

农业化学分析法

(下 册)

农业化学分析法

—AOAC 分析法—

(下 册)

美国农业化学家协会 編

本书譯者

(以章次为序,加*者兼总校閱)

徐宗稼*	汪时中	王 嶽	林公际	丁新騰
庄晚芳	叶兰生	楊济秋	朱潤生	夏寿萱
陶义訓	馬立人	甘景鎬	<u>岑如森</u>	朱淬礪
吳鈞和	胡宝箴	唐仲璣	張家炳	毛清猷

上海科学技术出版社

內 容 提 要

本书系根据《美国农业化学家协会核定的分析法》(简称“AOAC分析法”)1960年第九版譯出。全书凡四十三章。前三十章介紹农用石灰材料、肥料、苛性毒品、农药、农畜产品、水产品、飲料、調味品、营养輔助品、飼料、酶、化妆品、药品、顏料、水、矿物和盐类等分析方法;后数章介紹微量分析法、光譜分析法、放射性物质和标准溶液等。

本书内容广泛,所述各项分析方法都比較成熟和簡便。可供农业、畜牧和水产方面科学研究人員以及有关工业、医药、卫生和貿易等部門化驗工作人員参考。

本书分为上下两册出版。

OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS OF THE ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS

Association of Official Agricultural Chemists

9th Edit. 1960

农业化学分析法

——AOAC分析法——

(下 册)

徐宗祿 汪时中 王 嶽等 譯

上海科学技术出版社出版 (上海瑞金二路450号)

上海市书刊出版业营业許可証出098号

商务印书館上海厂印刷 新华书店上海发行所发行

开本860×1156 1/32 印張26 6/32 排版字數854,000

1966年4月第1版 1966年4月第1次印刷 印數1—3,000

統一書号 16119·541 定价(科六) 4.30 元

第二十八章 香料及其他調味品

香 料

28.001 样品的制备

磨碎样品,使能通过圆孔直径为 1 毫米的筛,并充分混和。大多数香料缺乏均匀性,而且容易成层,因此称取分析用样品时要特别小心。先充分搅和,然后称出样品 2 克。使用容量约 2 克的小匙,从物料中心部分盛出约计需要的分量,尽量避免在称盘上增减。当用淀粉糖化酶方法测定香料中淀粉含量时,还要再取出一部分副样品,尽可能磨成极细的粉末。

28.002 水 分^[1]

用 $K_2Cr_2O_7-H_2SO_4$ 混合物洗净 22.004 所介绍的蒸馏用管状接受器和冷凝器,用 H_2O 充分冲洗,再用约 0.5 N KOH 的乙醇溶液冲洗,最后沥干 10 分钟。洗滌前要拔出冷凝器的塞子,使它仍保持干燥。把 40 克香料放入蒸馏瓶中,按照 22.005 进行处理。

28.003 灰 分^[1]

(a) 对于大多数香料 在平底皿中(最好用 Pt 皿)准确称取样品约 2 克。置皿于开启的蒙孚炉入口处,使样品发烟而不着火。然后在蒙孚炉中于 550° 下灼烧 30 分钟,用 H_2O 几滴使灰分碎裂,细心蒸发至干,再在蒙孚炉中加热 30 分钟。假设前项润湿过程表明灰分不含碳,则把皿移放入貯有新鲜有效干燥剂[可用 H_2SO_4 或无水 $Mg(ClO_4)_2$]的干燥器中,冷却至室温,立即称重。假设在前项润湿过程中发现还有碳,应重复润湿和加热,直至看不到碳的黑点为止。在碳消失以后,再加热 30 分钟。假设碳仍存在,用热 H_2O 沥取灰分,以定量滤纸过滤。充分洗滌滤纸,把滤纸和内容物移

入灰化皿中，干燥，并在蒙煑炉中于 550° 下灼热至灰分完全呈白色。使皿冷却，加入滤液，在蒸汽浴上蒸干，并在蒙煑炉中加热 30 分钟。照前法冷却并称重。

(b) 对于肉豆蔻、肉豆蔻皮 (mace)、姜和丁香 按照(a)处理，但在 600° 下加热。

(c) 对于磨碎芥子或芥末 按照(a)灼烧，并在 550° 下加热 30 分钟；用热水漚取灰分，过滤，并充分洗涤。把滤纸和内容物移入灰化皿中，干燥，再在蒙煑炉中加热 30 分钟。然后取出皿，冷却，加入 HNO_3 5~10 滴，蒸发至干，在蒙煑炉中加热 30 分钟。重复 HNO_3 和加热处理直至灰分呈白色。加入滤液，蒸发至干，在蒙煑炉中加热 30 分钟。按(a)冷却并称重。

