

上海糧食系統技術革新資料匯編

糧 油 檢 驗

上海市糧食局編

科技衛生出版社

內 容 提 要

本書是上海糧食系統技術革命資料彙編之一。
內容主要介紹糧油檢驗方面的先進技術，其中包括糧食內蛋白質、淀粉、脂肪及水分等含量的測定，糧內隱蔽害蟲的檢查，醬油、飴糖、醬色、白酒的品質檢定等，都是上海糧食系統各單位行之有效的快速簡易方法，可供全國糧食管理、加工、檢驗部門，以及農業院校師生參考。

上海糧食系統技術革新資料彙編

糧 油 檢 驗

編 者 上海市糧食局

*

科 技 衛 生 出 版 社 出 版

(上海南京西路2004號)

上海市書刊出版業營業許可證出093號

上海市印刷六廠印刷 新華書店上海發行所總經售

*

開本 787×1092 1/32 印張 17/16 字數 30,000

1958年10月第1版 1959年1月第1版第2次印刷

印數 2,001—3,500

統一書號：16119·209

定價：(九)0.15元

目 录

第一部份：粮食成分的化验..... 1

1. 红外线快速测定粮食水分 1
2. 电烘箱 130° C 烘测粮食水分的时间 4
3. 蛋白质测定法—凯氏法 4
4. 直滴式脂肪测定法 9
5. 油脂快速测定法 10
6. 谷物中粗淀粉热滴定测定法 11
7. 改进的粗纤维测定法 15
8. 灰分高温快速测定法 16
9. 粮食总酸度快速测定法 17
10. 脂肪酸浸出测定法 20

第二部份：大米的检验..... 22

1. 大米留皮检验双染色法 22
2. 大米留皮检验碘酒染色法 22
3. 用碎米分离板检验碎米 23
4. 应用变色硅胶长期保存大米样品 24

第三部份：粮粒内隐蔽害虫的检验..... 25

1. 粮粒内隐蔽害虫染色检验法 26
2. 粮粒内隐蔽害虫灯光透视法 26

3. 粮粒内隐蔽害虫玻璃板檢驗法	27
第四部份：种籽发芽的快速测定	28
1. 麦类发芽快速测定法	28
2. 豆类发芽快速测定法	29
第五部份：酱油、飴糖、酱色、白酒的檢驗	30
1. 酱油总固形物快速测定法	30
2. 液体样品中脂肪抽出法	30
3. 应用 580 型“光电比色計”测定酱色色率法	31
4. 测定酱色色率法	32
5. 氨基酸快速滴定法	33
6. 飴糖水分快速测定法	33
7. 白酒含鉛快速测定法	34
第六部份：熏蒸药剂殘毒的測定	36
1. 粮食中氯化苦的殘毒测定法	36
2. 粮食中氰氢酸的殘毒测定—汞量法	39
3. 氯化苦純度的測定	41

第一部分 粮食成分的化验

(一) 红外线快速测定粮食水分

一、原理:

红外线是光线的一种,它的波长较红色光线为长;故称红外线,肉眼不能觉察。任何物体都能发射红外线,但在常温的物体发射得较少,高温的物体发射得较多。太阳中也有很多的红外线,应用红外线灯泡来产生红外线,是最方便的设备。

应用红外线测定粮食水分,实质上是利用不同的加热方法(即辐射能),使试样温度迅速上升,在短時間內得到干燥。红外线能以光的速度直接射到样品上转变成热,因此比之传导和对流方式传热要迅速得多。如果光的强度很大,可使样品在很短時間內烘干,但应用它测定粮食水分时,为了减少误差起见,时间不宜过短。

热能的传递方式有三种:传导、对流、辐射。通常在电烘箱中测定水分,热能的传递方式是传导和对流方式。用红外线测定水分,热能的传递方式是辐射。不同的热能传递方式决定了测定水分的速度。热能是物质运动形态之一,传导和对流方式都要依靠物质作传递的媒介。传导方式热自高温处通过物体向低温处传递,必须有温度差异;热的传递速度

