



# 中华人民共和国国家标准

GB 5009.3—××××

## 食品安全国家标准 食品中水分的测定

(征求意见稿)

食品安全国家标准  
征求意见稿

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会  
国家市场监督管理总局

发布

## 前 言

本标准代替 GB 5009.3-2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定》。

本标准与 GB 5009.3-2016 相比主要变化如下：

- 增加了第二篇 原粮和油料中水分的测定；
- 修改了适用范围；
- 第一篇 第一法 增加了自动水分测定仪的分析步骤；
- 修改了第一篇 第二法 减压干燥法的原理；
- 修改了第一篇 第一法和第二法的精密度；
- 修改了第一篇 第四法 卡尔·费休法的名称、原理、仪器及公式。

食品安全国家标准公开征求意见

# 食品安全国家标准

## 食品中水分的测定

### 1 范围

本标准第一篇规定了食品（原粮、油料除外）中水分测定方法。

第一篇第一法（直接干燥法）适用于食品(原粮、油料、水果及其制品、蜂产品、香辛料、调味品、油脂、无水奶油除外)中水分的测定。

第一篇第二法（减压干燥法）适用于蜂产品（蜂蜜除外）等高温易分解的食品中水分的测定。

第一篇第三法（蒸馏法）适用于水果及其制品、香辛料及调味品、肉与肉制品等含水较多又有较多挥发性成分的食品中水分的测定，不适用于水分含量小于 1.0 g/100 g 的食品。

第一篇第四法（卡尔·费休容量法）适用于油脂、无水奶油等水分含量小于 1.0 g/100 g 的食品中水分的测定，不适用于食品中含有除水外能与卡尔费休试剂发生反应的物质的食品。

注：产品标准中已有明确样品预处理要求和检测方法的以产品标准为准（如蜂蜜）。

本标准第二篇规定了原粮、油料中水分的测定方法。一次烘干法适用于水分含量不超过 18.0 g/100 g 原粮和 13.0 g/100 g 油料中水分的测定，两次烘干法适用于水分含量大于 18.0 g/100 g 原粮和 13.0 g/100 g 油料中水分的测定。

### 第一篇 食品中水分的测定

#### 第一法 直接干燥法

### 2 原理

利用食品中水分的物理性质，在 103 °C ± 2 °C 的温度下，采用干燥法测定样品达到恒重时减少的质量（包括吸湿水、部分结晶水和该条件下能挥发的物质），再计算出试样中水分含量，其中自动水分测定仪显示值即为试样中水分含量。

### 3 试剂和材料

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

#### 3.1 试剂

3.1.1 氢氧化钠（NaOH）。

3.1.2 盐酸（HCl）。

3.1.3 海砂，化学纯。颗粒度 10 目~30 目，或粒径 0.6 mm~2.0 mm。

#### 3.2 试剂配制

3.2.1 盐酸溶液(6 mol/L): 量取 50 mL 盐酸, 缓慢加入 40 mL 水中, 冷却后用水定容至 100 mL, 混匀。

3.2.2 氢氧化钠溶液(6 mol/L): 称取 24 g 氢氧化钠, 加水溶解并稀释至 100 mL。

3.2.3 海砂: 取用水洗去泥土的海砂、河砂、石英砂或类似物, 先用盐酸溶液(6 mol/L)煮沸 0.5 h, 用水洗至中性, 再用氢氧化钠溶液(6 mol/L)煮沸 0.5 h, 用水洗至中性, 或采用经上述方法处理后的商品海砂, 经 105 °C 干燥, 临用现制。