28.004 可溶性与不溶性灰分

按照 29.015 处理，使用 28.003 所得到的灰分。

28.005 不溶于酸的灰分

取 28.004 得到的水不溶性残留物，或 28.003 得到的全灰分，加入 HCl (1+2.5) 溶液 25 毫升，煮沸 5 分钟。用表玻璃盖住蒸发皿以防飞溅。收集不溶物于古氏坩埚或无灰滤纸中，用热 H_2O 洗涤至洗涤液不带酸性，灼烧至无碳存在，冷却，并称重。

28.006 灰分中的钙

按 28.003 灼烧样品 2~4 克，用热 HCl (1+2.5) 溶液消化，蒸发至干；用稀 HCl 润湿干燥的残留物，再蒸发至干，使 SiO_2 成为不溶性。再用 HCl 5~10 毫升处理残留物，加 H_2O 约 50 毫升，置水浴上几分钟，过滤，并用热 H_2O 洗涤不溶性残留物。按 6.011 测定合并的滤液和洗涤液中的 CaO 。

28.007 氮

按 2.036 进行处理。对黑的或白的胡椒要用样品 1 克。

28.008 非挥发性乙醚提取物中的氮

(适用于黑的或白的胡椒)

在連續提取器中用无水乙醚提取胡椒 10 克历 20 小时，收集提取物于

已称重的 250 毫升烧瓶中。把乙醚蒸发掉,先在 100° 下干燥,再在 110° 下干燥至最小重量。按 2 036 测定已称重的提取物中的 N,要在提取用的同一烧瓶中进行消化。粗胡椒碱 $= N \times 20.36$ 。

28.009 挥发性与非挥发性乙醚提取物^[2]

[不适用于测定含有高比例挥发油的香料(如丁香)]

的挥发性乙醚提取物]

在連續提取器中用无水乙醚提取磨碎物料 2 克历 20 小时。把所得乙醚溶液移入已称重的小皿中,让它在室温下蒸发。置 H_2SO_4 上干燥 18 小时,并称量全部乙醚提取物。逐渐加热提取物,然后在 110° 下加热至最小重量。损失的重量是挥发性的乙醚提取物,残留物则为非挥发性的乙醚提取物。

28.010 乙醇提取物^[3]

称取样品 2 克放入 100 毫升量瓶中,注入乙醇至标记。加塞,在 8 小时内每隔 30 分钟摇动一次,再静置 16 小时。用干燥滤纸过滤提取物,取滤液的整分 50 毫升放在平底蒸发皿中,置蒸汽浴上蒸发至干,并在 110° 下加热至最小重量。

28.011 用酸直接水解的铜还原物质^①

称取样品 4 克,置于能完全保持最小淀粉颗粒的滤纸上,連續用每份 10 毫升的乙醚提取 5 次。让乙醚从残留物上蒸发掉,并用 10% (以体积计)乙醇 150 毫升洗涤残留物。

为避免用 H_2O 或稀乙醇溶液洗涤后所产生的粘胶堵塞滤纸,在处理中国肉桂芽和印度肉桂时可以省去初步的洗涤处理。

利用小洗瓶,并用指尖輕輕擦刷滤纸,以 H_2O 200 毫升把滤纸上的残留物細心地洗入 500 毫升烧瓶中。按 22.043 进行水解,并测定 Cu 还原物质。結果以淀粉量表示。

① 指能使铜还原的物质。——譯者

淀 粉

28.012

第 一 法

称取細磨粉状样品 4 克, 按照 28.011 用乙醚和 10% 乙醇 500 毫升进行提取, 并按照 22.045 用淀粉糖化酶法测定淀粉含量。

28.013

第 二 法

(适用于干的芥子)

按 28.038 处理干的芥末 2~3 克。

28.014

粗 纤 維

按 22.040 进行处理, 在干燥粗纤维之前連續用乙醚洗滌, 以除去全部乙醚可提出的物质。

丹 宁^[4]

[适用于丁香(cloves)和药椒(allspice)]

28.015

試 剂

(a) 草酸溶液 0.1N。1 毫升 = 櫟丹宁酸(quercitannic acid) 0.006235 克或氧吸收量 0.0008 克。

(b) 高锰酸钾标准液 溶解 KMnO_4 1.333 克于 H_2O 1 升中, 并用(a)进行标定。

(c) 靛蓝溶液 加热溶解靛蓝二磺酸钠 6 克于 H_2O 500 毫升中, 冷却后, 加入 H_2SO_4 50 毫升, 稀釋至 1 升, 并过滤。

28.016

測 定 法

用无水乙醚提取样品 2 克历 20 小时。残留物用 H_2O 300 毫升煮沸 2 小时, 冷却, 稀釋至 500 毫升, 并过滤。量取这样制成的浸剂 25 毫升倾入 2 升瓷皿中, 加入靛蓝溶液 20 毫升和 H_2O 750 毫升。加入 KMnO_4 标准液, 每次 1 毫升, 至蓝色变成綠色; 然后每次加入几滴, 直至顏色变成金黃为止。对靛蓝溶液 20 毫升和 H_2O 750 毫升的混合液进行同样的滴定。把两个滴定量的差, 乘以必要的因数, 求得櫟丹宁酸或氧吸收量。

