

植物水分、干物质的测定

水分含量是植物分析中最基本的测定项目之一。种子、水果、蔬菜、饲料、茶叶、咖啡等的水分含量是鉴定品质和判断是否适于储藏的重要标准；植物体内的水分和干物质含量是植物生理状态和成熟度的重要指标。此外，由于鲜样或风干样品的水分含量易随空气的温度和湿度而改变，试样中干物质各组分的百分含量也常以全干样品为计算基础。

一个世纪前，水分定量被认为是单纯的，一般将样品在 101.325 kPa 下，100 °C 左右加热至恒重所失去的质量即为“水分”，这种定义是狭义的。植物组织或农产品中的游离水分容易分离，而结合水则不容易分离，如果不加限制的长时间烘烤，必然使其它成分发生变化，影响分析结果。此外，供测定的样品多种多样，其含水量可由百分之几到 98 %，因此人们一直在多方面研究适合于各种试样性状的精确测定水分含量的方法，同时研究实用上能满足不同要求的准确、快速测定方法。

按经常使用的情况，目前水分测定可分成以下几类：

(1) 加热干燥法。包括常压烘箱干燥法、真空（减压）烘箱干燥法、红外线干燥法、微波加热干燥法、添加干燥辅助剂法等。这些方法要求试样中水分的排除很完全，其它组分在加热过程中由于发生热分解或其它反应而引起的重量变化可以忽略不计。经典的烘箱干燥法因操作简单，应用范围广，被广泛用作一般标准方法，特别是真空烘箱干燥法的测定结果比较接近真正水分。但它们一般费时较长。利用钨丝灯辐射加热的红外线干燥法及利用电子射流的微波加热干燥法，虽然速度快、方便，但条件控制不好，易引起试样中其它组分的分解，精度不高。

(2) 蒸馏法。该法特别适用于脂肪类产品和除水分外含有大量挥发物质的试样。上述两种方法用于检测水分较高（65 % ~ 95 %）的新鲜样品时效果则更好。

(3) 化学方法。包括卡尔—费歇尔（Karl-Fischer）方法、与电石（碳化钙）产生乙炔或与浓酸混合时产生热等为基础的方法。其中很多分析参考书中将 K-F 法测定水分定为农畜产品、食品、化工、肥料准确定量水分的一般标准方法，但该方法缺点是必须防止水分进入滴定容器及试剂吸水，校准的程序颇为严格、费时。

(4) 物理方法。如电测法，即以电导率、电阻、电容和介电常数为基础的电化学方法、核磁共振法、近红外分光光度法及近红外吸收反射法等其它物理方法。由于它们不是直接测定水分，因此需要对照适当参考标准，即用其它标准方法测定样品的不同含水量来校准每种类型的试样检测结果，而且其中几乎没有一种能精确定量试样中大范围的水分（5 % ~ 95 %）含量。但这些方法对经常测定大量的同种试样，特别是含有中等水分（5 % ~ 20 %）样品的实验室来说是最有价值的。

因此要精确定量水分并非易事，有许多公认的可用于特定样品水分测定方法，本章主要介绍常压烘干法和减压加热干燥法。如能根据试样的特性，规定合适的操作条件，将这几种方法结合起来使用，将可相当广泛地测定绝大多数植物和农产品的水分含量。

2.1.1.2 减压加热干燥法

一、方法原理

在减压情况下，样品中的水分在较低温度时即易蒸发逐尽，样品在干燥前后质量之差即

为水分的质量。压力一般控制在 $(25 \sim 100) \times 133.3224 \text{ Pa}$ 。对热较为稳定的样品可以用 $100 \sim 105^\circ\text{C}$ 加热、较常压烘干法所需时间短。对加热有变化的样品，如试样中含有较多的糖、有机酸和游离的氨基酸等，由于它们间的热反应而发生缩合，在 100°C 以上时产生可以定量的“ H_2O ”，而造成正误差，一般采用 $50 \sim 70^\circ\text{C}$ 加热。减压干燥法所需的湿度与压力有关，但温度一般不宜过低，否则耗时太长，水分却不易逐尽。这种方法可以作为一般标准法使用，其准确度和烘干速度则取决于干燥箱内保持尽可能低的压力和干燥箱内的水蒸气能迅速地除去。但含有较多挥发性成分的样品仍然不适用于此法^(注1)。

二、主要仪器

1. 减压干燥装置。由真空干燥箱、真空抽气机和吸湿装置三部分组成，温度： $50 \sim 120^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ ，一般为自动电热式调节。使用前应先检查抽气装置能否抽至所需的低压。
2. 电热恒温干燥箱。
3. 铝盒。
4. 干燥器。宜使用经 135°C 干燥 $2 \sim 3 \text{ h}$ 的变色硅胶作干燥剂，对油脂类样品宜用吸湿力强的五氧化二磷等作干燥剂。
5. 分析天平（精确到 1 mg ）。

三、操作步骤

将铝盒（或蒸发皿等）和盖子洗净，打开盒盖，放入 $100 \sim 105^\circ\text{C}$ 烘箱中烘 30 min 取出，移至干燥器中平衡后称重，继续烘干至“恒重”。

将粉碎或磨细并已充分混匀的样品约 $1 \sim 5.000 \text{ g}$ （视含水量多少而定）平铺在铝盒中，盖好盖，尽快称量铝盒和内容物质量^(注2)。将盖横在盒旁，置于真空干燥箱中。

真空干燥箱在未抽气前先行预热，使箱内温度上升到比要求的湿度（如 60°C 或 70°C 等）略高 5°C 左右，然后抽气至低压（如 $25 \times 133.3224 \text{ Pa}$ 或 $100 \times 133.3224 \text{ Pa}$ ），注意调节箱内的温度和压力，及时调整，一般需要烘 $2 \sim 5 \text{ h}$ 。

烘干之后，先使干燥空气缓缓进入干燥箱（进气不能过速，以免空气剧烈流动而吹散粉状样品），直至达到常压，再打开箱门，盖上盖，转移至干燥器内，冷却平衡后移入干燥器中冷却后称重。为确保达到恒重，一般重复几次，直至“恒重”^(注3)。最后计算样品的水分或干物质含量。

四、结果计算

$$\text{水分}(\%) (\text{风干基}) = (m_1 - m_2) \times 100 / (m_1 - m_0)$$

$$\text{干物质}(\%) (\text{风干基}) = (m_2 - m_0) \times 100 / (m_1 - m_0)$$

式中： m_0 ——空铝盒的质量（g）；

m_1 ——（空铝盒+样品）的质量（g）；

m_2 ——（空铝盒+烘干样品）的质量（g）。