

国际标准常规分析方法大全

周同惠 主编

科学出版社

国际标准常规分析方法大全

周同惠 主编

科学出版社

1998

内 容 简 介

本书收入的方法均由科学家经过严格程序的筛选和复核,方法先进、可靠,精密度高,准确性好,实用性强。

全书包括 1800 多种分析方法,详细介绍乳制品、肉和蛋制品、咖啡和茶、色素、香料、鱼和海产品、谷物、维生素和其他营养物、化妆品、药物、动物饲料、法检、消毒剂、危险品等的分析方法,是一部实用工具书。

本书可供从事化工、食品卫生、医药、商检、法医、畜牧、农林、环保、建筑等各部门的分析工作者及高等院校相关专业的师生使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

国际标准常规分析方法大全/周同惠主编. -北京:科学出版社,1998.1
ISBN 7-03-005162-9

I. 国… II. 周… III. 分析方法-手册 IV. N34-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (98) 第 00792 号

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码: 100717

中国科学院印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1998 年 6 月第 一 版 开本: 787 × 1092 1/16

1998 年 6 月第一次印刷 印张: 90 3/4

印数: 1—2 800 字数: 2 137 000

定价: 180.00 元

《国际标准常规分析方法大全》编委名单

主 编 周同惠

副主编 常文保 莫述诚

编 委 (按姓氏笔画为序)

马 琳	王 杉	王文江	王北文	王克欧	王慕邹
王镇棟	叶宪曾	丛培君	孙绍芹	李元宗	李克安
李树人	李素芝	杨 屹	杨福良	何 铮	余少文
辛无明	辛明秀	宏育龙	张 文	张 莹	张英娥
张国麟	张临夏	张新祥	陈 山	陈小兰	陈祖福
邵光均	帖建科	周天泽	周同惠	赵 珺	赵凤林
胡 萍	段小青	洪 洞	莫述成	陶荣达	黄照柏
黄玉树	曹相九	常文保	梁崇誌	董 颖	谢 伟
操时杰	操 伟				

编者的话

美国“分析家协会正式分析方法”(Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists),是由美国分析化学家协会编辑出版的一部有关食品、药物、肥料、水质、饲料、法医与毒品的“分析方法大全”,简称“AOAC 分析法”。美国分析化学家协会研究、改进和审定的分析方法,首先要在分析化学家会刊上发表,经过一年左右的时间由其他分析人员验证,并进行必要的修改才能正式收入。由此可见,该书收入的方法,均是相当准确、可靠的方法,为各国分析化学家和检验机构所公认。

本编委会集分析化学界同仁数十人,他们来自北京大学化学系、生物系、中国医科院药物所、中国预防医学科学院食品卫生所、中国科学院生态中心、北京市化工研究院、北京化工大学、北京师范大学、北京轻工业学院、天津大学等十余个单位,大家一致认定将该书介绍给我国从事食品分析、环保分析、医药分析、商品检验、临床分析等部门的分析工作者十分必要,它无疑是一部非常实用的工具书。结合我国国情,我们对该书进行了编译,经过大家多年的艰苦努力,终于如愿以偿。我们相信该书的出版对提高我国的分析测试水平,保证工农业产品质量,促进大众健康,必将起到积极作用。

本书编译过程中,得到了北大出版社编审孙德中先生的大力帮助和支持,科学出版社张英娥同志为编辑此书花费了大量心血和劳动,我们向他们表示深切的感谢。

由于该书篇幅巨大,参加编译人员众多,加之受英语水平和中文表达能力的限制,存在不少缺点和错误,敬请各位同仁批评指正。

目 录

第一章 香料和其他调味品	1
第二章 食用香料	18
第三章 发酵粉和发酵化学品	50
第四章 咖啡和茶	58
第五章 可可豆及其制品	67
第六章 明胶, 甜食用原料和混合料	86
第七章 酒类	89
第八章 饮料: 酒类	115
第九章 饮料: 非酒精和浓缩饮料	135
第十章 麦芽饮料和酿酒原料	143
第十一章 色素添加剂	194
第十二章 食品添加剂: 直接法	229
第十三章 食品添加剂 (间接引入的)	269
第十四章 食品中痕量级金属和其它元素	281
第十五章 蛋和蛋制品	346
第十六章 肉和肉制品	364
第十七章 鱼和其他海产品	384
第十八章 乳制品	427
第十九章 糖及糖产品	491
第二十章 水果及水果制品	546
第二十一章 坚果和坚果制品	576
第二十二章 加工过的蔬菜制品	579
第二十三章 谷物	599
第二十四章 微生物和其他营养物	641
第二十五章 化妆品	761
第二十六章 水和盐	777
第二十七章 油和脂肪	821
第二十八章 动物饲料	867
第二十九章 动物组织中的药物和饲料添加剂	903

