

粮油化学检测

LIANGYOUHUAXUEJIANCE

上 册

湖南省粮油科学研究所汇编

目 录

(上 册)

第一章 粮油化学分析基本知识	(1)
第一节 分析天平.....	(1)
第二节 粮油重量分析.....	(19)
第三节 粮油容量分析.....	(43)
第四节 比色分析.....	(81)
第五节 折射分析.....	(105)
第六节 定量分析误差及数据的处理.....	(111)
第七节 薄层层析.....	(119)
第八节 色谱分析.....	(134)
第九节 粮油样品的采取.....	(157)
第二章 粮油成分分析	(166)
第一节 水分的测定.....	(170)
一、105℃恒重法.....	(170)
二、高温定时法.....	(171)
三、红外线快速测定法.....	(172)
四、电阻式水份测定器法.....	(174)

第二节 粗脂肪的测定	(176)
一、索氏抽提法	(176)
二、皂化法	(182)
三、残渣法	(185)
四、比重法	(187)
五、快速法	(206)
第三节 粗蛋白质的测定	(208)
一、凯氏半微量法	(209)
二、全量法	(213)
三、微量法	(215)
四、快速法(5分钟缩二脲法)	(217)
五、滴定法	(218)
六、盐溶性蛋白质的测定	(220)
第四节 还原糖的测定	(222)
一、氧化还原法(伯川法、铁氰化钾法)	(222)
二、比色法(目视法、光电比色法)	(242)
三、滴定法(高锰酸钾法,直接滴定法)	(246)
第五节 非还原糖与总糖的测定	(253)
第六节 淀粉的测定	(258)
一、淀粉酶法	(258)
二、酸直接水解法	(263)
第七节 粗纤维素的测定	(266)
第八节 维生素的测定	(274)

一、维生素A定量法	(274)
二、叶红素测定法	(276)
三、维生素E测定法	(279)
四、维生素B ₁ (硫胺素) 的测定	(280)
五、菸酸定量法	(290)
六、泛酸定量法	(292)
第九节 灰分的测定	(294)
一、总灰分的测定 (850℃灼烧法, 550℃灼烧法)	(295)
二、铁的测定	(300)
三、钙的测定	(303)
四、磷的测定	(305)
第十节 粮食粘度的测定	(307)
第十一节 粮食酸度的测定	(315)
第十二节 粮食脂肪酸值的测定	(322)
第三章 油脂品质化学检测	(327)
第一节 水分及挥发物	(327)
一、电热板法	(327)
二、电烘箱法	(328)
三、简易快速法	(328)
第二节 酸价	(330)
一、滴定法 (标准法)	(331)
二、快速比色法	(332)

第三节	皂化价	(338)
第四节	不皂化物	(341)
第五节	碘价	(343)
一、	韦氏法	(343)
二、	卡尔曼法	(347)
第六节	磷脂	(349)
一、	加热定性法	(349)
二、	水化离心法	(349)
三、	水化过滤法	(350)
第七节	丙酮不溶物	(351)
第八节	过氧化物价	(353)
第九节	醛值	(357)
第十节	羰值	(361)
一、	盐酸羟胺法	(361)
二、	羟胺法	(363)
第十一节	油脂掺伪定性试验	(365)
一、	桐油的检出	(365)
二、	棉籽油的检出	(367)
三、	菜籽油的检出	(367)
四、	芝麻油的检出	(369)
五、	花生油的检出	(369)
六、	豆油的检出	(371)
七、	茶籽油的检出	(371)

八、茶籽油纯度试验·····	(372)
九、亚麻油的检出·····	(372)
十、矿物油的检出·····	(372)
十一、桐油中含松香的检出·····	(373)
十二、桐油中含梓油试验·····	(373)
十三、蓖麻油的检出·····	(373)
第十二节 米糠油中有机氯农药残留量的测定 (薄层层析法)·····	(375)

第一章 粮油化学分析基本知识

第一节 分析天平

天平的种类很多，这里所讲的分析天平也是天平的一种类型。它能称量准确到万分之一克（即0.1毫克）所以又叫万分之一天平，或称一等分析天平。

分析天平是定量分析中最重要的和最常用的精密仪器。因为，通常在定量分析中样品的称出量都不超过一克，而称量准确度要求到万分之几克，所以必须使用分析天平。但是应该注意，分析天平是一种精密的贵重仪器，一般粗略的称量，就不要使用分析天平。