## 4 仪器和设备

4.1 扁形铝制或玻璃制称量瓶: 带有密封盖, 内径 5.0 cm~7.5 cm, 高度 2.0 cm~3.5 cm。

4.2 电热恒温干燥箱: 103 °C ± 2 °C。

4.3 自动水分测定仪: 水分测定范围 0.5 g/100 g~100 g/100 g, 读数精度 0.01 g/100 g, 称量精度 0.1 mg。

4.4 干燥器: 内附二氧化硅或同等的有效干燥剂。

4.5 天平: 感量为 0.1 mg, 0.01g。

4.6 粉碎机: 粉碎过程迅速, 无明显发热现象, 避免外部空气影响试样水分含量; 粉碎过的试样颗粒能达到 2 mm。

4.7 搅拌机。

4.8 匀浆机。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

固体试样混合均匀后迅速粉碎/研磨至细小颗粒(不易粉碎/研磨的试样应尽可能切碎)后称取, 粉末试样直接称取; 液态试样混匀后称取; 半固体试样均质后称取。

### 5.2 烘箱法

5.2.1 固体试样: 取洁净的称量瓶, 置于 103 °C ± 2 °C 干燥箱中, 瓶盖斜支于瓶边, 加热 1 h, 取出盖好, 置干燥器内冷却 0.5 h 后称量, 并重复干燥至前后两次质量差不超过 2.0 mg, 即为恒重。称取 2 g~10 g 试样(精确至 0.0001 g)于称量瓶中, 试样厚度不超过 5 mm, 如为疏松试样, 厚度不超过 10 mm, 置于 103 °C ± 2 °C 干燥箱中, 瓶盖斜支于瓶边, 干燥 2 h~4 h 后, 盖好取出, 放入干燥器内冷却 0.5 h 后称量。然后再放入 103 °C ± 2 °C 干燥箱中干燥 1 h 左右, 取出, 放入干燥器内冷却 0.5 h 后再称量。并重复以上操作至前后两次质量差不超过 2.0 mg, 即为恒重。

5.2.2 半固体或液体试样: 取洁净的称量瓶, 内加 10 g 海砂(实验过程中可根据需要适当增加海砂的质量)及一根小玻棒, 置于 103 °C ± 2 °C 干燥箱中, 干燥 1 h 后取出, 放入干燥器内冷却 0.5 h 后称量, 并重复干燥至恒重。然后称取 5 g~10 g 试样(精确至 0.0001 g), 置于称量瓶中, 用小玻棒搅匀放在沸水浴上蒸干, 并随时搅拌, 擦去瓶底的水滴, 置于 103 °C ± 2 °C 干燥箱中干燥 4 h 后盖好取出, 放入干燥器内冷却 0.5 h 后称量。然后再放入 103 °C ± 2 °C 干燥箱中干燥 1 h 左右, 取出, 放入干燥器内冷却 0.5 h 后再称量。并重复以上操作至前后两次

质量差不超过 2.0 mg，即为恒重。

### 5.3 自动水分测定仪法

5.3.1 设定自动水分测定仪的参数。干燥温度：103 ℃±2 ℃；终点判断依据：恒重 2.0 mg。

5.3.2 安装好样品盘，去皮，称取 2 g~10 g（精确至 0.0001 g）样品均匀分布在样品盘上。试样厚度不超过 5 mm，如为疏松试样，厚度不超过 10 mm。

5.3.3 启动仪器，待测定完成后，记录下显示的测定结果。

5.3.4 质量控制：测量样品前，需用质控样品对自动水分测定仪进行验证，验证结果的相对偏差在-10%~5%范围内时，该自动水分测定仪才可用于样品的测定。

## 6 分析结果的表述

6.1 烘箱法测定试样中的水分含量，按式(1)进行计算：

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X$ ——试样中水分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；

$m_1$ ——称量瓶(加海砂、玻棒)和试样的质量，单位为克（g）；

$m_2$ ——称量瓶(加海砂、玻棒)和试样干燥后的质量，取质量较小的一次称量值，单位为克（g）；

$m_3$ ——称量瓶(加海砂、玻棒)的质量，单位为克（g）；

100——单位换算系数。

### 6.2 结果报告

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，水分含量≥1.0 g/100 g时，计算结果保留三位有效数字；水分含量<1.0 g/100 g时，计算结果保留两位有效数字。

## 7 精密度

当水分含量<10.0 g/100 g时，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%；当水分含量≥10.0 g/100 g时，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%。

## 第二法 减压干燥法

## 8 原理

利用食品中水分的物理性质，在达到-0.095 MPa~-0.10 MPa 压力后加热至 60 ℃±5 ℃，采用减压烘干方法去除试样中的水分，再测定通过烘干前后达到恒重时减少的质量计算出水分的含量。