視溫度差異程度、距離和物體本身的傳導能力而定。對流方式則是發生於流體（氣體、液體）內部，流體中較高溫度部分密度較小，在流體內部熱的上升，冷的下降。高溫度的流體含熱量較多，隨著流體的位移而發生熱量的位移。用電烘箱測定水分，熱的傳遞方式是傳導和對流二種方式相結合，由熱源（電熱絲）傳導給空氣，借空氣的對流或鼓風與試樣接觸，把試樣溫度升高蒸發水分，因此時間較長。輻射傳熱方法與上述二種不同，熱成為光波之一，即紅外線。它具有光線的性質，而不

需要其他物質作傳遞的媒介。當紅外線被物質吸收後，立即由光能變為熱能，在那裡吸收，便在那裡發熱，因此烘測的作用就大大提高。

二、儀器的構造：

用石棉紙與鉛皮做成15厘米直徑、25厘米高的圓筒作燈罩，這樣既能起



圖1 紅外線水分測定器

反光作用,并且也减少环境温度的影响。灯罩安置在灯座上,灯座高 3 厘米,周围与座面开有 1.5 厘米小孔以利空气流通。座面可安放 2×8 厘米的铝质烘样盒。烘样盒可从灯罩下部 5.5×11 厘米的小门中放入或取出。红外线灯泡用铁支架固定在一定的位置上,位置的高度随红外线灯泡产生的能量来决定。罩内固定一温度计,以利随时控制温度变化。

三、操作方法:

1. 开启电源,关闭灯座通气孔,预热 15 分钟,开启灯座通气孔,使灯罩内保持一定温度。

2. 取平均试样略多于 10 克加以磨碎,它的细度与电烘箱测定水分的细度同。

3. 称取空烘样盒重量(所有盒子事先可以将重量固定)加入磨碎样品 10 克,并将样品摊铺均匀。

4. 将盛有试样的烘样盒送入烘测。

5. 烘毕将烘样盒盖子盖好,移至天平上称重。

6. 计算:烘前重量减烘后重量再乘以 10,即样品的水分%。

四、操作中应注意事项:

1. 灯光焦点保持在灯座的中心。

2. 进行烘测时烘样盒放在灯座中心的定位圈中,防止误差。

3. 操作应敏捷正确。

4. 经常和电烘箱低温测定法校对。

5. 操作时应备带太阳眼镜以保护眼睛。

五、結論：

应用紅外線測定水份，具有測定迅速、使用方便、設備簡單、費用节省等优点。以紅外線測定水分只要烘測8~9分鐘，在10~12分鐘內就能獲得水分結果，故能提高工作效率，适应生产需要，且設備費用还不到电烘箱的十分之一，測定过程中耗电量也較节省。

(二) 电烘箱 130°C 烘測粮食水份的时间

根据 1956~1958 年 8 月的校对証明，应用电烘箱 130°C 烘測法与室温有关，室温的高低能造成烘測結果的偏高或偏低。因此，烘測时須随室温的升降而縮短或延长其烘測时间。同时粮种不同，在烘測时间上也应有所区别。不同粮种、不同室温的烘測时间如下：

稻谷，大米：

室温 20°C 以上烘 40 分鐘。

室温 10~20°C 烘 50 分鐘。

室温 10°C 以下烘 60 分鐘。

小麦，面粉，大麦，元麦，赤豆，綠豆，豌豆，蚕豆，玉米：

室温 30°C 以上烘 30 分鐘。

室温 20~30°C 烘 35 分鐘。

室温 20°C 以下烘 40 分鐘。

(三) 蛋白質測定法——凱氏法

一、原理：

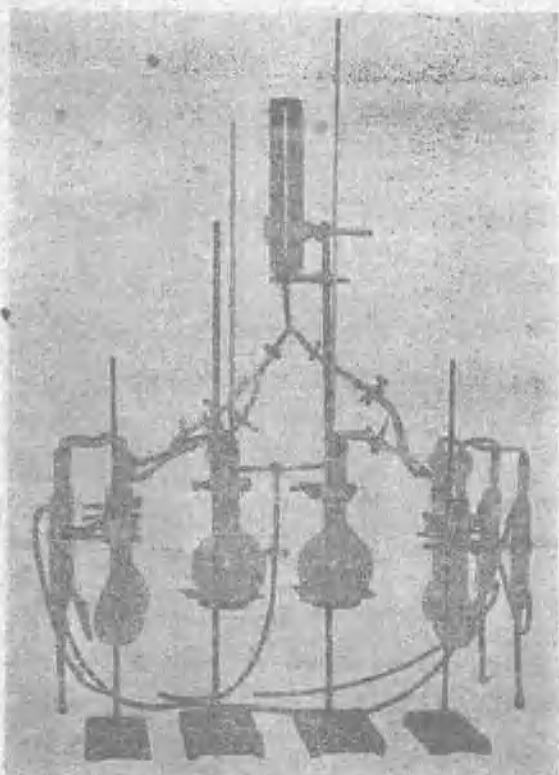
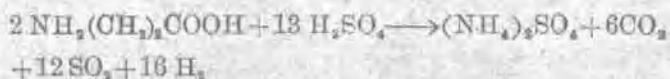