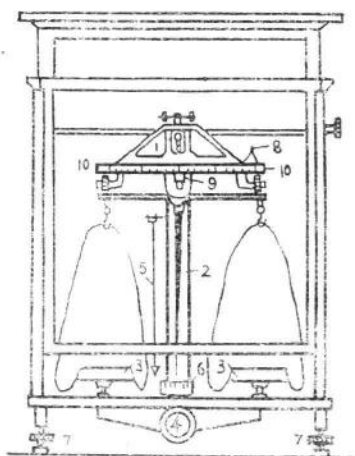
一、分析天平的构造

分析天平的种类也是很多的，这主要是从构造上的不同来区分。常用的分析天平有：摆动天平、空气阻尼天平，半自动双盘光学天平，自动双盘光学天平，自动单盘光学天平等。

尽管分析天平的种类繁多，但它们构造的基本原理是一致的，使用方法也大同小异，其中只要很好掌握了摆动天平的构造，称量原理和使用方法，并了解其它种分析天平的特点，各种天平也都可以进行称量了。因此，这里着重介绍摆动天平的构造，称量原理，使用方法、维护和检修，对其它分析天平的特点仅作简单介绍。

(一) 摆动天平

摆动天平的构造如图 1—1 所示，它包括天平梁、蹬和盘、升降器（休止器）和支柱等主要部件。



1. 横梁
2. 指针
3. 天平盘
4. 休止器扭
5. 悬锤
6. 指针标尺
7. 支脚
8. 游码钩
9. 中心三转体
10. 两端三棱体

图 1—1 分析天平

天平梁：天平中的横梁是天平的主要部分。梁的中间下方固定着一刀口向下的三棱玛瑙体，作为梁的支点，借刀口将梁架在支柱上端的玛瑙平板的中央，梁的两端距支点等远处，各有一刀口向上的三棱玛瑙体，梁的前方中央固定着用以观察梁摆动情况的指针，针的中部安有一调节重心的小锤，针的尖端在支柱下端固定着的指针标尺上，指针标尺自右向左共分20个大小相等的刻度，以便观察指针的摆动情况，梁上前方有一游码标尺，其刻度“0”在尺的中央，“0”的左右各等分十个大格，每一大格又分五或十小格，大格刻度“10”就在尺的两端，游码标尺是专为放置游码和计算结果使用的。

零点调节器：天平梁上两端各安有一个螺旋，有的称为平衡螺旋，是为调节天平零点时使用的。

游码操纵杆：是一个可以左右平行移动的长杆，其左端固定着一游码钩，移动操纵杆时，借游码钩可将游码放在游码标尺任意位置上。

蹬和盘：蹬上有玛瑙平板借以悬挂在梁两端刀口向上的三棱玛瑙体上。蹬下面有一环钩，天平盘就挂在这个环钩上。

升降器：是为了保护刀口和便利称量的装置，它包括升降枢轴，杠杆系统和盘托三部分。向左转动枢轴时，杠杆系统和盘托下落离开梁、蹬和盘，刀口和平板结合，以便进行称量。当升降枢轴向右回转时，杠杆系统和盘托上

升托住梁、蹬和盘，使刀口与平板离开，梁停止摆动，天平即能休止。

其它部件：在天平底座板下面有三个天平足，调节前面两个足上的螺旋，并观察水平仪（或悬锤）使天平达到水平；为使天平不受灰尘的污染、湿度和气流的影响，分析天平都放在特制的玻璃箱内。

砝码：每台天平都有一盒专用砝码，不能混乱使用。砝码的准确度必须与天平的准确度相适应，全套砝码共分为大砝码，小砝码和游码三种。

一克以上的为砝码，多用黄铜或合金制成圆柱体，上面有一个小柄，以便镊取，砝码表面镀一层防止氧化的金或镍等不易氧化的金属。

1克以下的小砝码多用铝片或镍片制成右上角折起的方形片（折角为便于镊取用）。

10毫克以下的砝码一般只用一个，叫做游码，是用铂或铝丝制成如“人”的形状。游码本身重10毫克，但它放在标尺上不同位置可代表不同的毫克数。例如，当它放在游码标尺的“0”处时对天平的摆动毫无影响，若放在与砝码相同一边的游码标尺“1”处，代表+1毫克，“2”处，代表+2毫克，……以此类推；若放在称量物体的游码标尺一边，所得的数值则是负的毫克数。应从上数大小砝码之和中减去这一毫克数。