## 9 仪器和设备

9.1 扁形铝制或玻璃制称量瓶：带有密封盖，内径 5.0 cm~7.5 cm，高度 2.0 cm~3.5 cm。

9.2 真空干燥箱：60 °C ± 5 °C，内附无水氯化钙或同等的有效干燥剂。

9.3 电热恒温干燥箱：103 °C ± 2 °C。

9.4 干燥器：内附二氧化硅或同等的有效干燥剂。

9.5 天平：感量为 0.1 mg。

9.6 粉碎机：粉碎过程迅速，无明显发热现象，避免外部空气影响试样水分含量；粉碎过的试样颗粒能达到 2 mm。

9.7 搅拌机。

9.8 匀浆机。

## 10 分析步骤

### 10.1 试样制备

固体试样混合均匀后迅速粉碎/研磨至细小颗粒（不易粉碎/研磨的试样应尽可能切碎）后称取，粉末试样直接称取；液态试样混匀后称取。

### 10.2 测定

取洁净的称量瓶，置于 103 °C ± 2 °C 干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热 1 h，取出盖好，置干燥器内冷却 0.5 h 后称量，并重复干燥至前后两次质量差不超过 2.0 mg，即为恒重。称取约 2 g ~ 10 g（精确至 0.0001 g）试样于称量瓶中，放入真空干燥箱内，将真空干燥箱连接真空泵，抽出真空干燥箱内空气（所需压力为 -0.095 MPa ~ -0.10 MPa），并同时加热至所需温度 60 °C ± 5 °C。关闭真空泵上的活塞，停止抽气，使真空干燥箱内保持一定的温度和压力，经 4 h 后，打开活塞，使空气经干燥装置缓缓通入至真空干燥箱内，待压力恢复正常后再打开。取出称量瓶，放入干燥器中冷却 0.5 h 后称量，并重复以上操作至前后两次质量差不超过 2.0 mg，即为恒重。

## 11 分析结果的表述

同第 6 章。

## 12 精密度

当水分含量 < 10.0 g/100g 时，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 %；当水分含量 ≥ 10.0 g/100g 时，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 %。

## 第三法 蒸馏法

## 13 原理

利用食品中水分的物理化学性质，使用水分测定装置将食品中的水分与甲苯或二甲苯共

同蒸出，根据接收的水的体积计算出试样中水分的含量。

## 14 试剂和材料

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

### 14.1 试剂

甲苯（ $C_7H_8$ ）或二甲苯（ $C_8H_{10}$ ）。

## 15 仪器和设备

### 15.1 水分测定装置

如图1所示（带可调电热套），见附录A。水分接收管容量5 mL，最小刻度值0.1 mL，容量误差小于0.1 mL。

15.2 天平：感量为0.1 mg。

15.3 粉碎机：粉碎过程迅速，无明显发热现象，避免外部空气影响试样水分含量；粉碎过的试样颗粒能到达2 mm。

15.4 搅拌机。

15.5 匀浆机。

## 16 分析步骤

### 16.1 试样制备

固体试样混合均匀后迅速粉碎/研磨至细小颗粒（不易粉碎/研磨的试样应尽可能切碎）后称取，粉末试样直接称取；液态试样混匀后称取；半固体试样均质后称取。

### 16.2 测定

准确称取适量试样（应使最终蒸出的水在2 mL~5 mL，但最多取样量不得超过蒸馏瓶的2/3），放入250 mL蒸馏瓶中，加入甲苯（或二甲苯）75 mL，连接冷凝管与水分接收管，从冷凝管顶端注入甲苯，装满水分接收管。加热慢慢蒸馏，使馏出液的速度为1~2滴/s，待大部分水分蒸出后，加速蒸馏至3~4滴/s，当水分全部蒸出后，接收管内的水分体积不再增加时，从冷凝管顶端加入甲苯冲洗。如冷凝管壁附有水珠，可用附有小橡皮头的铜丝擦下，再蒸馏片刻至接收管上部及冷凝管壁无水珠附着，接收管水平面保持10 min不变为蒸馏终点，读取接收管水层的容积。

## 17 分析结果的表述

试样中水分的含量，按式(2)进行计算：

$$X = \frac{V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

$X$  ——试样中水分的含量，单位为毫升每百克（mL/100 g）（或按水在20 °C的相对密度 $\rho_{20}$

0.998 2 g/mL计算质量);

$V$  ——接收管内水的体积, 单位为毫升 (mL);

$m$  ——试样的质量, 单位为克 (g);

100 ——单位换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 结果保留三位有效数字。

## 18 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%。

## 第四法 卡尔·费休容量法

### 19 原理

根据碘能与水和二氧化硫发生化学反应, 在有含氮氨碱和甲醇共存时, 反应式如下:



