



中华人民共和国国家标准

GB 5009.4—××××

食品安全国家标准 食品中灰分的测定 (征求意见稿)

食品安全国家标准公开征求意见稿

××××-××-××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 5009.4-2016 《食品安全国家标准 食品中灰分的测定》。

本标准与GB 5009.4-2016 相比，主要变化如下：

- 修改了第一法的原理；
- 修改了第一法灼烧时间的要求；
- 增加了样品制备步骤；
- 明确了小麦粉样品归类；
- 增加了试样干物质含量测定方法。

食品安全国家标准公开征求意见

食品安全国家标准

食品中灰分的测定

1 范围

本标准第一法规定了食品中灰分的测定方法，第二法规定了食品中水溶性灰分和水不溶性灰分的测定方法，第三法规定了食品中酸不溶性灰分的测定方法。

本标准第一法适用于食品中灰分的测定（淀粉类灰分的方法适用于灰分质量分数不大于2%的淀粉和变性淀粉），第二法适用于食品中水溶性灰分和水不溶性灰分的测定，第三法适用于食品中酸不溶性灰分的测定。

第一法 食品中灰分的测定

2 原理

利用有机成分在高温灼烧时发生物理和化学变化形成无机物的化学性质，不同类型的食品在合适的温度下，经灼烧后会残留不同质量的无机物质，残留的无机物质含量称为灰分。灰分数值经重量法称量计算得到。

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 乙酸镁 $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mg}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 。

3.1.2 浓盐酸（HCl）：密度1.18 g/mL，质量分数为37.5%。

3.2 试剂配制

3.2.1 乙酸镁溶液（80 g/L）：称取8.0 g乙酸镁加水溶解并稀释至100 mL，混匀。

3.2.2 乙酸镁溶液（240 g/L）：称取24.0 g乙酸镁加水溶解并稀释至100 mL，混匀。

3.2.3 稀盐酸溶液（10%）：量取24 mL浓盐酸（密度为1.18 g/mL，质量分数为37.5%），用水稀释至100 mL，摇匀。

3.3 定量滤纸

3.4 无尘手套

4 仪器和设备

- 4.1 马弗炉：最高使用温度 ≥ 950 °C,控温精度 ± 1 °C。
- 4.2 天平：感量分别为 0.1 mg、1 mg。
- 4.3 石英坩埚或瓷坩埚：50mL、100mL，根据样品选择合适大小。
- 4.4 干燥器（内有干燥剂）。
- 4.5 电热板或电炉。
- 4.6 恒温水浴锅：控温精度 ± 2 °C。
- 4.7 坩埚钳。
- 4.8 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。

5 分析步骤

5.1 坩埚预处理

5.1.1 含磷量较高的食品

取大小适宜、洗净沥干的石英坩埚或瓷坩埚置高温炉中，在 550 °C ± 25 °C 下灼烧 30 min，应冷却至 200 °C 及以下，以坩埚钳取出，放入干燥器中冷却约 30 min，确保坩埚已冷却到室温，称重，精确至 0.0001 g。称量时取放应戴无尘手套。重复灼烧至前后两次称量相差不超过 0.5 mg 为恒重。

5.1.2 淀粉类食品

先用沸腾的稀盐酸洗涤坩埚，再用大量自来水洗涤，最后用水冲洗。将洗净沥干的坩埚置于高温炉内，在 900 °C ± 25 °C 下灼烧 30 min~60 min，应冷却至 200 °C 及以下，以坩埚钳取出，并在干燥器中冷却 30 min，确保坩埚已冷却到室温，称重，精确至 0.0001 g。称量时取放应戴无尘手套。重复灼烧至前后两次称量相差不超过 0.5 mg 为恒重。

