中华人民共和国国家标准

GB 5009.4—2010

食品安全国家标准

食品中灰分的测定

National food safety standard

Determination of ash in foods

2010-03-26 发布　　2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部　发布

前　言

本标准代替GB/T 5009.4-2003《食品中灰分的测定》和GB/T 14770-1993《食品中灰分的测定方法》。

本标准与GB/T 5009.4-2003相比主要修改如下：

——本标准不适用淀粉及其衍生物中灰分的测定；

——按照样品不同灰分含量，修改了称样量；

——按照GB/T 14770-1993增加了含磷量较高的豆类及其制品、肉禽制品、蛋制品、水产品、乳及乳制品中灰分的测定；

——修改了计算公式；

——修改了精密度。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5009.4-1985、GB/T 5009.4-2003；

——GB/T 14770-1993。

食品安全国家标准

食品中灰分的测定

1 范围

本标准规定了食品中灰分的测定方法。

本标准适用于除淀粉及其衍生物之外的食品中灰分含量的测定。

2 原理

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。

3 试剂和材料

3.1 乙酸镁[（CH_3COO）$_2Mg·4H_2O$）]：分析纯。

3.2 乙酸镁溶液（80 g/L）：称取 8.0 g 乙酸镁（3.1）加水溶解并定容至 100 mL，混匀。

3.3 乙酸镁溶液（240 g/L）：称取 24.0 g 乙酸镁（3.1）加水溶解并定容至 100 mL，混匀。

4 仪器和设备

4.1 马弗炉：温度≥600 ℃。

4.2 天平：感量为 0.1 mg。

4.3 石英坩埚或瓷坩埚。

4.4 干燥器（内有干燥剂）。

4.5 电热板。

4.6 水浴锅。

5 分析步骤

5.1 坩埚的灼烧：取大小适宜的石英坩埚或瓷坩埚置马弗炉中，在 550 ℃±25 ℃下灼烧 0.5 h，冷却至 200 ℃左右，取出，放入干燥器中冷却 30 min，准确称量。重复灼烧至前后两次称量相差不超过 0.5 mg 为恒重。

5.2 称样：灰分大于 10 g/100 g 的试样称取 2 g～3 g（精确至 0.0001 g）；灰分小于 10 g/100 g 的试样称取 3 g～10 g（精确至 0.0001 g）。

5.3 测定

5.3.1 一般食品

液体和半固体试样应先在沸水浴上蒸干。固体或蒸干后的试样，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 ℃±25 ℃灼烧 4 h。冷却至 200 ℃左右，取出，放入干燥器中冷却 30 min，称量前如发现灼烧残渣有炭粒时，应向试样中滴入少许水湿润，使结块松散，蒸干水分再次灼烧至无炭粒即表示灰化完全，方可称量。重复灼烧至前后两次称量相差不超过 0.5 mg 为恒重。按式（1）计算。

5.3.2 含磷量较高的豆类及其制品、肉禽制品、蛋制品、水产品、乳及乳制品

5.3.2.1 称取试样后，加入 1.00 mL 乙酸镁溶液（3.3）或 3.00 mL 乙酸镁溶液（3.2），使试样完全润湿。放置 10 min 后，在水浴上将水分蒸干，以下步骤按 5.3.1 自“先在电热板上以小火加热……”起操作。按式（2）计算。

5.3.2.2 吸取 3 份与 5.3.2.1 相同浓度和体积的乙酸镁溶液，做 3 次试剂空白试验。当 3 次试验结果的标准偏差小于 0.003 g 时，取算术平均值作为空白值。若标准偏差超过 0.003 g 时，应重新做空白值试验。

6 分析结果的表述

试样中灰分按式(1)、(2)计算

$$X_1=\frac{m_1-m_2}{m_3-m_2}\times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

$$X_2=\frac{m_1-m_2-m_0}{m_3-m_2}\times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

X_1（测定时未加乙酸镁溶液）——试样中灰分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；

X_2（测定时加入乙酸镁溶液）——试样中灰分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；

m_0——氧化镁(乙酸镁灼烧后生成物)的质量，单位为克（g）；

m_1——坩埚和灰分的质量，单位为克（g）；

m_2——坩埚的质量，单位为克（g）；

m_3——坩埚和试样的质量，单位为克（g）。

试样中灰分含量≥10 g/100 g 时，保留三位有效数字；试样中灰分含量＜10 g/100 g 时，保留二位有效数字。

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 5 %。