为了便于保管，便于使用，每套砝码组系顺序放在砝

码盒内固定的槽中。一般砝码的组系多按 5、2、2、1 编制的，即 100 克、50 克、10 克、5 克、1 克、各一个，20 克、2 克各两个，500 毫克、100 毫克、50 毫克、10 毫克各一个，200 毫克、20 毫克各两个。全套砝码在盒内分布情形图 1—2 所示。

相同数量的砝码，其质量并不绝对相同，在同一实验项目中，前后几次称量应当尽可能使用同一砝码，以减少称量误差。因此同值砝码其中一个刻划一特制标志——小刻点，以资识别，为了便于取放和不污染砝码，砝码盒内配有一特制的镊子。

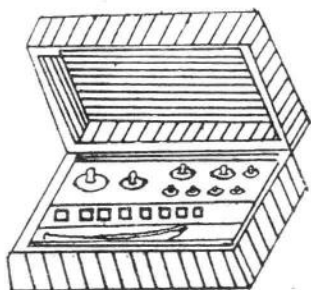


图 1—2 分析天平砝码

(二) 空气阻尼天平

摆动天平虽然构造简单，灵敏度较高，但是指针由摆动到停止，颇费时间，因而影响分析速度。所以在实际工作中多使用能弥补上述缺点的空气阻尼天平。这类天平的构造基本上与摆动天平的构造相同。不同之点仅在天平梁的两臂下面装有空气阻尼器，空气阻尼器是由铝质的内外套盒组成。外盒较大，固定在天平支柱适当的位置上，直径较小的内盒悬挂在蹬勾上。天平开放时内盒能上下移

动，但因盒内空气的阻力，天平很快就能停止摆动。

(三) 半自动双盘光学天平

半自动双盘光学天平是在空气阻尼天平的基础上又有很大的改进，其构造上的主要特点有二：（1）是全部小砝码都改用环形砝码，悬挂在天平梁的右上方，称量时只需旋转天平箱外面的转盘即可加入称量中所需要的10毫克以上的毫克数。（2）是天平梁上没有游码标尺，称量时也不用游码来调节平衡，而用全套“光幕装置”来代替它们。

光幕装置：如图1—3所示，10毫克以下的重量可从这种光幕装置的使用中确定，在垂直指针的下端固定一透明带刻度的标尺2，标尺上从中央起左右各分十大格，每大格又分成十小格，当打开升降枢轴时，天平后面的小灯1发出平行光线，

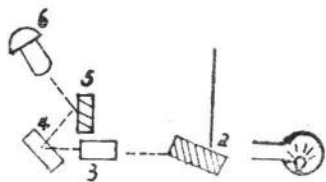


图1—3 光幕装置

通过标尺2，标尺上的图象（刻度及数字）穿过透镜3和两个反光镜4与5，反映到由毛玻璃作成的光幕6上，由幕上可以直接读出标尺上的读数，为使读数正确，事先必须调节天平的灵敏度，使两盘相差10毫克时，指针恰好倾斜到标尺一边“10”刻度外。这样标尺的一大格恰好相

当一毫克，而每一小格恰好相当 0.1 毫克。

(四) 自动双盘光学天平

这种天平如 1—4 所示，比半自动双盘光学天平又有改进，它完全消除了用镊子添加砝码的麻烦，大大地加速了称量时间。这种天平的构造有两个主要特点：

自动放置砝码的装置：这种天平将较小的砝码作成环状，大砝码作为马蹄形，自下而上分成 10~190 克，1~9 克和 10~900 毫克三组

砝码。每组砝码都挂在专用的小钩上，依次转动天平旁边的旋钮，即可将砝码挂在与天平臂相垂直的称量专用的长形金属窄片上（即等于将砝码放在盘上），所加砝码的重量可由三个旋钮的刻度数字上直接读出来。

