

食品灰分两种测定方法适用性的研究

聂小林, 孙 伟, 徐春祥*

(江苏省产品质量监督检验研究院, 南京 210007)

摘 要: **目的** 探讨《食品安全国家标准 食品中灰分的测定》(GB 5009.4-2010)中灰分的两种测定方法的区别, 以及如何针对不同的样品选择适宜的测定方法。**方法** 按国家标准规定的两种方法对不同样品的灰分进行测定, 同时测定其含磷量, 通过两者的关系推断适用的方法。**结果** 检测了 10 种样本的灰分和磷含量, 含磷较低的样品灰分测定可采用直接灰化法, 测定结果的相对相差小于 5%。含磷量高于 0.4% 的样品的灰分测定应采用加入灰化助剂的方法测定, 且样品的取样量应尽可能小。**结论** 食品中灰分的测定, 虽然操作简单, 但需注意细节问题, 保证数据结果的准确性。

关键词: 食品灰分; 灰化助剂; 磷

The applicability of two methods for ash determination in food

NIE Xiao-Lin, SUN Wei, XU Chun-Xiang*

(Jiangsu Province Products Quality Testing and Inspection Institute, Nanjing 210007, China)

ABSTRACT: Objectives This paper discussed the difference between two ash determination methods described in GB 5009.4-2010 “National food safety standard determination of ash in foods” and how to choose appropriate method for different samples. **Methods** The ash in samples was determined by methods described in the national standard. In the first method, ashing auxiliaries magnesium acetate was used, while it was absent in the second method. The two methods were then compared, including sample selection, crucible process, sample carbonization, ashing and weighing. **Results** According to ash and phosphorus content in 10 samples containing less ash can be determined by direct ashing method, the relative phase difference measurement results should be less than 5%. The method involving ashing auxiliaries was applicable to the special samples with phosphorus content above 0.4%. The sampling quantity is small enough. **Conclusion** It is simple to determine ash in foods, but attention should be paid to the details, in order not to affect accuracy of the result.

KEY WORDS: food ash; ashing auxiliaries; phosphorus

1 引 言

食品中的灰分是指食品经高温灼烧后残留下来的无机物, 灰分指标可以评定食品是否污染, 判断食品是否掺假。如果灰分含量超标, 说明了食品原料中

可能混有杂质或在加工过程中可能混入一些泥沙等机械污染物。灰分中主要成分无机盐是六大营养素之一, 因此灰分含量也是评价食品营养的重要参考指标之一。如黄豆营养价值较高, 它的灰分含量也较高, 灰分是我国面粉分等定级的主要指标之一, 是面制

*通讯作者: 徐春祥, 研究员级高工, 主要研究方向为食品安全研究与分析。E-mail: cxc70@163.com

*Corresponding author: XU Chun-Xiang, Senior Engineer, Jiangsu Province Products Quality Testing and Inspection Institute, No.5, Guanghuadong Street, Nanjing 210007, China. E-mail: cxc70@163.com

品性能的主要参考依据^[1]。因此,测定灰分具有十分重要的意义。

2010年6月1日实施的国家标准GB 5009.4-2010《食品安全国家标准 食品中灰分的测定》对食品中灰分的测定方法进行细分,除一般食品的测定方法外,还增加了含磷量较高的豆类制品、蛋制品、肉禽制品、水产品、乳及乳制品中灰分的测定方法^[2]。由于两种检测方法并存,并没有规定哪种方法为仲裁法,检测时应选用合适的方法进行测定。在实际操作中,很难把握采用何种方法检测才能得到正确的结果。因此,我们有必要对测定灰分的两种方法加以分析,从而达到针对不同的样品都能够选择正确的方法进行测定。

2 材料与方 法

2.1 材料与试剂

乙酸镁、硫酸、高氯酸、硝酸、钼酸铵、对苯二酚、亚硫酸钠均为分析纯。磷酸二氢钾为优级纯。

豆浆粉、鸡蛋、猪肉脯、火腿肠、冻鲜鱼、鱿鱼丝、灭菌乳、茶叶、氨基酸胶囊、西洋参提取物胶囊为市售商品。

乙酸镁溶液(80 g/L):取 8.0 g 乙酸镁加水溶解,定容至 100 mL。

2.2 仪器与设备

XS 204 型电子分析天平(瑞士梅特勒-托利多有限公司);UV 2450 型紫外可见分光光度计(日本岛津公司);GJ 1100A 型箱式电阻炉(洛阳特耐实验设备有限公司);HH-6 型数显恒温水浴锅(金坛市荣华仪器制造有限公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 直接灰化法

称取试样后,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 °C 灼烧 4 h。冷却至 200 °C 左右,取出,放入干燥器中冷却 30 min,重复灼烧至恒重(同国家标准中 5.3.1,以下简称方法一),计算灰分含量(重量百分比 g/100 g,以下简称%)。

2.3.2 加助灰化剂灰化法

称取试样后,加入 3.00 mL 乙酸镁溶液(80 g/L),使试样完全润湿。放置 10 min 后,在水浴上将水分蒸干,以下步骤按方法一操作。同时用相同浓度和体积的乙酸镁溶液做 3 次试剂空白试验(同国家标准中