图2 蛋白质蒸馏架

本法系按凯氏法将蛋白质的氮素轉化成铵与硫酸化合成硫酸铵，然后测定铵量，由此而计算出氮素含量，再乘以一定的数值（普通为 6.25，麦类为 5.7）即得蛋白质，其化学反应如下：



二、优点:

用样少,消耗试剂少,加碱不损失钽,操作安全。

三、仪器:

(同时测定 4 个样品之需)

名 称	規 格	数 量
凱氏燒瓶	250 毫升	8
三角瓶	150~200 毫升	8
滴定管	25 毫升	2
刻度吸管	10 毫升	1
小漏斗	40 毫米	8
消化架		1
蒸餾裝置(包括圓底燒瓶、氮氣球、冷凝管等)		1

四、試藥:

1. 硫酸鉀 $[K_2SO_4]$ 化学純粹。

2. 硫酸銅 $[CuSO_4]$ 化学純粹。

3. 硫酸鉀与硫酸銅的混合粉: 取硫酸鉀与硫酸銅以 100:7 的比例磨細混勻。

4. 硫酸 $[H_2SO_4]$: 比重 1.84。

5. 0.1 N 硫酸溶液: 取化学純濃硫酸 2.8 毫升, 稀釋至 1000 毫升, 翌日用标准氫氧化鈉标定之, 計算公式:

$$\text{硫酸溶液} - N = \frac{\text{标准氫氧化鈉} - N \times \text{标准氫氧化鈉毫升数}}{\text{硫酸液的毫升数}}$$

6. 0.1 N 氫氧化鈉溶液: 取 4.5 克純氫氧化鈉, 使溶解并以水稀釋至 1000 毫升, 翌日, 用苯二甲酸氫鉀标定之。

精确称取苯二甲酸氢钾 0.5 克左右放入三角瓶中，加 30 毫升蒸馏水，加微热溶解，待冷却后，加甲基红指示剂 3~5 滴，用氢氧化钠溶液滴至黄色，计算公式：

$$\text{氢氧化钠溶液 } N = \frac{\text{苯二甲酸氢钾量}}{0.204 \times \text{所用氢氧化钠溶液毫升数}}$$

7. 40% 氢氧化钠溶液 [NaOH]：取氢氧化钠 40 克用蒸馏水溶解，稀释至 100 毫升。

8. 甲基红指示剂：取 0.01 克指示剂溶于 30 毫升 95% 的酒精中，并用蒸馏水稀释到 50 毫升，在棕色的玻璃瓶中保存之。

五、操作：

1. 称样：取磨细的试样 0.5 克左右于试管中，在分析天平上称重，将试管倒入 250 毫升凯氏烧瓶中，再称倒出试样的试管，二次称量的差数即试样重量。

2. 消化：在已盛置样品的凯氏烧瓶中加入硫酸钾与硫酸铜的混合粉 3 克及浓硫酸 7 毫升，轻轻摇动烧瓶以混和内容物，移凯氏烧瓶至消化架上，瓶口盖以直径 40 毫米的玻璃漏斗，小心地用小火加热。当泡沫消失后，火力可适当加大，使硫酸保持均匀沸腾，如见瓶的内壁附有焦化物质，瓶内液体呈透明的浅绿色时，可轻轻摇动烧瓶中内容物或加入少量硫酸冲洗。当瓶中液体完全透明呈浅绿色至浅蓝色且无黄色暗影时，再继续煮沸 10 分钟左右，消化即告完成。

3. 蒸馏：消化完成后，待冷加蒸馏水 50 毫升稀释之，移置蒸馏架上，在冷凝器下端用 150 毫升三角瓶作接受器，瓶中注入 20 毫升 0.1N 硫酸溶液（或盐酸溶液），冷凝器接管的管