第三十章 兽医毒物分析·····	923
第三十一章 农用石灰物质·····	928
第三十二章 农药成分·····	940
第三十三章 肥料·····	983
第三十四章 植物·····	1013
第三十五章 农药和工业的化学残留物·····	1036
第三十六章 饲料中的药物·····	1058
第三十七章 微量化学法·····	1089
第三十八章 危险物质·····	1105
第三十九章 放射性物质·····	1114
第四十章 法医科学·····	1127
第四十一章 微生物学方法·····	1133
第四十二章 药物(一)·····	1187
第四十三章 药物(二)·····	1214
第四十四章 药物(三)·····	1306
第四十五章 消毒剂·····	1313
第四十六章 天然毒物·····	1328
第四十七章 外来杂质的分离与检测·····	1345
附录 I 标准溶液·····	1421
附录 II 实验室安全·····	1433
附录 III 符号说明及换算关系·····	1442

第一章 香料和其他调味品

1-1 香料

样品制备步骤

研磨样品使其通过直径为 1mm 的圆孔筛子,并将样品彻底混合。因为绝大多数的香料不均匀容易分层,所以在称出用以分析的部分时必须十分小心。将物料充分搅拌后,使用容量为 2g 的匙称出 2g 样品。从原料的中心将匙浸入,仔细地取出大致所要求的量以免再在天平盘中增减。采用淀粉酶方法测定香料中的淀粉,然后尽可能磨碎样品使其成为极细的粉末状态。

1-2 香料中的色素(可提取的)

分光光度法

(适用于辣椒及含油树脂的辣椒粉)

A. 仪器及试剂

(a) 分光光度计——能够在 460nm 处精确测量吸光度,附有 1cm 具塞比色皿。

(b) 玻璃参比标准——在 465nm 处由 NIST 规定的吸光度在 0.4—0.6 范围内的玻璃滤光片。

B. 测定

(a) 辣椒——研磨辣椒使通过 18 号筛。将准确称取的含 70—100mg 磨碎的辣椒置于 100ml 容量瓶中,用丙酮冲稀到刻度,塞紧。振荡容量瓶,在室温下于暗处放置 16h。再次振荡容量瓶,放置 2min 使颗粒沉降。用 10ml 移液管吸取部分提取液到光度计的比色皿中。

在 460nm 处用丙酮作空白,测定样品的吸光度。在 465nm 处测定 NIST 标准滤光片的吸光度。

(b) 含油树脂的辣椒粉——称取 70—100mg 样品,精确至 0.1mg,转移到 100ml 容量瓶中,用丙酮冲稀至刻度,振荡,静置 2min。用移液管吸取 10ml 提取液,移至另一个 100ml 容量瓶中,用丙酮冲稀到刻度、振荡。将部分溶液转移到比色皿中,用丙酮作参比在 460nm 处测定吸光度。

C. 计算

为了校正仪器及比色皿的变化,计算校正因子, I_t = 滤光片在 465nm 处由 NIST 标准确定的 A 值/NIST 标准在 465nm 处实测的 A 值。每次开启光度计时,要重新测定 I_t 。 A 的范围应为 0.30—0.70。如果 A 大于 0.70 就用丙酮稀释至原浓度的 1/2。若 A 小于 0.30,就弃去提取物,然后提取更多量的样品。

辣椒的 ASTA 色素值 = $[(A_{\text{ext}}^{460\text{nm}}) \times (16.4 I_t)] / \text{样品克数}$

含油树脂辣椒的 ASTA 色素值 = $[A_{\text{ext}}^{460\text{nm}} \times (164 I_t)] / \text{样品克数}$

16.4 与 164 是转换成美国香料贸易协会 (ASTA) 色素值的换算因子。

1-3 香料的含水量

用铬酸溶液清洗蒸馏管接受器和冷凝器，28-4A，用水彻底冲洗，然后用约 0.5N KOH 的酒精溶液洗涤，沥干 10min。在洗净之前，从冷凝管除去连接活塞，保持活塞干燥。将 40g 香料放入蒸馏烧瓶中，以下按 28-4B 进行。

1-4 香料中的水分

蒸馏法

A. 仪器

用 Bidwell-Sterling 型 5ml 容量的湿度接收器将 500 或 1000ml 短颈圆底烧瓶连接到 400mm 西式冷凝器上，用铬酸洗液清洗蒸馏管接收器和冷凝器，再用水充分淋洗，最后用 0.5N KOH 的酒精溶液淋洗，沥干 10min。如果 KOH 的酒精溶液中含有碳酸盐，再用酒精洗一下。为校正接收器，和 100ml 溶剂一起蒸馏 1 ± 0.01 ml 水进接收器，冷却；重复这一操作直到校正完毕。