28.017**揮 发 油^[5]**

按照 28.001 制备样品,但要用 20 号篩;注意防止研磨时因发热而导致挥发油的损失。

称取足量的磨細样品放入 1~3 升圓底短頸燒瓶中,可能的話,使它产生挥发油 2~5 毫升。加入 H_2O 达到几近半滿,并旋动使之混和。再加入玻璃珠和一块直径約 1/2" 的巴西棕榈蜡 (carnaüba wax)。假設还有泡沫,要在完全冷却后加入潤湿剂水溶液数滴。把燒瓶通过合适的刻度油阱(見图 60) 接連于一个长的冷凝器(最好用 West 型)。临用前,用洗涤液洗净油阱和冷凝器。用油浴作为加热源。蒸餾至經過 1 小时的时间不再有油分餾出为度,但蒸餾不少于 4 小时。

对于含有較水輕的挥发油分和較水重的固定油分的香料(如肉豆蔻),在 1 小时内所获得的油分都是較水重的油分时,就可以中止蒸餾。

为了使油和水較易分离起見,可以用一根銅絲通过冷凝器伸到油阱中,或輕敲冷凝器的頂端側旁,借以搖动油阱中的液体。

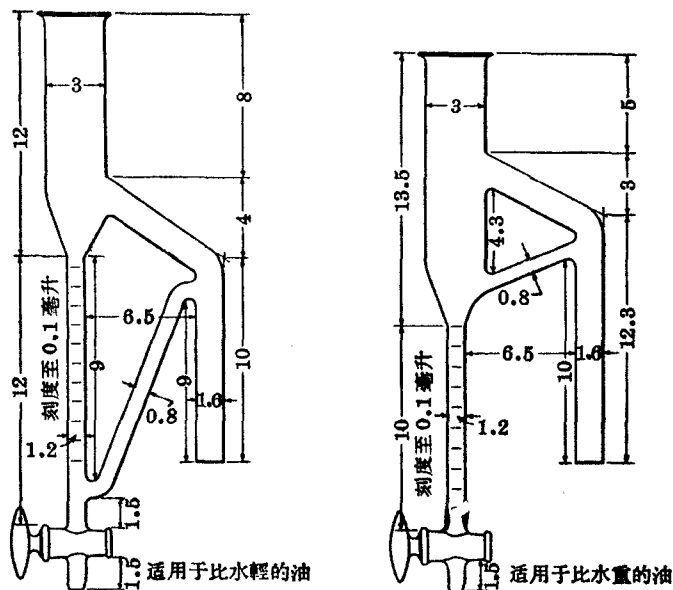
让油阱靜置到冷却后,直接在油阱中量出油量。报告时以油的毫升数/100 克香料表示。把油层排入玻璃管或量筒中,使与水层分离。让油靜置到澄清,或用最少量的无水 Na_2SO_4 进行干燥,澄清后测定化学和物理特性。貯藏在冰箱中。

28.018**揮发油的比重**

按照 26.003 和 26.004 的方法在 25/25° 下測定比重,使用 1 毫升的 Sprengel 管。

28.019 揮发油的折射率——参看 26.007 和 26.009**28.020****揮发油中的丁香酚**

量取挥发油 2 毫升,放入(用吸移管) Babcock 乳瓶[見 15.030 (a)]中。加入 3% KOH 溶液 20 毫升,搖动这混合物 5 分钟,在沸水浴中加热 10 分钟,移出,冷却至室温。在液体完全分开后,加入足量的 KOH 溶液,使剩余的油分升高到乳瓶的刻度頸部,并記下体积。从所用样品的体积和剩余油分的体积之差,算出按体积計算的 %。



(长度单位: 厘米)

图 60 油分离阱的型式

28.021**姜中的挥发油和树脂^[6]**

称取磨碎的姜 50 克, 放入 Soxhlet 提取器中, 并用乙醚提取完全(约 4 小时)。移置提取物于 300 毫升烧瓶中, 在蒸汽浴上蒸发掉乙醚至不再看得出溶剂为度。加 H_2O 50 毫升于残留物中, 按照 28.017~28.019 测定产生的挥发油量(使用供测定较水轻的油阱)、比重和折射率。

