

食品检测技术 教学方案设计

面粉灰分测定



山西药科职业学院《食品检测技术》教学方案设计

授课题目		面粉灰分测定		授课学时	4 学时	
授课地点		多媒体实训室	授课教师：		授课班级：	
教学目标	知识目标	掌握灰分测定的方法； 掌握灰分测定原理及测定条件的选择				
	素质目标	培养实事求是、严谨的科学态度。				
	能力目标	掌握高温炉的使用方法； 掌握坩埚处理、样品炭化、灰化等基本操作方法。				
德育渗透：严谨的科学态度是自然科学工作者必须具备的基本素质，实验操作要严谨准确，实验数据要实事求是。						
新知识、新技术：近红外法测定小麦粉灰分						
参考资料：教 材：食品检测技术 吴晓彤主编 食品检验工：刘长春 食品伙伴网：GB 5009.4—2010；GB/T 5505—2008						
教学过程设计	教学步骤	教学方法	学生活动	教学资源	时间	备注
	任务布置	任务驱动	接收任务	课件、教案	2min	
	讲解： 基础知识	讲授、 案例教学 提问引导	听课	课件、教案	20min	重点
	学 生 查 资 料	自主学习	查资料、讨 论	教材、国标	10min	难点
	准备实验	任务驱动	完成任务	国标、实训 指导书	10min	
	完成任务	任务驱动	完成任务	实验方案	135min	重点
	课堂小结	引导	总结	课件、教案	1 min	
	作业布置		作业、预习	题库	2min	

教学内容:

【布置任务】2min(采用导入法)

本次课任务是面粉灰分的测定。灰分在粮食中的分布极不均匀，胚乳灰分含量最低，胚部次之，皮层最高。如小麦籽粒全粒灰分的质量分数（占干物）约为 1.7% 左右，胚乳中灰分的质量分数约为 0.6% 左右，加工精度高的米、面灰分含量低，反之则高。目前，世界各国大都用灰分来鉴别面粉精度的高低。因此灰分是衡量面粉加工精度的一项指标，通过灰分的高低可以直接评价一种面粉质量的好坏。

GB 5009.4—2010 和 GB/T 5505—2008 规定了食品中灰分的测定及粮油中灰分测定方法有 550℃ 灼烧法和乙酸镁法两种。下面先学习下灰分测定基本知识。

【基础知识】20min(采用举例、讲授法、提问引导)

一、灰分的定义及分类

1、灰分：指食品经高温灼烧后残留下来的无机物又称矿物质。

食品的组成十分复杂，除含有大量有机物质外，还含有较丰富的无机成分。当这些组分经高温灼烧时，将发生一系列物理和化学变化，最后有机成分挥发逸散，而无机成分（主要是无机氧化物）则残留下来，这些残留物称为灰分。灰分是标示食品中无机成分总量的一项指标。

食品的灰分与食品中原来存在的无机成分在数量和组成上并不完全相同。

样品在灰化时发生了一系列的变化：

(1) 水分、挥发元素挥发散失使无机成分减少。

如 Cl、I、Pb 等挥发散失，P、S 等以含氧酸的形式挥发散失

(2) 某些金属氧化物会吸收有机物分解产生的二氧化碳而形成碳酸盐，又使无机成分增多。

因此将灼烧后的残留物称为粗灰分（总灰分）。

2. 分类

灰分按溶解度不同分为水溶性灰分、水不溶性灰分、酸不溶性灰分。

水溶性灰分反映的是可溶性的钾、钠、钙、镁等的氧化物和盐类的含量。

水不溶性灰分反映的是污染的泥沙和铁、铝等氧化物及碱土金属的

碱式磷酸盐的含量。

酸不溶性灰分反映的是污染的泥沙和食品中原来存在的微量氧化硅的含量。

二、测定灰分意义

(1) 评判食品的加工精度和食品品质

① 面粉的加工精度

在面粉加工中，常以总灰分含量评定面粉等级，富强粉为 0.3-0.5%；标准粉为 0.6-0.9%；

② 营养要素

无机盐是六大营养要素之一，是人类生命活动不可缺少的物质，要正确评价某食品的营养价值，其无机盐含量是一个评价指标。例如，黄豆是营养价值较高的食物，除富含蛋白质外，它的灰分含量高达 5.0%。故测定灰分总含量，在评价食品品质方面有其重要意义。