B. 试剂

(a) 甲苯——用于大多数香料。

(b) 己烷——用于辣椒、洋葱、大蒜和其他含有大量糖分的香料。

C. 测定

将 40g 香料（或足以产生 2—5ml 水的香料）放入蒸馏瓶中，加入足量溶剂以完全淹没样品（绝对不能少于 75ml）。通过冷凝器顶部向接收管倒入溶剂，在冷凝器顶部轻轻地塞上棉花塞以防止管中空气的冷凝作用。煮沸，以约 2 滴/s 的速度慢慢蒸馏，直到大部分水分蒸馏出来，然后增加蒸馏速度到 4 滴/s。直到隔 15min 的相邻两次读数不再改变。将聚集在冷凝器内的水用刷子或线圈全部赶出，再用约 5ml 甲苯仔细淋洗冷凝器。继续蒸馏 3—5min。将接收管放在空气或浸在水中冷却至室温（约 25℃）。现在溶剂和水层清晰地分开了。如果未清晰分层，应静置到清晰分层。读取水的体积，准确到 0.01ml，计算百分含量。

1-5 香料中的灰分

重量法

A. 测定

(a) 绝大多数香料——在平底碟中准确称取大约 2g 样品，最好使用铂碟。将铂碟置于敞开的炉口处，这样，样品可以在不着火的情况下冒完烟。将灰烬置于 550℃ 的炉内 30min，用几滴水分散开灰烬，仔细蒸发至干，再于炉内加热 30min。如果刚才的湿润状态显示灰烬中无碳，将碟移入装有新鲜有效的干燥剂（硫酸）的干燥器内，冷却至室温，尽快称重。如果刚才的湿润状态显示灰烬中有碳，则重复湿润和加热直到无碳粒为止；碳消失后再加热 30min。如果仍有碳，可用热 H_2O 滤取，用定量滤纸过滤，彻底洗涤滤纸，将滤纸及内容物转移至灰化碟中，干燥，于 550℃ 灼烧直到灰烬呈白色。冷却灰化碟，加入滤液，在蒸气浴上蒸发至干，然后于炉内加热 30min。冷却，称重如前。

(b) 肉豆蔻，肉豆蔻种衣，姜，丁香——操作如 (a)，但加热温度为 600℃。

(c) 芥末粒或芥末粉——灼烧如 (a)，并于 550℃ 加热 30min。用热 H_2O 浸取灰烬，过滤，彻底洗涤。将滤纸及内容物转移至灰化碟中，干燥，并于炉内加热 30min。取出灰化碟，冷却，加 5—10 滴 HNO_3 ，蒸发至干，在炉内加热 30min。重复加 HNO_3 和加热的处理步骤，直到剩余物呈白色。加入滤液，蒸发至干，并于炉内加热 30min。冷却，称重如 (a)。

B. 可溶性及不溶性灰分

使用 A 获得的灰分操作如 19-5D。

C. 不溶于酸的灰分

将 B 中所得的不溶于 H_2O 的残余物或 A 中的全部灰分置于 25ml HCl (2+5) 中，煮沸 5min，用表玻璃覆盖平底碟以防止飞溅，在古氏漏斗或无灰滤纸中收集不溶物，用热水淋洗直至流出液无酸性为止，灼烧至无碳，冷却，称重。

D. 灰分中的钙

按 A，灼烧 2—4g 样品，用热 HCl (2+5) 煮解，蒸发至干，用稀盐酸湿润干燥的剩余物，重新蒸干使 SiO_2 不溶，用 5—10ml HCl 处理剩余物，加约 50ml H_2O ，置于水浴上数分钟，过滤，用热 H_2O 冲洗不溶剩余物。将滤出液及洗出液混合在一起按 34-6 测定 CaO 。

1-6 香料中的二氯甲烷提取物

重量法

在连续提取器中用二氯甲烷提取 2g 粉末状物质 20h，转移提取物至称量过的容器中，使其在室温下蒸发。保存于 H_2SO_4 上方 18h，称量全部的二氯甲烷 (CH_2Cl_2) 提取物。加热提取物，逐渐升温至 110℃，加热至重量不再减少为止，失去的重量是挥发性二氯甲烷提取物，残余物为非挥发性二氯甲烷提取物。

1-7 香料的乙醇提取物

重量法

将 2g 样品置于 100ml 容量瓶中，用乙醇冲稀至刻度。塞好塞子，在 8h 中每隔 30min 振荡一次，然后静置 16h 以上。在干滤纸上过滤提取物，在水浴上，于平底碟中将 50ml 滤液蒸发至干，于 110℃ 加热至恒重。

1-8 香料中的铜还原性物质

直接水解方法

用 5 份 10ml 乙醚在过滤器上提取 4g 样品。该过滤器能彻底保留住最小的淀粉粒。使乙醚从残余物中挥发出去，然后用 150ml 乙醇冲洗残余物，每次用 10%。

