购的同批次食品,并验证同类型食品在性状及理化参数上未存在明显区别。

测试方法上烘箱法及马弗炉法分别对水分和灰分的测定均参考 GB5009.3-2016 第一法中规定内容执行,全自动水分灰分分析仪对水分和灰分的分别测定则需设置相应的参数并执行一定的程序操作,具体操作过程如下:

分析仪开机,需打开电脑软件并连接仪器,以外置称量装置分别称量恒重处理过的空容器质量及样品质量,置入天平确定后将数据上传至仪器处理器;

水分测定程序需设置炉膛内升温至 103℃ (20min 以内) 并维持 4h 时长,其过程中每隔 10min 进行一次称重,每隔 1h 进行一次称重数据计算,判断样品恒重状态,上限时长不得超过 9h;

灰分测定程序需设置炉膛内升温至 300℃ (15min 以内),并维持 30min 时长,之后 10min 以内升温至 550℃,并维持 4h,随后每隔 10min 进行一次称重,每隔 1h 记性一次称重数据计算,判断样品恒重状态,上限时长不得超过 7h;

水分灰分测定分别结束后,由仪器自行计算结果,结果查看可借助软件实现。

3.2 结果分析

将测试结果全数记录并输入 EXCEL 软件加以处理, 得出如表 1~表 4 所示。

表 3 烘箱法 (a) 和水分灰分仪法 (b) 测定样品水分含量结果比较

样品	方法	均值 (g/100g)	相对误差	P 值
橙汁	a	89.87	0.68%	0.787
	b	89.26		
咖啡饮料	a	90.67	0.23%	0.201
	b	90.48		
夹心吐司	a	27.65	0.74%	0.056
	b	27.42		
奶粉	a	2.10	2.16%	0.679
	b	2.07		
干贝	a	26.28	0.78%	0.236
	b	26.05		

表 4 马弗炉法 (c) 和水分灰分仪法 (b) 测定样品灰分含量的结果比较

样品	方法	均值 (g/100g)	相对误差	P 值
茉莉花茶	c	4.71	1.64%	0.057
	b	4.61		
黑木耳	c	4.53	0.26%	0.301
	b	4.51		
银耳	c	4.72	0.78%	0.076
	b	4.69		
黑芝麻	c	5.53	1.17%	0.734
	b	5.61		
海苔肉松	c	4.76	0.39%	0.101
	b	4.74		

此次对比试验应用了标准偏差反应同组数据表现出的离散性, 结合表 1、表 3 中数据可以发现, 两种方法测得的样品水分标准偏差均在理想范围内, 但烘箱法测试吐司、奶粉和干贝的标准偏差数据大于水分灰分仪法, 橙汁和咖啡饮料的测试结果则小于后者, 充分说明水分灰分仪法测试固体食品比烘箱法更稳定, 而液体食品的测试结果偏差, 则可能是由于水分灰分仪法测水分时的称样量偏小, 这是由于取样量取决于仪器配套坩埚大小的限制。几种样品测定的相对误差均小于 10, 完全满足国标 GB5009.3-2016 中的相关要求; 测量结果中显示 P 值均超过 0.05, 证明两种方法测定的样品水分数据在统计学上不存在明显差异, 均具有理想的可信程度。

结合表 2、表 4 中数据可得知, 马弗炉法和水分灰分仪法测定样品灰分含量的标准偏差同样满足相关标准及要求, 但马弗炉法造成的标准偏差会略大于水分灰分仪法, 证明后者测定过程中造成的离散程度小于前者, 获取的数据也更加稳定。结合两种方法的执行过程进行分析, 认为是水分灰分仪法受人为因素影响程度较低, 尤其在碳化、冷却、称重环节, 水分灰分仪法几乎完全避免了人为因素造成影响的可能性。几种样品测定的相对

误差均小于 10, 充分符合国标 GB5009.3-2016 中的相关要求及标准; P 值均超过 0.05, 证明两种方法测定的样品灰分数据在统计学上不存在明显差异, 表明马弗炉法与水分灰分仪法获得的灰分数据均具有较高的可信度。

4 全自动水分灰分分析仪在食品检验中的应用优势

该仪器最显著的优势是采用了一体化的结构设计, 将水分灰分测定所需的各种加工、称量、计算、统计过程均置入仪器中, 同时以微电脑触控屏实现程序设计及精密操作, 因此在操作过程上表现出一体化的特征, 整个检验过程仅需要了解仪器操作方式的少数人即可执行, 且避免了实验人员的全过程操作需求。实际开展测试的过程中, 还可在任意阶段按要求中止测试, 并在加入所需的材料后继续测试过程, 因此无论是针对水分或灰分的测试, 其测试过程均表现出更强的可控性^[6]。在配备完备计算机功能支持的前提下, 全自动水分灰分分析仪能够自动识别记录, 并标注恒重样品, 且同时支持多达 29 个样品的测试过程, 实现了测试时间成本的有效控制, 内置的天平计量和温度计量有助于精确了解、控制样品的质量及测试过程中的温度, 还提供合理区间内的校准功能, 即使是出现分别需要测试样品水分和灰分的情况, 也可先将温度上升至水分测试需求, 待水分测试完成后再上升至灰分测试。实际测试过程中无需将样品冷却至室温即可持续进行, 不仅实现了测试效率的显著提升, 同时也保证了测试结果与国标方法的一致性, 测试过程中导致的偏差比国标方法更小, 在测试精度及准确度上也充分满足相应标准及要求。

5 结束语

对比烘箱法及马弗炉法两种国标食品水分灰分测试分析方式, 全自动水分灰分分析仪的应用表现出近乎全方位的的优势, 因而能为食品水分及灰分检测提供更加可靠的保障, 具备显著的推广应用价值。

参考文献:

- [1] 宋健, 孙安琪, 姜璇. 食品检验中全自动水分灰分分析仪的优势 [J]. 中国食品, 2021(9):43.
- [2] 刘扬. 现代分析仪器在食品检测中的应用分析 [J]. 内蒙古科技与经济, 2022(1):118-119.
- [3] 米雪. 食品检测与现代分析仪器的应用 [J]. 中国食品工业, 2021(21):108-110.
- [4] 韩园园. 现代分析仪器在食品检测中的应用措施探究 [J]. 食品安全导刊, 2021(33):140-142.
- [5] 常满倩. 利用水分灰分仪测定食品中水分、灰分的含量 [J]. 福建轻纺, 2022(6):15-17.
- [6] 卢婷, 姚斌. 黔产绿豆衣水分总灰分及浸出物测定 [J]. 贵州科学, 2021(6):27-29.