

瑞士 Precisa 全自动水分灰分分析仪应用实例

谷物中水分、灰分的全新测定方法

概述：本方法采用新型的 prepASH 全自动水分灰分分析仪，替代传统的马弗炉、烘箱、电热板 and 天平等多种设备，选择 3 种谷物颗粒进行了水分和灰分的测定。具有省时、高效、准确的优点。



方法：

谷物中的水分、灰分是食品检测的两个重要项目。目前 GB5009-2010 做出了详细的测试规定。具体描述如下：

GB5009.3-2010 食品中水分的测定 第一法 直接干燥法

称取 2 g ~ 10 g 试样（精确至 0.0001 g），精密称量后，置 101 °C ~ 105 °C 干燥箱中，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 101 °C ~ 105 °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 mg，即为恒重。通过干燥前后的称量数值计算出水分的含量。

天美（中国）科学仪器有限公司
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层
TEL:010-64010651
FAX:010-64060202

GB5009.4-2010 食品中灰分的测定

食品经灼烧后所残留的无机物质称为灰分。灰分数值系用灼烧、称重后计算得出。

称取固体或蒸干后的试样2 g ~ 3 g (精确至0.0001 g) , 先在电热板上以小火加热使试样充分炭化至无烟 , 然后置于马弗炉中 , 在550 °C±25 °C灼烧4 h。冷却至200 °C左右 ,取出 ,放入干燥器中冷却30 min ,称量。重复灼烧至前后两次称量相差不超过0.5 mg 为恒重。通过恒重后、加热后的称量数值计算得出灰分的含量。

上述两个方法的共通点为 , 均采用热失重的原理 , 需要记录样品在多个阶段的质量 , 进行人工计算。整个过程中需要实验人员进行大量的人力操作 , 很容易由于操作环境、人员失误引入测定误差。

为此 , 本文中采用瑞士Precisa公司的全自动水分灰分分析仪-prepASH (下文简称 prepASH) 进行了方法改良 , 采用仪器自动阶梯升温的方式 , 一次性测定样品的水分、灰分 , 并且加热和称量完全同步进行 , 在一台仪器内部完成所有温控、质量监测 , 无任何人为误差的引入。

具体设定程序如下 :

表1 设定方法

Step	Temp 1 [°C]	Temp 2 [°C]	Gas	Gas Flow [l/min]	Time [min]	Auto Stop [l/min]	Manual Stop	Result
1	20	105			20			
2	105	105			120	2 mg/30		Loss [%]/Start (A)
3	105	550			20			
4	550	550			240	0.5 mg/30		Residue [%]/Start (B)

如表所示 , prepASH 设定四个步骤阶梯升温 , 并且可以设置自动停止 , 即 , 识别出质量变化符合恒重条件后 , 自动运行到下一步骤。

天美（中国）科学仪器有限公司
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层
TEL:010-64010651
FAX:010-64060202

测试结果如下：

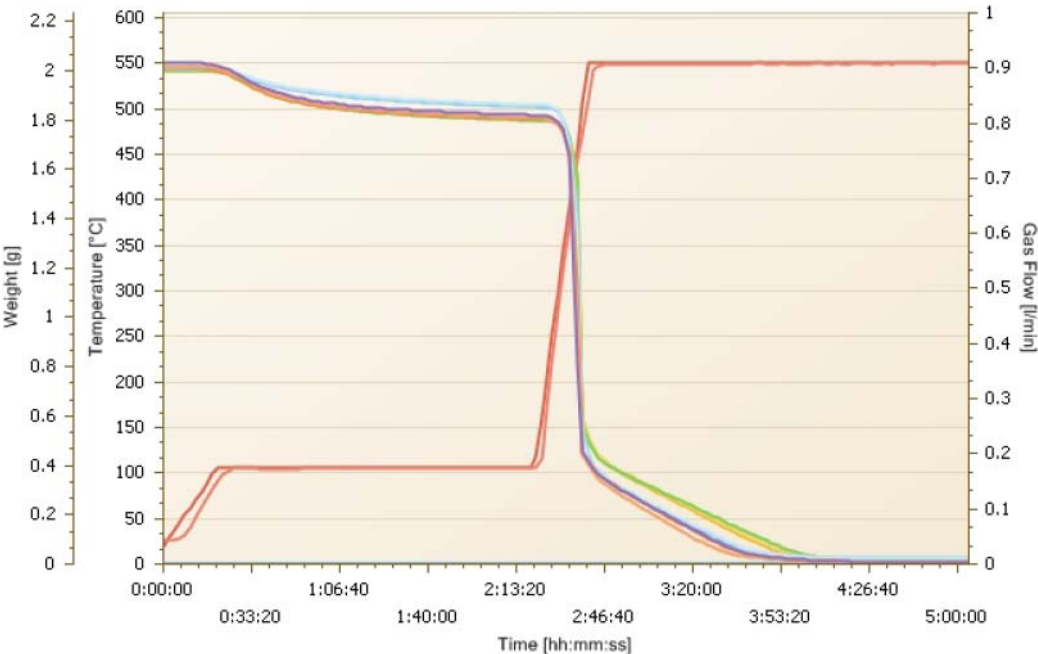


图 1 测试结果图

上述谱图显示了在全部分析过程中所花费的时间及升温、质量变化过程，直观明了，便于监控分析过程。

测定完成后，prepASH 自带的程序自动计算三类谷物的测定结果。

表 2 测定结果

Group: 1	A-Result	A -Calc: Loss[%]/Start	B-Result	B -Calc: Res[%]/Start
mean	1.79993	10.09173	0.01400	0.69930
std	0.00170	0.08987	0.00147	0.07390
rstd	0.09450	0.89057	10.52209	10.56817
n	3	3	3	3

Group: 2	A-Result	A -Calc: Loss[%]/Start	B-Result	B -Calc: Res[%]/Start
mean	1.85673	7.72773	0.02383	1.18440
std	0.00397	0.02595	0.00021	0.01128
rstd	0.21370	0.33581	0.87343	0.95212
n	3	3	3	3

Group: 3	A-Result	A -Calc: Loss[%]/Start	B-Result	B -Calc: Res[%]/Start
mean	1.81060	10.30397	0.00810	0.40130
std	0.00849	0.05506	0.00010	0.00702
rstd	0.46874	0.53433	1.23457	1.74913
n	3	3	3	3

天美（中国）科学仪器有限公司
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层
TEL:010-64010651
FAX:010-64060202

整个分析方法历时 5 小时，并且整个过程中都不需要实验人员进行全程操作。测试结果完全符合国标要求，具有明显的优势：

- 省去 80% 的人力操作，最大限度解放人力
 - 同时分析 29 个样品，自动识别分析终点，省去 70% 以上分析时间，降低分析成本
- 不仅如此，prepASH 还可以大量应用于食品行业，进行食用菌、茶叶、婴幼儿配方食品 and 乳粉、肉与肉制品等多种食品的水分、灰分测定