5.1.3 其他食品

同 5.1.1。

5.2 试样制备

5.2.1 固体样品：取有代表性的样品至少 200 g，混合均匀，用粉碎机将固体试样粉碎，不易研磨的样品应尽可能切碎，混匀后尽快称样。

5.2.2 粉状样品：取有代表性的样品至少 200 g，混合均匀直接称取，若粉粒较大可先用粉碎机粉碎，再混匀后尽快称样。

5.2.3 液态或半固体样品：取有代表性的样品至少 200 g，混匀后直接称样。

注：使用粉碎机粉碎样品时注意控制设备温度，以免温度过高造成样品水分丧失影响测定结果。

5.3 称样

5.3.1 含磷量较高的食品：灰分大于或等于 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, 对于灰分含量更低的样品可适当增加称样量)。

5.3.2 淀粉类食品：迅速称取样品 2 g~10 g (马铃薯淀粉、小麦淀粉以及大米淀粉至少称 5 g, 玉米淀粉和木薯淀粉称 10 g), 精确至 0.0001 g。

5.3.3 其他食品：液体样品称取有取样要求的样品按照对应取样要求处理样品。将样品均匀分布在坩埚内, 不要压紧。称量时取放应戴无尘手套。

5.4 测定

5.4.1 含磷量较高的豆类及其制品、肉禽及其制品、蛋及其制品、水产及其制品、乳粉及乳制品

5.4.1.1 称取试样后, 向装有试样的坩埚内加入 1.00 mL 乙酸镁溶液 (240 g/L) 或 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, 在电热板或电炉上以小火加热使试样充分炭化至无烟, 然后置于高温炉中, 在 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4 h 及以上。冷却至 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 及以下, 以坩埚钳取出, 放入干燥器中冷却 30 min, 确保样品已冷却到室温。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-称量操作, 至连续两次称量相差不超过 0.5 mg 为恒重, 以两次中最低质量为恒重后质量。

5.4.1.2 吸取 3 份与 5.4.1.1 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 (m_0)。若标准偏差大于或等于 0.003 g 时, 应重新做空白值试验。

5.4.2 淀粉类食品 (不包括小麦粉)

将坩埚置于高温炉口或电热板上, 半盖坩埚盖, 小火加热使样品在非封闭环境下完全炭化至无烟, 即刻将坩埚放入高温炉内, 将温度升高至 $900\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保持此温度直至剩余的碳全部消失为止, 一般 1 h~2 h 可灰化完毕, 应冷却至 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 及以下, 以坩埚钳取出, 放入干燥器中冷却 30 min, 确保样品已冷却到室温, 准确称量。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。称量时取放应戴无尘手套。重复灼烧-称量操作, 至连续两次称量相差不超过 0.5 mg 为恒重, 以两次中最低质量为恒重后质量。

5.4.3 其他食品

动植物油先燃烧至火焰熄灭, 然后置于高温炉中, 在 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4 h 及以上。其它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; 应冷却至 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 及以下, 以坩埚钳取出, 放入干燥器中冷却约 30 min, 确保样

品已冷却到室温。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。称量时取放应戴无尘手套。重复灼烧-称量操作，至连续两次称量相差不超过0.5 mg为恒重，以两次中最低质量为恒重后质量。

注1：样品从马弗炉转移到干燥器中冷却时，若环境温度较高，样品无法在30 min内冷却至室温时，可通过控制称量室温度 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 达到要求。

注2：在碳化和灰化过程中，陶瓷坩埚盖一直是斜盖于坩埚上方，以防存在挥散性损失的样品发生质量损失。

6 分析结果的表述

6.1 以试样质量计

6.1.1 试样中灰分的含量（加了乙酸镁溶液的试样），按式（1）计算：

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2 - m_0}{m_3 - m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_1 ——加了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 ——乙酸镁溶液试剂空白，即乙酸镁灼烧后生成物（氧化镁）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）；

100——单位换算系数。

6.1.2 试样中灰分的含量（未加乙酸镁溶液的试样），按式（2）计算：

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

式中：

X_2 ——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）；

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）；

100——单位换算系数。

6.2 以干物质计

6.2.1 试样中灰分的含量（加了乙酸镁溶液的试样），按式（3）计算：

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2 - m_0}{(m_3 - m_2) \times \omega} \times 100 \quad \text{.....(3)}$$

