

植物粗灰分的测定

直接灰化法

粗灰分 灰化法 高温电炉（马弗炉）SX-4-10

一、方法原理

总灰分常用简单、快速、节约的干灰化法测定。即将样品小心加热炭化和灼烧，除尽有机质，剩下的无机矿物质冷却后称重，即可计算样品总灰分含量。由于燃烧时生成的炭粒不易完全烧尽，样品上可能沾附有少量的尘土或混入泥沙等，而且样品灼烧后无机盐组成有所改变，如：碳酸盐增加，氯化物和硝酸盐的挥发损失，有机磷、硫转变为磷酸盐和硫酸盐，质量均有改变。所以实际测定的总灰分只能是“粗灰分”。

二、主要仪器

1. 灰化器皿：15 ~ 25 mL 的瓷或石英坩埚^(注2)。
2. 高温电炉：在 525 ~ 600 °C 能自动控制温度。
3. 干燥器：干燥剂一般使用 135 °C 下烘几小时的变色硅胶。
4. 分析天平。
5. 水浴锅或调温鼓风烘箱。

三、试剂

1. 硝酸（1:1）溶液。
2. 双氧水 [$\omega(\text{H}_2\text{O}_2) = 30\%$]。
3. 100 g·L⁻¹ NH₄NO₃ 溶液：称硝酸铵（NH₄NO₃，分析纯）10.0 g 溶于 100 mL 水中。

四、操作步骤

1. 样品预处理^(注3)：可以采用测定水分或脂肪后的残留物作为样品。①需要预干燥的试样。含水较多的果汁，可以先在水浴上蒸干；含水较多的果蔬，可以先用烘箱干燥（先在 60 ~ 70 °C 吹干，然后在 105 °C 下烘），测得它们的水分损失量；富含脂肪的样品，可以先提取脂肪，然后分析其残留物。②谷物、豆类、种实等干燥试样一般先粉碎均匀，磨细过 1 mm 筛即可，不宜太细，以免燃烧时飞失。

2. 灰分测定：将洗净的坩埚（注4）置于 550 °C 高温电炉内灼烧 15 min 以上，取出，置于干燥器中平衡后称重，必要时再次灼烧，冷却后称重直至恒重为止。准确称取待测样品 2 ~ 5g（水分多的样品可以称取 10 g 左右），疏松地装于坩埚中。

3. 碳化^(注5)：将装有样品的坩埚置于可调电炉上，在通风橱里缓缓加热，烧至无烟。对于特别容易膨胀的试样（如蛋白、含糖和淀粉多试样），可以添加几滴纯橄榄油再同上预碳化。

4. 高温灰化：将坩埚移到已烧至暗红色的高温电炉门口，片刻后再放进高温电炉内膛深处，关闭炉门，加热至约 525 °C（坩埚呈暗红色），或其它规定的温度（表 2.22-1），烧至灰分近于白色为止，大约 1 ~ 2 h（注6）。如果灰化不彻底（黑色碳粒较多），可以取出放冷，滴加几滴蒸馏水或稀硝酸或双氧水或 100 g·L⁻¹ NH₄NO₃ 溶液等，使包裹的盐膜溶解，炭粒暴露，在水浴上蒸干，再移入高温电炉中，同上继续灰化。灰化完全后（注7），待炉温降至约 200 °C 时，再移入干燥器中，冷却至室温后称重。必要时再次灼烧，直至恒重。

五、结果计算^(注8)

$$\text{粗灰分}(\%) = (m_2 - m_1) / (m_3 - m_1) \times 100$$

式中： m_1 ——空坩锅重（g）；

m_2 ——灰化后（坩锅+灰分）质量（g）；

m_3 ——（空坩锅+样品）质量（g）。

NoveBio