光幕装置：与半自动双盘光学天平基本上相同。有的在指针中部附设有不同光源时观察指针倾斜的标尺和小指针。

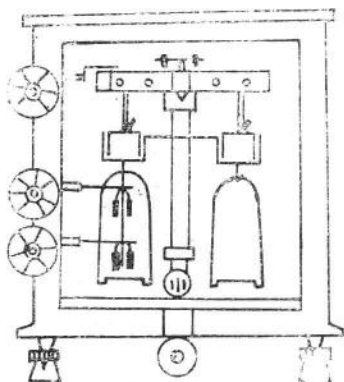


图 1—4 自动双盘光学天平

二、分析天平称量原理

分析天平称量原理与一般普通天平称量原理是一样的。

例如，将称量物体Q放在天平的一边，另一边用砝码W平衡之。设两臂长为 l_1 与 l_2 ，

根据杠杆原理得：

$$Q \cdot g \cdot l_1 = w \cdot g \cdot l_2$$

若 $l_1 = l_2$

$$Q \cdot g = w \cdot g$$

由此可见，若天平两臂完全相等时，称量达于平衡，砝码之重量完全可以代表被称量物体的重量。另外，在同一水平面上物体受地心引力的重力加速度是不变的（ g 是常数）。

故得： $Q = w$

所以称量时实际上是用砝码的质量代表被称量物体的质量。但在习惯上仍用“重量”这个词，对实际分析工作没有什么影响。

三、分析天平的安装

天平安装是否适当与称量时获得应有的准确度和天平

的灵敏度有很大关系，因此对天平的安装应十分注意。箱装天平拆卸后把各部件仔细拂拭干净后，应按照下列步骤进行安装。

1.把天平足放在有凹槽的垫上，并在升降枢轴上安上手柄。

2.用左手打开升降枢轴，右手拿好梁，从天平前门小心地把梁放在支柱上方；轻轻升起升降杠杆使中间刀口恰位于支柱顶端玛瑙平板的中央，梁臂下面两端的凹槽恰套在横托架的三个小支柱尖端上。轻摇天平梁检查是否放稳后，再关紧升降枢轴。

3.把盘托插在天平底座板的小孔内，再把与梁臂标有相同标号的蹬和盘挂在梁的此端（另外的蹬和盘则挂在另一端），并使盘和盘托刚好接触，否则将盘卸下，重新调节盘托底部螺丝的长短，使其达到要求。

4.转动天平底座盘下前面两足的螺旋，调节天平至水平。

5.通过打开和关闭升降枢轴，转动梁两端的平衡螺旋，使天平在平衡时，指针在标尺的8—12范围内。

四、称量法

称量法就是使用分析天平称量物体重量的操作方法，要正确称得被称物体重量，应当先了解什么是零点，平衡点和灵敏度，它们如何测定等。

(一) 零点和平衡点

零点就是天平在空载时处于平衡状态下指针在指针标尺上所指的位置。而在负载了任何重物时天平的指针所指的位置即称为平衡点。

测定零点前要检查天平是否水平，工作性能是否正常，否则必须进行调整。测定时用左手轻轻打开升降枢轴，指针便开始摆动。摆动幅度不宜太大或太小，最好在5~15刻度之间，否则可重新转动升降枢轴再行摆动，最初摆动由于振动关系可能不很正确，经2~3次摆动平稳后，按长摆法或短摆法测定零点。

短摆法即指针往复摆动一次两端所指数值的中间值就是零点。

长摆法：当指针摆动平稳后，记取指针连续往复摆动的刻度数值，记录时一方取奇次，另一方取偶次。两边刻度数的平均值之和的平均值即为零点。

例如：记取指针的摆动连续读数为：

	左		右
	14.2	→	4.2
		↙	
	14.0	→	4.4
		↙	
	13.8		
平均值	14.0		4.3
零点 =	$\frac{14.0 + 4.3}{2} = 9.2$		

观察指针摆动情况时，必须坐在天平正前方，头部不要随针摆动而偏移。为了核对零点测定的正确性，需复测一次，并取其平均值作为零点。零点不一定恰在“10”处，但最好不要偏离二格以上（即应在8~12之间）。

载重时平衡点在测定方法与零点的测定方法完全相同。

凡带有空气阻尼器分析天平摆动停止较快，因此零点与平衡可以在指针停止摆动时由它所指出的位置直接读取。

（二）灵敏度

天平的灵敏度：在实用的意义上天平的灵敏度可以为天平处在平衡状态后，在梁臂一边增加一单位负重（一毫克）所引起指针在标尺上偏移的格数。在理论上每架天平的灵敏度都是一个常数，与载重量无关。但实际上载重量增加时，灵敏度会有所降低，通常要求载重量在1~200克时，灵敏度的变化不超过一刻度/毫克。

向上调节天平梁的重心，可使其灵敏度提高，但是过分提高天平的灵敏度会增加天平的不稳定性，使摆动周期过长，因而大大增加称量时间。一般对天平灵敏度的要求在2—4刻度/毫克即0.50~0.25毫克/刻度之间。必要时天平的灵敏度可以调节。

（1）空载时灵敏度的测定：是测定零点后在右臂上