以碘为滴定剂, 根据碘的浓度和消耗体积, 计算出试样中水分的含量。

### 20 试剂和材料

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

20.1 卡尔·费休试剂(无吡啶)。

20.2 无水甲醇(CH<sub>4</sub>O): 优级纯, 水分≤0.05%。

### 21 仪器和设备

21.1 卡尔·费休水分测定仪: 仪器自动检测滴定终点。

21.2 天平: 感量为0.1 mg。

21.3 微量注射器: 10 μL。

### 22 分析步骤

#### 22.1 卡尔·费休试剂的标定

在反应瓶中加一定体积(浸没铂电极)的甲醇, 在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点。用微量注射器加入10 μL水, 滴定至终点并记录卡尔·费休试剂的用量( $V$ ), 同时做3份平行, 取其平均值。卡尔·费休试剂的滴定度按式(3)计算:

$$T = \frac{V_0 \rho}{V \times 1000} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$T$  ——卡尔·费休试剂的滴定度, 单位为克每毫升 (g/mL);

$V_0$  ——水的体积, 单位为微升 (μL);

$\rho$  ——水的密度, 单位为克每毫升 (g/mL);

$V$ ——滴定水消耗的卡尔·费休试剂的用量，单位为毫升（mL）。

## 22.2 试样前处理

液体油脂摇匀后直接取样；固体油脂先加热熔化（熔化后样品温度不得超过试样熔点 10℃），摇匀后再进行取样。对于不易溶于甲醇的试样，可加助溶剂。

所取试样的质量根据样品的水分含量来调整，应使样品中含有的水在 1 mg 到 100 mg 之间，滴定所消耗的卡尔费休试剂不应少于 0.5 mL。

## 22.3 试样中水分的测定

于反应瓶中加入一定体积的甲醇或卡尔·费休测定仪中规定的溶剂浸没铂电极，在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点。迅速将易溶于甲醇或卡尔·费休测定仪中规定的溶剂的试样直接加入滴定杯中；对于不易溶解的试样，应采用对滴定杯进行加热或加入已测定水分的其他溶剂辅助溶解后用卡尔·费休试剂滴定至终点。对于滴定时，平衡时间较长且引起漂移的试样，需要扣除其漂移量。

## 22.4 漂移量的测定

在滴定杯中加入与测定样品一致的溶剂，并滴定至终点，放置不少于 10 min 后再滴定至终点，两次滴定之间的单位时间内的体积变化即为漂移量（ $D$ ）。

## 23 分析结果的表述

试样中水分的含量按式(4)进行计算。

$$X = \frac{(V_1 - D \times t) \times T}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

$X$ ——试样中水分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；

$V_1$ ——滴定样品时卡尔·费休试剂体积，单位为毫升（mL）；

$D$ ——漂移量，单位为毫升每分钟（mL/min）；

$t$ ——滴定时所消耗的时间，单位为分钟（min）；

$T$ ——卡尔·费休试剂的滴定度，单位为克每毫升（g/mL）；

$m$ ——样品质量，单位为克（g）；

100——单位换算系数；

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，计算结果保留两位有效数字。

## 24 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%。

## 第二篇 原粮和油料中水分的测定

### 25 原理

利用食品中水分的物理性质，在 105℃±2℃ 的温度下，采用干燥法测定样品达到恒重时减少的质量（包括吸湿水、部分结晶水和该条件下能挥发的物质），再计算出试样中水分含量。

## 26 仪器和设备

26.1 天平：感量为 0.1 mg，0.01 g。

26.2 电热恒温干燥箱：105 °C ± 2 °C、70 °C ± 2 °C。

26.3 粉碎机：粉碎过程迅速，无明显发热现象，避免外部空气影响试样水分含量；粉碎过的试样达到所需粒度要求。

26.4 干燥器：内附二氧化硅或同等的有效干燥剂。

26.5 扁形铝制或玻璃制称量瓶：带有密封盖，内径 4.5 cm、高度 2.0 cm。

26.6 金属制或玻璃制称量皿：无盖，能使试样整粒单层分布于皿底。

26.7 切片机。

## 27 试样制备

按表 1 规定的方法制备试样。制备后样品立即装入干净密闭容器中备用。

表 1 试样制备要求

类别	分样量 g	制备方法
原粮	30~50	除去大样杂质和矿物质，粉碎细度通过1.5 mm圆孔筛的不少于90%。
大豆	30~50	除去大样杂质和矿物质，粉碎细度通过2.0 mm圆孔筛的不少于90%。
花生仁、桐仁等	约50	取净仁用切片机或小刀切成0.5 mm以下的薄片或剪碎。
花生果、茶籽、桐子、蓖麻籽、文冠果等	约100	取净果(籽)剥壳，分别称重，计算壳、仁百分比；将壳磨碎或研碎；将仁切成薄片。
棉籽、葵花籽等	约50	取净籽剪碎或用研钵碾碎。
油菜籽、芝麻等	约30	除去大样杂质及矿物质的整粒试样。