式中：

X_1 ——加了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 ——乙酸镁溶液试剂空白，即乙酸镁灼烧后生成物（氧化镁）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）；

ω ——试样干物质含量（质量分数），g/100 g；

100——单位换算系数。

6.2.2 试样中灰分的含量（未加乙酸镁溶液的试样），按式（4）计算：

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{(m_3 - m_2) \times \omega} \times 100 \quad \text{.....(4)}$$

式中：

X_2 ——未加乙酸镁溶液的试样中灰分的含量，单位为克每百克（g/100 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）；

ω ——试样干物质含量（质量分数），%；

100——单位换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的2次独立测定结果的算术平均值表示。结果 ≥ 10 g/100 g时，保留3位有效数字；结果 < 10 g/100 g时，保留2位有效数字。试样干物质含量测定（ ω ）：根据GB 5009.3《食品安全国家标准 食品中水分的测定》检测试样中水分含量，通过差减法计算得到试样中干物质含量，以百分比（%）计。

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%。

第二法 食品中水溶性灰分和水不溶性灰分的测定

8 原理

用热水提取总灰分，经定量滤纸过滤、灼烧、称量残留物，测得水不溶性灰分，由总灰分和水不溶性灰分的质量之差计算水溶性灰分。

9 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用水为GB/T 6682规定的三级水。

10 仪器和设备

10.1 马弗炉：最高温度 ≥ 950 °C。

10.2 天平：感量分别为0.1 mg、1 mg、0.1 g。

10.3 石英坩埚或瓷坩埚。

10.4 干燥器（内有干燥剂）。

10.5 定量滤纸。

10.6 漏斗。

10.7 表面皿：直径6 cm。

10.8 烧杯（高型）：容量100 mL。

10.9 恒温水浴锅：控温精度 ± 2 °C。

10.10 坩埚钳。

10.11 无尘手套。

10.12 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。

11 分析步骤

11.1 坩埚预处理

方法同“5.1 坩埚预处理”。

11.2 试样制备

方法同“5.2 试样制备”。

11.3 称样

方法同“5.3 称样”。

11.4 总灰分的制备

方法同“5.4 测定”

11.5 测定

用约25 mL热水分次将总灰分从坩埚中洗入100 mL烧杯中，盖上表面皿，用小火加热至微沸，防止溶液溅出。趁热用定量滤纸过滤，并用热水分次洗涤杯中和表面皿内盖侧残渣，直至滤液和洗涤体积约达150 mL为止，将滤纸连同残渣移入原坩埚内，放在沸水浴锅上蒸去水分，然后将坩埚烘干并移入高温炉内，以 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至无炭粒（一般需1 h）。待炉温降至 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，放入干燥器内，冷却至室温，称重，准确至0.0001 g。再放入马弗炉内，以 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧30 min，如前冷却并称重。称量时取放应戴无尘手套。重复灼烧-称量操作，至连续两次称量相差不超过0.5 mg为恒重，以两次中最低质量为恒重后质量。

12 分析结果的表述

12.1 以试样质量计

12.1.1 水不溶性灰分，按式（5）计算：

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3 - m_2} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

X_1 ——水不溶性灰分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；

m_1 ——坩埚和水不溶性灰分的质量，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）；

100——单位换算系数。

12.1.2 水溶性灰分的含量，按式（6）计算：

$$X_2 = \frac{m_4 - m_5}{m_3 - m_2} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

X_2 ——水溶性灰分的质量，单位为克（g/100 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）；

m_4 ——总灰分的质量，单位为克（g）；

m_5 ——水不溶性灰分的质量，单位为克（g）；

100——单位换算系数。

12.2 以干物质计算

12.2.1 水不溶性灰分的含量，按式（7）计算：

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{(m_3 - m_2) \times \omega} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