为了避免用水或稀的乙醇冲洗产生的胶状物质阻塞滤纸，可省去山扁豆芽和肉桂的初洗。

用 200ml 水仔细将残余物从纸上冲入 500ml 烧瓶中，冲洗过程中可使用小洗瓶并且用指尖轻轻擦试滤纸。水解并按 3-11A 方法测定铜还原性物质。测定结果以淀粉表示。

1-9 丁香和药椒中的丹宁

滴定法

A. 试剂

(a) 草酸溶液——0.1N。1ml=0.006235g 栎丹宁酸或 0.008g 吸收的氧。

(b) KMnO_4 标准溶液——溶解 1.333g KMnO_4 于 1L H_2O 中并用 (a) 配制的溶液进行标定。

(c) 靛蓝溶液——加热使 6g 靛蓝二磺酸钠溶于 500ml H_2O 中，冷却，加入 50ml H_2SO_4 。稀至 1L，过滤。

B. 测定

用无水乙醚萃取 2g 样品 20h。用 300ml H_2O 与残余物共沸 2h，冷却，冲稀至 500ml，过滤。量取 25ml 此浸取液置于 2L 的瓷盘内；加 20ml 靛蓝溶液和 750ml 水。加入标准 KMnO_4 溶液，每次 1ml，直到蓝色的溶液变成绿色；然后每次加几滴直至溶液变为金黄色。同样地滴定 20ml 靛蓝和 750ml H_2O 的混合溶液，将 2 次滴定的差值乘以相应的因子，换算成栎丹宁酸或吸收氧。

1-10 香料中的挥发性油

A. 仪器

(a) 挥发性油阱——带 S 接头的油阱。(1) 用于密度接近或小于 H_2O 的油；(2) 用于密度大于 H_2O 的油（见图 1-1）。

(b) 带电磁搅拌器的烧瓶——1L 圆底烧瓶，短颈，带 S 29/42 接头，大负荷电磁搅拌器带有蛋形搅棒。

B. 测定

按 1-1 准备样品，但要使用 20 号筛。在研磨中要仔细以防止由于研磨生热导致挥发性油的损失。

转移足以得到 2—4ml 挥发性油的称量过的样品至 1L 烧瓶中，加 H_2O 至烧瓶的一半。放入搅棒，将烧瓶放在置于电磁搅拌器之上的加热罩内，加入防泡剂，体积象豌豆粒那样的大小。在使用和往阱中注入 H_2O 以前用铬酸溶液清洗阱和冷凝器。安装装置，使得冷凝液不直接落在阱内液体表面上，而是沿壁流下。起动搅拌器和加热罩，通过可调变压器控制电压在 90V 左右 ($\leq 3\text{A}$)。

如果油分离后处于阱的带刻度的部分或是粘在壁上，从冷凝器的顶部加入几滴饱和的水溶性洗涤剂。如果必要的话（一般情况下只要一次就够了），重复进行。加入洗涤剂后，蒸馏 10min 将油从阱壁上洗下。当油的密度接近于 1 时，例如山扁豆中，或油在阱中分为两部分，例如肉豆蔻和香椒，准确加入 1ml 二甲苯到比水轻的油阱中。

蒸馏，以 1h 为间隔读数，到两个连续的读数无变化时停止蒸馏 ($\geq 6\text{h}$)，冷却，读出收集油的体积数。如果加入了二甲苯，减去它的体积，以 ml/100g 香料形式报告油量。

如果还要求进一步的检测，将油抽到玻璃塞试管或量筒中，从水层中分离出来。让油层静置直到清晰，或用少量的无水 Na_2SO_4 干燥，在测定其化学和物理性质以前要静置。存放在冰箱内。

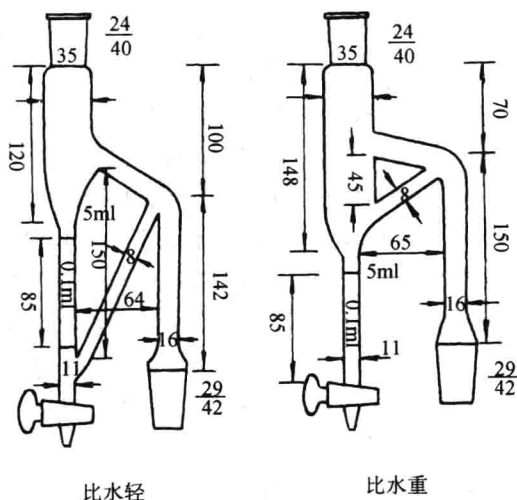


图 1-1 用于香料中挥发性油的油阱装置 (尺寸: mm)