③ 胶冻性能

生产果胶、明胶之类的胶质品时，灰分是这些制品的胶冻性能的标志。果胶分为 HM 和 LM 两种，HM 只要有糖、酸存在即能形成凝胶，而 LM 除糖、酸以外，还需要有金属离子，

如 Ca^{2+} 、 Al^{3+} 。

④ 水溶性灰分和酸不溶性灰分可作为食品生产的一项控制指标。

水溶性灰分指示果酱、果冻制品中的果汁含量。酸不溶性灰分中的大部分，是一些来自原料本身中的，或在加工过程中来自环境污染混入产品中的泥沙等机械污染物，另外，还含有一些样品组织中的微量硅。



(2) 判断食品受污染的程度

不同的食品，因所用原料、加工方法及测定条件的不同，各种灰分的组成和含量也不相同，当这些条件确定后，某种食品的灰分常在一定范围内。如果灰分含量超过了正常范围，说明食品生产中使用了不合乎卫

生标准要求的原料或食品添加剂，或食品在加工、贮运过程中受到了污染。因此，测定灰分可以判断食品受污染的程度。

因此，灰分是某些食品的重要的质量控制指标，是食品成分分析的项目之一。

三、总灰分测定方法

灰分测定方法有湿法消化、干法灰化法。湿法消化：又称湿灰化法或湿氧化法，在适量的食品中加入氧化性强酸，并同时加热消煮，使有机物质分解氧化成 CO_2 、水和各种气体，为加速氧化进行，可同时加入各种催化剂，这种破坏食品中有机物质的方法就叫做湿法消化；干法灰化：通过灼烧手段分解食品的方法叫干法灰化。最常用的方法就是干法灰化法，干法灰化法又分为直接灰化法（灼烧法）、醋酸镁灰化法、硫酸灰化法等。

（一）总灰分测定

1. 原理

把一定量的样品经炭化后放入高温炉内灼烧，使有机物质被氧化分解，以二氧化碳、氮的氧化物及水等形式逸出，而无机物质以硫酸盐、磷酸盐、碳酸盐、氯化物等无机盐和金属氧化物的形式残留下来，这些残留物即为灰分，称量残留物的重量即可计算出样品中总灰分的含量。

2. 仪器及测定条件选择

（1）仪器：高温炉（马弗炉）、坩埚、坩埚钳、干燥器、分析天平等

（2）灰化容器

测定灰分通常以坩埚作为灰化容器，坩埚分素烧瓷坩埚、铂坩埚、石英坩埚等多种。其中最常用的是素烧瓷坩埚。

①素瓷坩埚

优点：耐高温可达 $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，内壁光滑，耐酸，价格低廉。

缺点：耐碱性差，灰化成碱性食品（如水果、蔬菜、豆类等），坩埚内壁的釉质会部分溶解，反复多次使用后，往往难以得到恒重；温度骤变时，易炸裂破碎。

②铂坩埚

优点：耐高温 达 1773°C ，导热良好，耐碱，耐 HF ，吸湿性小。

缺点：价格昂贵，约为黄金的 9 倍，要有专人保管，免丢失；使用不当会腐蚀或发脆。

灰化容器的大小要根据试样的性状来选用，需要前处理的液态样品、加热易膨胀的样品及灰分含量低、取样量较大的样品，需选用稍大些的坩埚；或选用蒸发皿，但灰化容器过大会使称量误差增大。

（3）取样量

取样时应考虑称量误差，以燃烧后得到的灰分质量为 10-100mg 来确定称样量。

通常奶粉、麦乳精、大豆粉、调味料、鱼类及海产品等取 1-2g；谷物及其制品、肉及其制品、糕点、牛乳等取 3-g；蔬菜及其制品、砂糖及其制品、淀粉及其制品、蜂蜜、奶油等取 5-10g；水果及其制品取 20g；油脂取 50g。