X_1 ——水不溶性灰分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；

m_1 ——坩埚和水不溶性灰分的质量，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）；

ω ——试样干物质含量（质量分数），%；

100——单位换算系数。

12.2.2 水溶性灰分的含量，按式（8）计算：

$$X_2 = \frac{m_4 - m_5}{(m_3 - m_2) \times \omega} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

X_2 ——水溶性灰分的质量，单位为克（g/100 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）；

m_4 ——总灰分的质量，单位为克（g）；

m_5 ——水不溶性灰分的质量，单位为克（g）；

ω ——试样干物质含量（质量分数），%；

100——单位换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的2次独立测定结果的算术平均值表示。结果 ≥ 10 g/100 g时，保留3位有效数字；结果 < 10 g/100 g时，保留2位有效数字。试样干物质含量测定：根据GB 5009.3《食品安全国家标准 食品中水分的测定》检测试样中水分含量，通过差减法计算得到试样中干物质含量，以百分比（%）计。

13 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%。

第三法 食品中酸不溶性灰分的测定

14 原理

用盐酸溶液处理总灰分，过滤、灼烧、称量残留物。

15 试剂和材料

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

15.1 试剂

浓盐酸（HCl）：密度为1.18g/mL，质量分数为37.5%。

15.2 试剂配制

10%盐酸溶液：量取24 mL浓盐酸（密度为1.18 g/mL，质量分数为37.5%），用水稀释至100 mL，摇匀。

16 仪器和设备

同“10 仪器和设备”。

17 分析步骤

17.1 坩埚预处理

方法同“5.1 坩埚预处理”。

17.2 试样制备

方法同“5.2 试样制备”。

17.3 称样

方法同“5.3 称样”。

17.4 总灰分的制备

方法同“5.4 测定”。

17.5 测定

用25 mL 10%盐酸溶液将总灰分分次洗入100 mL烧杯中，盖上表面皿，在沸水浴上加热，至溶液由浑浊变为透明时，继续加热5 min，趁热用定量滤纸过滤，用沸蒸馏水少量反复洗涤烧杯、滤纸上的残留物和表面皿内盖侧残渣，直至中性（约150 mL）。将滤纸连同残渣移入原坩埚内，在沸水浴上蒸去水分，移入高温炉内，以550 °C±25 °C灼烧至无炭粒（一般需1 h）。待炉温降至200 °C时，以坩埚钳取出坩埚，放入干燥器内，冷却至室温，称重，准确至0.001 g。再放入高温炉内，以550 °C±25 °C灼烧30 min，如前冷却并称重。称量时取放应戴无尘手套。重复灼烧-称量操作，至连续两次称量相差不超过0.5 mg为恒重，以两次中最低质量为恒重后质量。

18 分析结果的表述

18.1 以试样质量计，酸不溶性灰分的含量，按式（9）计算：

$$X_I = \frac{m_1 - m_2}{m_3 - m_2} \times 100 \quad \text{..... (9)}$$

式中：

X_I ——酸不溶性灰分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；

m_1 ——坩埚和酸不溶性灰分的质量，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）；

100——单位换算系数。

18.2 以干物质计算，酸不溶性灰分的含量，按式（10）计算：

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{(m_3 - m_2) \times \omega} \times 100 \quad \text{..... (10)}$$

式中：

X_2 ——酸不溶性灰分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；

m_1 ——坩埚和酸不溶性灰分的质量，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）；

ω ——试样干物质含量（质量分数），%；

100——单位换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的2次独立测定结果的算术平均值表示。结果 ≥ 10 g/100 g时，保留3位有效数字；结果 < 10 g/100 g时，保留2位有效数字。试样干物质含量测定：根据GB 5009.3《食品安全国家标准 食品中水分的测定》检测试样中水分含量，通过差减法计算得到试样中干物质含量，以百分比（%）计。

19 精密度

在重复性条件下同一样品获得的测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

食品安全国家标准公开征求意见稿