C. 挥发性油中的丁香酚

用移液管量取 2ml 挥发性油, 置于巴布科克乳瓶中。加入 20ml 3% KOH 溶液、振荡混合 5min, 在沸水浴上加热 10min, 取下, 冷却至室温。当液体彻底分开时, 加入足量 KOH 溶液使残余油液处于瓶颈的刻度部分并记下体积数, 由样品的体积与残油体积的差值计算其体积百分数。

D. 姜中的挥发性油和树脂

将 50g 姜末置于索氏提取器中用乙醚充分提取约 4h, 转移提取物至 300ml 烧瓶中并于蒸气浴上蒸发乙醚直至检测不到溶剂为止。向残余物中加 50ml H_2O 并按 B 测定挥发性油的产量 (使用适用于密度比 H_2O 小的阱)。

将烧瓶中的残余物转移到分液漏斗中, 用乙醚提取树脂, 转移到已称重的烧杯中, 在蒸气浴上蒸发乙醚, 在真空干燥器中干燥至恒重。

1-11 芥菜籽中的挥发性油

A. 仪器及试剂

(a) 气相色谱仪——附有火焰离子化检测器。大致工作条件: 温度 ($^{\circ}C$) ——柱 145, 检测器 200, 进样器 160; 氮气流速 100ml/min。当注入 $8\mu l$ 标准溶液可获得 $\geq 10cm$ 的峰时, 可认为获得了最佳工作条件。

(b) 柱和填料—— $3.7m \times 4mm$ 内径, 涂有 5% 的 Carbowax 4000 的 Fluoropak 80, 20—40 目。

(c) 异硫氰酸烯丙酯标准溶液—— $30.5mg/100ml$, 用误差为 0.5% 的 $50\mu l$ 注射器量取 $30\mu l$ 异硫氰酸烯丙酯, 加到盛有 50ml 10% 乙醇溶液的 100ml 容量瓶中, 间歇振荡直至全部溶解, 用水冲稀到刻度。

B. 测定

磨碎 15g 以上的籽使通过 20 号筛,立即称取 6.0g,装入 300ml 锥形瓶中,加入 150ml 5% 的乙醇,塞紧塞子,在 37℃ 水浴中电磁搅拌 90 ± 5 min。

(a) 气相色谱法——蒸馏出约 70ml 溶液,收集于装有 20ml 5% 酒精的 100ml 容量瓶中,小心地使冷凝器的末端浸入液面以下。用 H_2O 稀释到刻度。进样 4—10 μ l 到气相色谱仪中,比较样品产生的峰高与相同体积标准溶液产生的峰高。

(b) 滴定法——蒸馏出大约 60ml 溶液,收集于装有 10ml NH_4OH (1+2) 的 100ml 容量瓶中,小心地使冷凝器的末端浸入液面以下。加 20ml 0.1N $AgNO_3$ 至馏出液中,让其静置过夜。在水浴上加热至沸(在安全罩后煮沸),使 Ag_2S 凝聚,冷却,用 H_2O 稀至 100ml,过滤。用大约 5ml HNO_3 酸化 50ml 滤液,用 0.1N NH_4SCN 滴定,使用 5ml 10% $Fe(NH_4)(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 溶液作指示剂。1ml 0.1N $AgNO_3 = 0.004958g$ 异硫氰酸烯丙酯。

注意:在弃掉 Ag_2S 和滤纸以前,应使用 25ml 溶于 1N $NaOH$ 中的 1N $Na_2S_2O_3$ 处理。

1-12 香料中的掺杂物

A. 概述

香料中的原质植物性掺杂物可以用显微镜很好地检测出来,了解植物组织学和香料的显微外观及香料掺杂物的一般知识是必要的。

B. 试剂

(a) 酸化的水合氯醛-甘油溶液——在 25ml HCl (1+8) 和 10ml 甘油中溶解 45g 水合氯醛晶体。

(b) 水合氯醛溶液——按重量比将 8 份水合氯醛晶体溶解于 5 份 H_2O 中。

(c) 醋酸铁或二氯化铁溶液——制备新鲜的 1% 的水溶液。

(d) 碘-碘化钾溶液(碘溶液)——溶解 0.5g 碘和 1.5g KI 于很小量的 H_2O 中,稀释到 25ml。

(e) 碘-碘化钾的 $ZnCl_2$ 溶液——在具玻璃塞的瓶中溶解 100g $ZnCl_2$ 于 60ml H_2O 中,加入 20g KI 和 0.5g 碘,瓶内要保留少量碘晶体以保证溶液饱和,使用前溶液需静置几小时。溶液可以保存数月。如果在组织中显示过深的蓝色,可稍加稀释。

(f) 米隆试剂——在温热下,以重量计将 1 份汞溶于 2 份 HNO_3 ,用 2 体积 H_2O 稀释,混合,放置过夜,倾析出上清液。溶液中含有 $Hg(NO_3)_2$ 、 $HgNO_3$ 、 HNO_3 和一些 HNO_2 。存于具玻璃塞的瓶中。