口須浸入三角瓶內的液体中,然后在凱氏瓶中加入 40% 氫氧化鈉溶液,直至有天藍色的氫氧化銅沉淀出現为止(約需氫氧化鈉溶液 30 毫升),开启冷凝器的水源,加热蒸汽发生瓶,使蒸汽通入凱氏燒瓶,待三角瓶中液体增至 80 毫升左右,蒸餾即可停止,放下三角瓶,用水冲洗接管,以免酸的損失。

4. 滴定: 于三角瓶(接受器)內加入 3~4 滴甲基紅作指示剂,用 0.1N 氫氧化鈉溶液滴定过量的酸至变黄色为止。

5. 計算:

$$\text{氮}\% = \frac{(\text{空白所需氫氧化鈉量} - \text{試样所需氫氧化鈉量}) \times \text{氫氧化鈉} - N \times 0.0014}{\text{样品干重}} \times 100$$

蛋白質% = 氮 $\times$ 6.25 (麦类則为 5.7)。

四、注意事項:

1. 凱氏燒瓶須干燥,以免試样粘于瓶壁,如果已粘附其上,即在加硫酸时将粘着試料洗下。

2. 消化时应使凱氏燒瓶斜放,避免使瓶頸受热,此瓶頸即作为空气冷凝器之用。

3. 硫酸的沸腾不应过于剧烈,使硫酸蒸汽能在瓶頸上凝結下来,蒸发出去的必須不是硫酸,而只是分解后的产物 H_2O 、 CO_2 及 SO_2 。

4. 为了正确証实蒸餾时氮的分离是否完全,可用紅色石蕊試紙試驗蒸餾液有无硷性,直至試紙不变色时,始可停止蒸餾。

5. 滴定所用的指示剂須在滴定时加入,因为指示剂加入

時間过长会影响指示作用。

(四) 直滴式脂肪测定法

一、原理：利用乙醚作溶剂，采用直滴式脂肪浸抽器浸抽脂肪，增加溶剂循环，提高浸抽管温度，从而縮短测定油料含油率的时间。

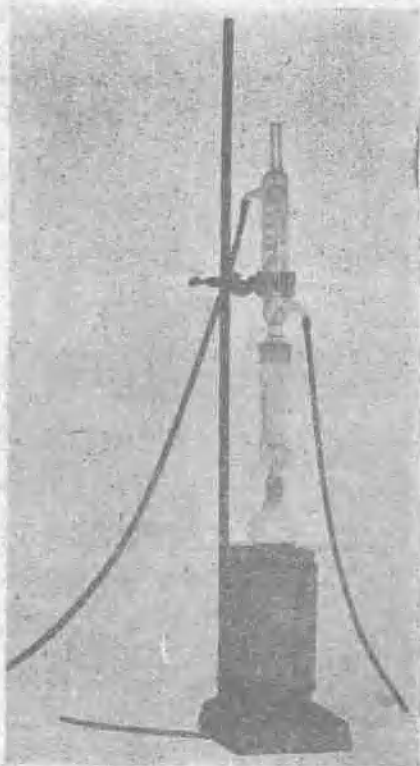


图3 直滴式脂肪浸抽器

二、优点 减少溶剂用量，缩短浸抽时间，减少溶剂损耗，简化操作。

三、操作：称取磨碎样品约5克，用滤纸包裹，放入浸抽管中，加热浸抽，溶剂一般用乙醚40毫升(100毫升浸抽瓶)。如黄豆浸抽4小时，花生仁浸抽4~5小时，芝麻、菜籽、棉籽浸抽8小时，较回流式脂肪浸抽器缩短1/2至1/3时间。

(五) 油脂快速测定法

以石油醚代替乙醚，以洗滌代替浸抽的快速测定法，可使原来浸抽时间4~8小时缩短到5~8分钟。操作过程：

以三号滤片的10毫升玻璃滤器与50毫升三角烧瓶各一只，作成吸滤洗滌装置。



图4 洗滌吸滤装置

取初步磨细混匀的试样0.3~0.5克置玛瑙或玻璃研钵中，再加入洁净的石英砂2克和无水硫酸钠2克，一并研磨3分钟后，移入玻璃滤器中，上面盖以脱脂棉花少许，然后分次加入石油醚，每次3毫升，并用抽水泵吸滤。洗滌次数视样品含油量高低而异，以大豆为例，洗滌5~6次即可。