5.3.2,以下简称方法二)。

2.3.3 磷含量测定

称取试样于凯氏烧瓶中,按 GB/T 5009.87-2003 方法加入硫酸、高氯酸-硝酸消化,消化完全后,赶酸、定容。分别吸取试样溶液、空白溶液和用磷酸二氢钾配置的标准溶液依次加入钼酸铵溶液、亚硫酸钠溶液和对苯二酚溶液,显色后,用分光光度计(660 nm)处测定吸光值,计算磷含量^[3]。

3 结果与分析

3.1 样品的选取

针对国家标准提及的可能含磷量较高的豆类制品、蛋制品、肉禽制品、水产品、乳制品,本次试验选取豆浆粉(代表豆制品)、鸡蛋(代表蛋制品)、猪肉脯和火腿肠(代表肉禽制品)、冻鲜鱼和鱿鱼丝(代表水产品)、灭菌乳(代表乳制品)作为样本。另选取食品中灰分较高的茶叶及我们特有的保健品氨基酸胶囊和西洋参提取物胶囊等 10 种样本作为研究对象。

3.2 灰分测定结果与磷含量的关系

按照方法一与方法二对不同样品进行灰分测定,同时测定样品的磷含量,每份样品重复三次,平均检测结果见表 1。

国家标准规定,灰分测定结果的相对相差应小于 5%。由上述实验结果可以看出,大部分样品在分别采用方法一和方法二检测时,结果相差不大。但有些特殊样品,如氨基酸胶囊、冻鲜鱼两种方法的结果间存在较大差异,相对相差超过 20%,如选择方法不当会严重影响数据的准确性,也说明国家标准有两种方法选择很有必要。

将灰分结果与磷含量对比观察,发现两种方法间测定结果相差较大的样品中,磷含量皆大于 0.4%,可以表明当样品中含磷量高于 0.4%时,需要对检测方法加以选择。同时,我们发现同样含磷量较高的火腿肠样品(磷含量大于 0.4%),两种方法间的结果虽有差距,但相差结果并不明显。分析原因,可能是和样品中磷的存在形式有关。在含磷量较高的食品中,磷酸容易形成熔融的无机物包裹碳粒,使灰化不完全,影响检测结果。加入乙酸镁做灰化助剂后,在灰化过程中,镁盐随着灰化的进行而分解,与过剩的磷酸结合,使试样达到疏松状态,避免残灰熔融,包裹

碳粒^[4-6]。而火腿肠中的磷多为添加的复合磷酸盐,灰化时能达到相对均匀疏松的状态,使两种测定方法的结果相差较小。

3.3 灰分测定结果与称样量的关系

国家标准对称样的要求为:“灰分大于 10 g/100 g 的试样称取 2~3 g”;“灰分小于 10 g/100 g 的试样称取 3~10 g”。按照国家标准的要求和表 1 的结果,我们分别选取了磷含量较低的猪肉脯和磷含量较高的氨基酸胶囊,按不同取样量实验,结果见表 2。

通过实验结果看出,磷含量较低样品的灰分测定结果随称样量不同变化不明显,磷含量较高的样品在取样量较低时,采用方法二,可以得到准确的结果,但在取样量较大时,也得不到准确的结果。其原因是当取样量较多时,灰化助剂的量达不到与过剩磷酸完全结合的目的,也不能使样品残灰达到松散

状态,使得灰化不完全。

3.4 其他细节

3.4.1 样品的炭化

样品应先用小火在电炉上炭化,并将坩埚盖半盖坩埚,以便氧气进入和二氧化碳、水汽等逸出,避免易燃样品炭化过程中碳粒溅出。样品产生大量浓烟后,再转为大火烧至试样完全炭化,关火,温度下降后,再移入马弗炉内。若样品不经炭化过程,直接灰化易使样品发生熔融,造成灰化不彻底。样品在高温下直接炭化还会产生大量烟雾而污染高温电炉炉膛。对于湿的液体样品如果汁、牛奶等,应先除去水分,在水浴蒸干湿样,然后炭化,防止液体样品沸腾飞溅,造成损失。如含水量较多的样品如果蔬,必要时可在烘箱内预先干燥。对富含糖、蛋白质、淀粉的样品,炭化前加几滴植物油,防止发泡^[7]。

表 1 不同样品中灰分和磷含量测定结果($n=3$)
Table 1 Test results of ash content of different samples ($n=3$)

样品种类	灰分含量% ($\bar{x} \pm s$)		二种方法灰分含量相对相差%	磷含量% ($\bar{x} \pm s$)
	方法一	方法二		
西洋参提取物胶囊	2.95±0.03	2.97±0.02	0.34	0.32±0.06
猪肉脯	5.09±0.02	5.00±0.03	0.89	0.18±0.04
豆浆粉	2.68±0.01	2.73±0.01	0.92	0.35±0.04
茶叶	5.62±0.02	5.49±0.03	1.17	0.28±0.03
鸡蛋	0.78±0.01	0.81±0.01	1.89	0.15±0.02
鱿鱼丝	5.00±0.03	5.22±0.02	2.15	0.21±0.03
灭菌乳	0.62±0.01	0.59±0.02	2.48	0.15±0.01
火腿肠	4.17±0.03	3.89±0.03	4.47	0.41±0.07
冻鲜鱼	1.93±0.03	1.06±0.01	29.1	0.55±0.08
氨基酸胶囊	4.13±0.05	0.78±0.01	68.2	0.47±0.07