(g) $KClO_3$ 浸渍液——将 0.5g $KClO_3$ 与所需的 50ml HNO_3 (1+1) 混合。

(h) KOH 溶液——将 5g KOH 溶解于 H_2O 中并稀至 100ml。

(i) 苏丹 IV 饱和酒精溶液——大约 0.09%。

C. 仪器

(a) 大视野立体显微镜——对初步分离,具有大约 10—60 $\times$ 放大倍数的显微镜较为适用。

(b) 组合式显微镜——具有大约 100—400 $\times$ 放大倍数的显微镜。对专门的研究工作,

还要求具备目镜测微计、机械台、以及偏光显微镜。

(c) 筛子——系列标准筛从 10 到 100 号和 1mm 圆孔直径的筛子。

(d) 载片、表玻璃、针头、镊子等。

D. 样品的制备

在研钵中将一份样品研成细末，将另一份样品采用不同目数的筛子或放在一张纸上用振动的方法分成几个不同细度的等级。可疑的物质残片可以直接被裸眼看见或在简单显微镜下看见；这些残片应挑出在组合显微镜下进行下一步检验。

E. 检测

把少量粉末状样品放在 H_2O 中，在组合式显微镜下用普通光和偏振光进行检测，这提供了如物质的性质、辨别和鉴定淀粉小粒和各种组织的一般情况。在表玻璃的边缘滴一小滴 I-KI 溶液，将一小块滤纸放于表玻璃的另一边缘，将 I-KI 吸入到滤纸上，反复检测。淀粉小颗粒的颜色变成蓝色或蓝黑色；纤维素变成黄色；蛋白质变成棕色或黄色。

同样，在表玻璃下引入少量 KOH 溶液，再次检验。这种处理使淀粉粒胶凝、蛋白质溶解、脂肪皂化，以及别的原因使制品变得清洁。它还能把丹宁染成红色。如果这种处理还不能使组织变得令人满意的清晰，可用酸化的水合氯醛溶液处理新鲜样品一会儿，如有必要，稍稍加热；或者用水合氯醛处理几小时。还要检测在化学分析中获得的粗纤维，这种物质中的核细胞和其他组织均明显可见。

为了析出果核细胞、韧皮纤维以及其他厚壁细胞，在 $KClO_3$ 浸渍液中浸渍样品，改变 $KClO_3$ 和 HNO_3 的比例并加热足够长的时间以保证得到所需的结果。

为了能够将纤维素从渗滤的物质（如木质素、软木脂等）区别开来，向载片上的 H_2O 中加入新鲜制备的 I-KI 的 $ZnCl_2$ 溶液，纤维是蓝色的，渗滤的物质为黄色。

为了能从细胞成分中辨别出脂肪、油类、酯化油（挥发）、树脂、胶乳、蜡，可将少量组织置于载片上，加 2 滴苏丹 IV 溶液和 2 滴甘油或酸化的水合氯醛甘油溶液，慢慢加热；这些物质变为红色。用乙醚、石油醚或油精分别处理一份组织，乙醚和石油醚能溶解脂肪、油、酯化油、树脂、胶乳、蜡，酒精能溶解酯化油和树脂，但对脂肪、油、胶乳及蜡溶解较慢，甚至一点也不溶。

检验蛋白质时，在载片上滴入 Millon 试剂，小心使载片升温。蛋白质部分分解，逐渐变成砖红色。要研究糊粉（蛋白质）小粒的形状，它在一些植物中具有像淀粉小粒那样特征的形状，用纯甘油或油制备载片。

要检验丹宁和包含丹宁的组织，加入 $Fe(OAc)_3$ 或 $FeCl_3$ 溶液，两种试剂都使丹宁显绿色或蓝色，但 $Fe(OAc)_3$ 显色较慢，人们更喜欢使用它。

草酸钙晶体是通过它们的特征形状以及在偏振光下的特征来辨认的。为了将 CaC_2O_4 和 $CaCO_3$ 区别开来，用醋酸处理，草酸盐不溶于醋酸，但是碳酸盐溶于醋酸而起泡，两种物质均溶于盐酸。

粉末状的焦炭以及烧焦的外壳不受 KOH、水合氯醛以及 $KClO_3$ 浸渍液的漂白作用。

1-13 胡椒制品中的胡椒碱

分光光度法

A. 原理

用二氯乙烷提取胡椒碱,在最大吸收 342—345nm 测量紫外吸收。注:本法也可测定胡椒碱的其他异构体,它们可能存在于相关化合物中,例如胡椒亭和次胡椒酰胺,它们的吸收也在 340—345nm。