洗滌毕，将三角烧瓶内石油醚回收，瓶中残留的脂肪移

入100°C烘箱中烘至恒重,冷却后,称重计算,即得该样品脂肪含量。

[注]:石油醚沸点为60~90°C

(六) 谷物中粗淀粉热滴定测定法

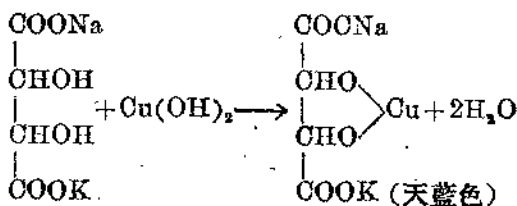
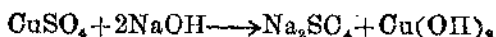
一、原理:

1. 淀粉加酸水解时生成葡萄糖

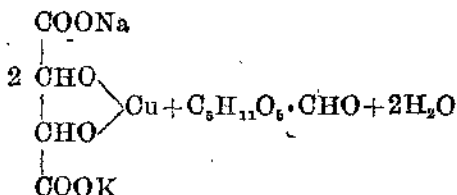


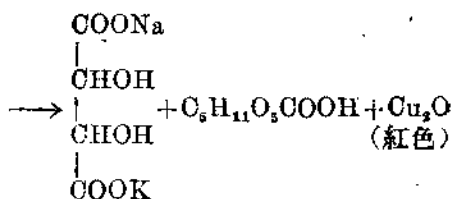
2. 葡萄糖在碱性溶液中能将铜盐还原成氧化亚铜(红色沉淀),其反应如下:

(1) 当斐林液A与B混合时



(2) 此液与葡萄糖液共煮时:





(3) 加入四甲基藍作为終点指示剂,其理由是:

在碱性溶液中,四甲基藍可被葡萄糖还原成无色,但因銅的氧化力比它强,故在沸騰的斐林氏溶液全被葡萄糖液还原后,再滴入一滴糖液才可使四甲基藍还原为无色,由此即知作用的終点,因而它可作为終点指示剂。

二、仪器: 同时测定 2 个样品所需之仪器。

名 称	規 格	数量
三角烧瓶	500 毫升	4
回流冷凝管	30 厘米	4
量筒	500 毫升	1
量筒	20 毫升	3
滴定管(碱液管)	50 毫升	1
滴定管(酸液管)	25 毫升	1
容量瓶	500 毫升	5
漏斗	10 厘米(直徑)	4
烧杯	50 毫升	8
表面皿	5 厘米(直徑)	8
移液管	5 毫升	2
水浴器		4

三、試剂的配备:

1. 2.5%盐酸溶液:取比重 1.19 盐酸 20 毫升稀釋至300 毫升。

2. 斐林氏溶液 A:取純硫酸銅($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)34.639 克稀釋至 500 毫升容量瓶中過濾后备用。

3. 斐林氏溶液 B:取純酒石酸鉀鈉($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 173 克及純氫氧化鈉 50 克同溶于蒸餾水中,稀釋至 500 毫升,在容量瓶中靜置 2 日后备用。

4. 1%四甲基藍指示剂:取 1 克四甲基藍 $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCl} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 溶解于 100 毫升容量瓶中過濾后备用。

5. 20%氫氧化鈉:取 200 克氫氧化鈉(NaOH)溶解于煮沸后冷却的蒸餾水中,稀釋至 1 升。

6. 醋鉛澄清剂:取中性醋酸鉛 [$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] 300 克及一氧化鉛 (PbO) 100 克以微量蒸餾水置于有盖之錐形瓶中,放在水浴內加熱溶解至混合物由黃色轉變白色或微紅色为止。再逐漸加煮沸的热蒸餾水,至 500 毫升为止,靜置 1 日,澄清過濾后备用。

7. 硫酸鈉飽和溶液:取 16.5 克硫酸鈉($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 毫升容量瓶中备用。

8. 葡萄糖溶液:取純葡萄糖 2 克左右溶于 500 毫升容量瓶中。

四、标定斐林氏溶液濃度:

1. 預备标定:吸取斐林氏溶液 A 与 B 各 5 毫升放入 50 毫升燒杯中,加玻璃珠 2 顆(燒沸后玻璃珠跳動代替攪拌作用)