（4）灰化温度

灰化温度的高低对灰分测定结果影响很大。由于各种食品中无机成分的组成、性质及含量各不相同，灰化温度也应有所不同，一般为 525 - 600℃，谷类的饲料达 600℃ 以上。

如 鱼类及海产品、谷类及其制品、乳制品 ≤550℃；果蔬及其制品、砂糖及其制品、肉制品 ≤525℃；谷类 >600℃。

温度太高，将引起 K、Na、Cl 等元素的挥发损失，磷酸盐、硅酸盐也会熔融，将碳粒包藏起来，使元素无法氧化；温度太低，则灰化速度慢，时间长，不宜灰化完全，也不利于除去过剩的碱性食物吸收的 CO₂。

所以要在保证灰化完全的前提下，尽可能减少无机成分的挥发损失和缩短灰化时间。加热速度不可太快，防急剧干馏时灼热物的局部产生大量气体，而使微粒飞失、易燃。

（5）灰化时间

一般不规定灰化时间，而是观察残留物（灰分）为全白色或浅灰色，内部无残留的碳块，并达到恒重为止。两次结果相差 <0.5 mg。对于已做过多次测定的样品，可根据经验限定时间。总的时间一般为 2-5 小时，个别样品有规定温度、时间。

应指出，对某些样品即使灰化完全，残灰也不一定呈白色或浅灰色，如：铁含量高的食品，残灰呈褐色；锰、铜含量高的食品，残灰呈蓝绿

色。有时即使灰的表面呈白色，内部仍残留有碳块。所以应根据样品的组成、性状注意观察残灰的颜色，正确判断灰化程度。

(6) 加速灰化方法

有些样品难于灰化，如含磷较多的谷物及其制品。磷酸过剩于阳离子，灰化过程中易形成 KH_2PO_4 、 NaH_2PO_4 等，在比较低的温度下会熔融而包住碳粒，难以完全灰化，即使灰化相当长时间也达不到恒重。对这类样品，可采用改变操作方法或加入助灰化剂等方法加速灰化。

① 改变操作方法

样品初步灼烧后，取出，冷却，从灰化容器边缘慢慢加入少量无离子水，使残灰充分湿润（不可直接洒在残灰上，以防残灰飞扬损失），用玻璃棒研碎，使水溶性盐类溶解，被包住的 C 粒暴露出来，把玻璃棒上粘的东西用水冲进容器里，在水浴上蒸发至干涸，至 $120-130^\circ\text{C}$ 烘箱内干燥，再灼烧至恒重。

② 添加灰化助剂：

如 硫酸灰化法：糖类样品残灰中加入硫酸，可以进一步加速；

醋酸镁灰化法：加入 MgAc_2 助灰化剂，这类镁盐随灰化而分解，与过剩的磷酸结合，残灰不熔融而呈松散状态，避免了碳粒被包裹，可缩短灰化时间，但产生了 MgO 会增重，也应做空白试验。

3. 操作

瓷坩埚的准备 → 样品预处理 → 炭化 → 灰化 → 干燥 → 恒重 → 结果计算

(1) 瓷坩埚的准备

将坩埚用盐酸（1：4）煮 1-2 小时，洗净晾干；用三氯化铁与蓝墨水的混合液在坩埚外壁及盖上写上编号；置于规定温度（ $500-550^\circ\text{C}$ ）和高温炉中灼烧 1 小时；移至炉口冷却到 200°C 左右后，再移入干燥器中，冷却至室温后，准确称重；再放入高温炉内灼烧 30 分钟，取出冷却称重，直至恒重（两次称量之差不超过 0.5mg ）。

注意：由于温度骤升或骤降，常使坩埚破裂，最好将坩埚放入冷的（未加热）的炉膛中逐渐升高温度；灰化完毕后，应使炉温度降到 200°C 以下，才打开炉门；坩埚钳在钳热坩埚时，要在电炉上预热。

(2) 样品的预处理

可用测定水分之后的样品。

对于果汁、牛乳等液体试样，应准确称取适量试样于已知重量的瓷坩埚（或蒸发皿）中，置于水浴上蒸发至近干，再进行炭化。这类样品若直接炭化，液体沸腾，易造成溅失。

富含脂肪的样品：把试样制备均匀，准确称取一定量试样，先提取脂肪，再将残留物移入已知重量的坩埚中，进行炭化。

果蔬、动物组织等含水分较多的样品，先制备成均匀样品，再准确称取样品置于已知重量坩埚中，放烘箱中干燥（先 60~70℃，后 105℃），再炭化。也可取测定水分后的干燥试样直接进行炭化。