B. 仪器和试剂

(a) UV 分光光度计——附有 1cm 石英比色皿。

(b) 容量瓶——100ml,具塞,琥珀色。需用琥珀色容量瓶以减低胡椒碱在溶液中的光降解作用。

(c) 二氯乙烷——试剂级 1,2-二氯乙烷,稀释时,全部用此溶剂。

(d) 胡椒碱。

C. 吸光度因数的测定

称取 0.1000g 胡椒碱,放入 100ml 容量瓶,加入约 70ml $C_2H_4Cl_2$,振荡使溶解,稀至刻度。用移液管吸取 10ml,放入 100ml 容量瓶,稀至刻度。向 6 个 100ml 容量瓶中,分别加入 1,2,3,4,5 和 6ml,稀至刻度。用 $C_2H_4Cl_2$ 调节分光光度计的零吸收点,以 UV 光源于 342—345nm 相对于 $C_2H_4Cl_2$ 参比池测量各浓度溶液的吸光度。将各吸光度除以用于稀释到最后稀溶液的毫升数以将 A 转变成浓度,即 $1/10^6$ ($\mu g/L$)。取 6 个数值的平均值,此平均值的倒数即为使吸光度为 1.000 的胡椒碱的浓度 (mg/ml),此即因数 F 。

D. 步骤

(a) 黑胡椒和白胡椒——研磨使样品通过 30 目的 NIST 筛,混匀。准确称取 0.5g ($\pm 0.0001g$) 样品,转移到 125ml 锥形瓶,应避光。加入约 70ml $C_2H_4Cl_2$ 。回流并搅拌 1h,冷却至室温,通过滤纸定量滤进 100ml 容量瓶,将残余物转移到滤纸上,充分洗涤,稀至刻度。吸取 2ml 此溶液,放入 100ml 容量瓶,稀至刻度,在 342—345nm 最大吸收处测定 A 。

(b) 胡椒油——准确称取 1.0g ($\pm 0.0001g$) 充分混匀的样品,转入 100ml 容量瓶,用 $C_2H_4Cl_2$ 稀至刻度,充分振荡使全部溶解。用移液管吸取 10ml,放入 100ml 容量瓶,稀至刻度。吸取此溶液 1ml,放入 100ml 容量瓶,稀至刻度。在 342—345nm 最大吸收处测定 A 。

(c) 可溶性胡椒调味品——准确称取 2.0g ($\pm 0.0001g$) 样品,转入 100ml 容量瓶,加入约 70ml $C_2H_4Cl_2$,放置 20min,不时加以搅动,稀至刻度并放置一会儿。用移液管吸取 1ml,放入 100ml 容量瓶,稀至刻度。在 342—345nm 最大吸收处测定 A 。

E. 计算

$$\% \text{胡椒碱} = [(A_s \times F \times V) / (W_s \times 10^6)] \times 100$$

式中, A_s 为样品的吸光度; F 为由胡椒碱标准得到的因数; V 为稀溶液体积; W_s 为样品重, g。

1-14 精制芥末

样品的制备

将容器内的全部内容物转移到盘中，盘子要足够大，可以使全部物质充分拌匀。保存于带玻璃塞的瓶子中。在每次取样供分析之前要充分搅拌。

1-15 精制芥末中的固体

重量法

称取 5g 样品置于盛有约 5g 沙子的铂碟中，加少量 H_2O 并使样品在碟底分布均匀，置于蒸气浴上加热混合物至干，然后放在烘箱中于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热至恒重。

1-16 精制芥末中的氯化物总量

滴定法

从称量瓶中称取 3—4g 样品，置于 300ml 锥形烧瓶中，加入过量的 $0.1N\text{ AgNO}_3$ 标准溶液（通常 30ml 足够）。充分混合，加 15ml HNO_3 ，在电热板上加热至沸腾。向沸腾的混合物中加入 15ml 5% 的 $KMnO_4$ 溶液，每次 5ml，每次加完后要将烧杯旋转。加入约 50ml 水，并过滤到 200ml 容量瓶中，洗涤滤纸至无 $AgNO_3$ ，用 H_2O 稀至刻度，充分混合。用 $0.1N\text{ KSCN}$ 滴定 100ml 试样溶液，用 2ml 饱和的铁铵矾溶液作为指示剂，以 $NaCl$ 形式计算氯化物的量。

1-17 精制芥末的乙醚提取物

重量法

称 10g 样品放入 SiO_2 、Al 或瓷的干盘中，与约 30g 沙子混合。在水浴上加热混合物至干，然后放在烘箱中于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥。将团块研磨破碎。用无水乙醚在索氏提取器（带有单层筒套或其它致密筒套）提取 16h。在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥提取物 30min，冷却，称重。

1-18 精制芥末的酸度

滴定法

称 10g 样品置于 200ml 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀，用干燥滤纸过滤。用酚酞做指示剂，以 $0.1N$ 的强碱滴定 100ml 溶液，测出其酸度。以 $HOAc$ 形式表示结果。 $1\text{ml } 0.1N\text{ 碱} = 0.0060\text{g } HOAc$