表 2 不同称样量的样品灰分试验结果($n=3$)
Table 2 Test results of ash content of different sample weight ($n=3$)

样品	称样量	不同称样量测定灰分的含量% ($\bar{x} \pm s$)	
		方法一	方法二
猪肉脯	样品 3 g 左右	5.09±0.04	5.00±0.03
	样品 10 g 左右	5.14±0.01	5.14±0.03
氨基酸胶囊	样品 3 g 左右	4.13±0.01	0.78±0.02
	样品 10 g 左右	4.70±0.01	4.53±0.02

3.4.2 灰化温度和时间

灰化温度的高低直接影响灰分测定的结果。样品灰化时在高温炉内各处的温度有很大差别。在测定样品灰分时,坩埚不宜放的太多,应放在炉膛的中间部位灰化^[8]。样品灰化的时间可通过观察灰分的颜色和其达到的恒重来判定。当灰分中不再有黑色炭粒残留、颜色为白色或浅灰色,则证明灰化已经结束,称重并重新灼烧 30 min 后,一般能达到恒重。

3.4.3 天平称量

测定样品灰分时对坩埚及灰分的恒重条件要求很高,称量时需要使用万分之一的精密天平。建议空坩埚、样品及灰分称量都用同一台天平,避免仪器误差。灰分的吸湿能力较强,在空气中放置时间过久会影响测定结果,故冷却与称量时均要盖上坩埚盖,且动作迅速。

4 结 论

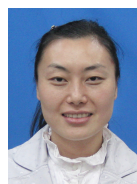
食品安全国家标准《食品中灰分的测定》规定了两种测定食品中灰分的方法,在实际检验中,应通过样品属性、样品标签等信息了解样品中的磷含量。对于一般样品,尽可能采用第一种方法操作,简便快捷,如果样品中含磷量大于 0.4%,应采用添加了乙酸镁作为灰化助剂的第二种方法,必要时采用两种方法进行比较。在实验误差允许的范围内,采用第二种方法测定的样品取样量应尽量按标准规定的下限称取,达到快速准确的目的。食品中灰分的测定,虽然操作简单,但需注意细节问题,保证数据结果的准确性。

参考文献

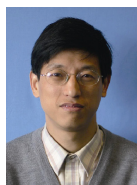
- [1] 李树高. 面粉灰分含量对面制品的影响[J]. 粮食与食品工业, 2008, (5): 11-12.
Li SG. Influence of flour ash content on flour products [J]. Cereal Food Ind, 2008, (5): 11-12.
- [2] GB 5009.4-2010 食品安全国家标准 食品中灰分的测定[S].
GB 5009.4-2010 National food safety standard Determination of ash in foods [S].
- [3] GB/T 5009.87-2003 食品中磷的测定[S].
GB/T 5009.87-2003 Determination of phosphorus in foods [S].
- [4] 李春秀, 佟卫芳. 食品灰分测定中应注意的问题[J]. 职业与健康, 2007, 23(9): 704-705.
Li CX, Tong WF. Problems of the ash determination in foods [J]. Occup Health, 2007, 23(9): 704-705.
- [5] 杨辉. 关于 2005 年版《中国药典》(一部)附录灰分测定法中操作方法的探讨[J]. 中国药房, 2007, 18(7): 547-548.
Yang H. Discussion on the ash determination operation method in the appendix of Chinese Pharmacopoeia 2005 Edition(Volume I) [J]. China Pharm, 2007, 18(7): 547-548.
- [6] 陈玲, 曾志定, 欧阳燕玲. 水分灰分连续测定法的探讨[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(11): 1389.
Chen L, Zeng ZD, Ouyang YL. Discussion on moisture and ash determination operation method [J]. Chin J Health Lab Technol, 2005, 15(11): 1389.
- [7] 李敏, 梁志洪, 姚敬, 等. 保健食品中灰分测定的若干问题探讨[J]. 华南预防医学, 2012, 38(4): 75-76.
Li M, Liang ZH, Yao J, et al. Discussion on the ash determination operation method in health food [J]. South China J Prev Med, 2012, 38(4): 75-76.
- [8] 范莉梅. 食品灰分测定中不可忽视的环节 [J]. 中国标准导报, 2006, (6): 23.
Fan LM. The points worth noting on determination of ash in foods [J]. China Stand Rev, 2006, (6): 23.

(责任编辑: 邓伟)

作者简介



聂小林, 助理工程师, 主要研究方向为食品分析。
E-mail: niexiaolin_0916@163.com



徐春祥, 研究员级高级工程师, 主要研究方向为食品安全研究与分析。
E-mail: xcx70@163.com