谷物、豆类等水分含量较少的固体试样：先粉碎成均匀的试样，取适量试样于已知重量的坩埚中再进行炭化。

（3）炭化样品

准确称量一定量处理好的样品，放在高温炉之前，要先进行炭化处理，以防温度高，试样中的水分急剧蒸发使样品飞扬，防止易发泡膨胀的物质在高温下发泡而溢出，减少碳粒被包裹住的可能性。

炭化操作一般在电炉或煤气灯下进行，半盖坩埚盖，小心加热使样品在通气情况下逐渐炭化，直至无黑烟产生。对易膨胀、发泡的如含糖多的，含蛋白多的样品，可在样品上加数滴辛醇或纯植物油，再进行炭化。

为什么要炭化？

防止在灼烧时，因温度高试样中的水分急剧蒸发使试样飞扬；防止糖、蛋白质、淀粉等易发泡膨胀的物质在高温下发泡膨胀而溢出坩埚；不经炭化而直接灰化，碳粒易被包住，灰化不完全。

（4）灰化

炭化后，把坩埚移入已达规定温度（500-550℃）的高温炉炉口处，稍停留片刻，再慢慢移入炉膛内，坩埚盖斜倚在坩埚口，关闭炉门，灼烧一定时间（视样品种类、性状而异）至灰中无碳粒存在。打开炉门，将坩埚移至炉口处冷却至 200℃ 左右，移入干燥器中冷却至室温，准确称重，再灼烧、冷却、称重，直至达到恒重。

（5）计算

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3 - m_2} \times 100$$

式中：X—样品中灰分的含量，g/100g：

m_1 —坩埚和灰分的质量，g；

m_2 —坩埚的质量，g；

m_3 —坩埚和样品的质量，g。

注意：所得结果应表示至 1 位小数。

精密度要求：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 2%。

（二）水溶性灰分和水不溶性灰分的测定

将测定所得的总灰分称量、计算后，约加 25ml 热无离子水，分多次洗涤坩埚、滤纸及残渣。将残渣及滤纸一起移回原坩埚中，在水浴上蒸发至干涸，入干燥箱中干燥，再进行炭化、灼烧、冷却、称量，至恒重，计算出水不溶性灰分，再得出水溶性灰分。

（三）酸不溶性灰分的测定

取水不溶性灰分或总灰分的残留物，加入 25ml 0.1mol/L 的 HCl，放在小火上轻微煮沸，用无灰滤纸过滤后，再用热水洗涤至不显酸性为止，将残留物连同滤纸置坩埚中进行干燥、炭化、灰化，直到恒重，计算出酸不溶性灰分。

【学生查资料】10min(采用导入法)

引导学生查阅和解读食品检验国家标准 GB 5009.4—2010 食品中灰分的测定、GB/T 5505—2008 粮油中灰分测定

【准备实验】10min(采用任务驱动)

1. 职业形象准备

进入实验室，必须按规定穿戴必要的工作服，将长发及松散衣服妥善固定并穿不漏脚的鞋，必要时戴手套。严禁在实验室内吃喝食物。

2. 实验方案设计

实验前每个小组将详细实验方案设计好，并经指导老师审阅批准后方可进入实验室。

3. 实验试剂及仪器准备

小组成员分工将实验所需仪器及试剂准备好。

【完成任务】135 min（实际操作）

小组成员分工完成实验

【课堂小结】（简要总结，并强调重点）（2min）

- 一. 灰分种类
- 二. 总灰分测定
- 三. 面粉灰分测定注意事项

【布置作业】

1. 550℃灼烧法与乙酸镁法测定灰分有何主要异同?为什么说 550℃灼烧法较乙酸镁法测定灰分结果准确?

2. 题库相关习题

3. 请预习《食品的一般成分检验》，试着完成下列任务：市售白醋中总酸含量的测定