1-19 精制芥末中的淀粉

A. 试剂

- (a) $CaCl_2$ 溶液——30g/100ml 溶液，碱度调整到 $0.01N$ 。
- (b) $NaOH$ 乙醇的溶液——70ml 乙醇与 30ml $0.1N\text{ NaOH}$ 混合在一起。
- (c) 碘-碘化钾——溶解 $2\text{g } I_2$ 和 $6\text{g } KI$ 于 100ml H_2O 中。

B. 测定

将 5g 精制的芥末放入 500ml 锥形瓶中，并用移液管加入 100ml $CaCl_2$ 溶液，轻轻旋

转烧瓶直至所有的团块破碎。计量加入 1N NaOH 溶液以中和精制芥末的酸性。加入玻璃珠。将回流冷凝器内部和塞子先用水湿润再控干 1min，然后将烧瓶连接到冷凝器上，缓慢加热（将烧瓶置于中央有孔的石棉板上）以避免开始的泡沫，沸腾 15min。

在连接冷凝器的情况下，用装有冷水的锅使烧瓶冷却至室温。取下烧瓶、塞紧，剧烈振荡。将内容物倒入离心瓶中，以 1500r/min 的转速离心 5min，尽可能多地将澄清的中间层（大约 75ml）吸出，然后用放有周长为 11cm、厚度约 5cm 的脱脂棉的 60°漏斗过滤。用移液管吸取 50ml 滤液放入第二个盛有 150ml 酒精的离心瓶中，塞好瓶口，剧烈振荡几分钟。以 1500r/min 的转速离心，直至澄清（约 5min）。

将清液从石棉垫上口倾析入 Caldwell 坩埚，使用抽滤，不要将淀粉转入坩埚，将石棉垫转到同一离心瓶中，把附在上面的微粒用 H₂O 冲入瓶内，放入几个玻璃珠，加水至约 100ml，塞紧，剧烈振荡，直至沉淀尽可能分散。加入稍过量的 I-KI 溶液（2—3ml）和 30ml 饱和 (NH₄)₂SO₄ 溶液，塞上塞子，振荡瓶子，将附在塞子上的微粒洗入瓶内，离心至清晰。

倾出上清液，利用抽滤使清液通过石棉垫进入 Caldwell 坩埚，加入 50ml NaOH 的乙醇溶液到离心瓶的沉淀上，塞紧，剧烈振荡，用 70% 的酒精清洗塞子，离心，如前那样用同一石棉垫倾出上层清液。重复用 NaOH 处理直到蓝色消失（通常 2—3 次即可）。不再离心，使用 70% 的乙醇将瓶内物转移到坩埚中。抽气，直至石棉垫变干；然后将垫转到 500ml 烧瓶中。用 10ml HCl（密度 1.1029）冲洗离心瓶及坩埚，然后每次用 10ml H₂O 冲洗，共 5 次，仔细地冲下所有附着的微粒。将 Kjeldahl 烧瓶装到冷凝器上，首先加入玻璃珠以减轻暴沸。置于中央带孔的石棉板上煮沸 1h，冷却，用 NaOH（1+1）（甲基橙）中和，过滤到 200ml 容量瓶中；充分淋洗烧瓶和过滤器，用 H₂O 冲稀至刻度。混匀，测定 50ml 溶液中的葡萄糖（费林溶液的空白应 ≤ 0.3mg）。

C. 计算

% 淀粉 = [葡萄糖克数 × 0.9 (100 + V + W) × 8] / 样品克数。其中 V = 中和酸所使用的 1N NaOH 的毫升数，W = 样品中提取的水的克数（从固体中算得）。

1-20 精制芥末中的纤维（粗）

称取 10g 样品，转移到盛有 50ml 乙醇的 250ml 培养瓶中，塞好，剧烈振荡。加入 40ml 乙醚，振荡，静置 5min，间歇振荡一下。离心，倾出乙醇-乙醚混合液。每次用 40ml 乙醚再处理两次以上，振荡，离心，倾出如前。将瓶子放置，不加热，让绝大部分乙醚挥发，用 200ml 沸腾的 H₂SO₄，28-20B (a) 把物质转移到 500ml 锥形瓶中，再按 28-20E 方法进行。但在干燥和称重以前用乙醚连续多次洗涤纤维。

也可以在小烧杯中用乙醇和乙醚处理试样，转移到硬化的 11cm 滤纸上，用乙醚洗几次。然后用 200ml 沸腾的 H₂SO₄ 转移到 500ml 锥形瓶中。

1-21 食物调味品

样品的制备

(a) 半固体和乳化的调味品——在移取任何样品进行分析之前，转移到适当的容器中，例如玻璃水果罐，其体积要大于样品的体积，用刮勺混匀（2—3min 就足够了）。如