## 28 分析步骤

### 28.1 一次烘干法

取洁净称量瓶，置于 105 °C ± 2 °C 干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热 1 h，取出盖好，置干燥器内冷却 0.5 h 后称量，并重复干燥至前后两次质量差不超过 2.0 mg，即为恒重。称取 3 g 经过表 1 规定的方法制备后的试样（精确至 0.0001 g），放入称量瓶中，分散试样使其均匀分布于瓶底。带壳油料按仁、壳分别称样。称量后置于 105 °C ± 2 °C 干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，干燥 3 h~4 h（油料干燥 1.5 h）后，盖好取出，放入干燥器内冷却 0.5 h 后称量。然后再放入 105 °C ± 2 °C 干燥箱中干燥 1 h，取出，放入干燥器内冷却 0.5 h 后再称量。并重复以上操作至前后质量差不超过 2.0 mg，即为恒重。

### 28.2 两次烘干法

### 28.2.1 第一次烘干

称取整粒净试样 30 g~100 g，精确至 0.01 g。置于预先在 105 °C ± 2 °C 干燥箱干燥至恒重的称量皿（26.6）中，分散试样使其单层均匀分布于称量皿底。置于 105 °C ± 2 °C（原粮用）或 70 °C ± 2 °C（油料用）的干燥箱中，干燥 30 min~40 min，如需要可延长干燥时间，确保干燥后，原粮水分含量不超过 18.0 g/100 g，油料水分含量不超过 13.0 g/100 g，取出，自然冷却至少 2 h 后称量。

### 28.2.2 第二次烘干

取第一次烘干后的试样立即按表 1 中的制备方法进行制备，并对制备的样品按照 28.1 进行第二次烘干。

## 29 分析结果的表述

29.1 一次烘干法测定原粮、油料中水分含量，按公式（5）计算：

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

- $X$  —— 试样中水分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；
- $m_0$  —— 称量瓶质量，单位为克（g）；
- $m_1$  —— 烘前试样和称量瓶质量，单位为克（g）；
- $m_2$  —— 烘后试样和称量瓶质量，单位为克（g），取质量较小的一次称量值；
- 100 —— 单位换算系数。

29.2 带壳油料中水分含量按公式（6）计算：

$$X = X_1 \times A + X_2 \times (1 - A) \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中：

- $X$  —— 试样中水分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；
- $X_1$  —— 仁水分含量，按公式（5）计算，单位为克每百克（g/100 g）；
- $X_2$  —— 壳水分含量，按公式（5）计算，单位为克每百克（g/100 g）；
- $A$  —— 出仁总量百分率，单位为%。

29.3 两次烘干法测定原粮、油料中水分含量，按公式（7）计算：

$$X = \frac{(m_1 - m_0) - (m_2 - m_0) \times \frac{m_5 - m_3}{m_4 - m_3}}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中：

- $X$  —— 试样中水分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；
- $m_0$  —— 第一次烘干用的称量皿质量，单位为克（g）；
- $m_1$  —— 第一次烘前试样和称量皿质量，单位为克（g）；
- $m_2$  —— 第一次烘后试样和称量皿质量，单位为克（g）；
- $m_3$  —— 第二次烘干用的称量瓶质量，单位为克（g）；
- $m_4$  —— 第二次烘前试样和称量瓶质量，单位为克（g）；

$m_5$  ——第二次烘后试样和称量瓶质量，单位为克（g），取质量较小的一次称量值；

100 ——单位换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，测定结果保留三位有效数字。

### 30 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大于0.2 g/100 g。

食品安全国家标准公开征求意见

## 附录A

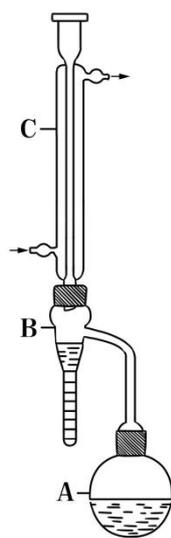


图1 蒸馏法水分测定装置

说明：

A——250 mL蒸馏瓶；

B——水分接收管，有刻度；

C——冷凝管。

食品安全国家标准公开征求意见稿