移置烧瓶中的残留物于分液漏斗中, 用乙醚提取树脂。移入已称重的烧杯中, 在蒸汽浴上蒸发掉乙醚, 并在真空干燥器中干燥至恒重。

28.022**芥子中的挥发油^[7]**

称取磨细的种子 5 克(能通过 20 号筛的), 放入 200 毫升烧瓶中, 加入 H_2O 100 毫升, 塞紧, 并在约 37° 浸渍 2 小时。然后加入乙醇 20 毫升, 并蒸馏出约 60 毫升于贮有 NH_4OH (1+2) 溶液 10 毫升的 100 毫升量瓶中, 注

意要使冷凝器的尖端浸到溶液液面以下。加入 0.1 N AgNO_3 溶液 20 毫升于馏出物中, 放置过夜, 在水浴上加热至沸, 使 Ag_2S 聚結, 冷却, 用 H_2O 稀釋至 100 毫升并过滤。取滤液 50 毫升, 用 HNO_3 約 5 毫升酸化, 并用 $0.1\text{ N NH}_4\text{CNS}$ 溶液滴定, 以 $10\% \text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶液 5 毫升作为指示剂。 0.1 N AgNO_3 1 毫升 = 异硫氰酸烯丙酯 (allyl isothiocyanate) 0.004956 克。

28.023 辣椒 (paprika) 油的碘值^[8]

(定性試驗异种油的存在)

称取充分混和的磨碎样品 10 克, 置于 200 毫升玻塞燒瓶中, 用吸移管量入 CHCl_3 100 毫升, 第一次加入 50 毫升时要轉动燒瓶。靜置 1 小时, 搖动, 并通过 12.5 厘米有槽紋的滤紙过滤。用同一吸移管連續量出每份 10 毫升的 CHCl_3 2 份, 把其中一份移入已称重的 50×35 毫米結晶皿中, 并在蒸汽浴上蒸发掉溶剂。把皿和内容物在 100° 下进行干燥, 在空气中冷却后称重。利用所得重量以計算碘值。把另一份移入适当的玻塞燒瓶或瓶子中, 按照 28.017 測定碘值, 以 30 分钟为卤素的吸收時間。計算 CHCl_3 提取物的碘值。用这方法測定的純番椒油的碘值应不少于 130。

显 微 鏡 檢 驗

28.024

概 說

香料中植物性的掺杂物最好用显微方法檢查。了解香料和香料掺杂物的植物組織学和显微鏡下現象的一般知識是很重要的。在参考文献中列有有关这一方面的标准工作^[9]。

28.025

試 剂

(a) 酸化的氯醛合水-甘油溶液 溶解氯醛合水結晶 270 克于 H_2O 150 毫升、 HCl 10 毫升和甘油 60 毫升中。

(b) 氯醛合水溶液 按重量把結晶 8 份溶入 H_2O 5 份中。

(c) 醋酸鉄或氯化鉄溶液 新鮮制备的 1% 水溶液。

(d) 碘-碘化鉀溶液(碘溶液) 溶解碘 0.5 克和 KI 1.5 克于极少量 H_2O 中, 稀釋至 25 毫升。

(e) 溶有碘-碘化鉀的氯化鋅溶液 在玻塞瓶中溶解 ZnCl_2 100 克于

H₂O 60 毫升中，再加 KI 20 克和碘 0.5 克。让瓶中留有几顆碘的結晶，以保証溶液飽和；使用前让溶液靜置几小时。溶液可以保留几个月。假如在組織中显出的顏色过度深藍，則将溶液稍加稀釋。

(f) **Millon 試剂** 見 22.014。

(g) **氯酸鉀浸漬液** 按需要把 KClO₃ 0.5 克与 HNO₃ (1+1) 溶液 50 毫升混和。

(h) **氫氧化鉀溶液** 溶解 KOH 5 克于 H₂O 中，稀釋至 100 毫升。

(i) **苏丹 IV (Sudan IV)**，飽和的乙醇溶液 約 0.09%。

(j) **Mayer 試剂 (汞-碘化鉀溶液)** 溶解 HgCl₂ 1.36 克于 H₂O 60 毫升，并溶解 KI 5 克于 H₂O 10 毫升中；混和这两种溶液，再稀釋至 100 毫升。

28.026

仪 器

(a) **寬視野体視顯微鏡** 放大倍数約 10~60×，用于初步分离。

(b) **复顯微鏡** 放大倍数約 100~400×。对于某些特殊作业需用測微目鏡、机械旋轉台和偏光顯微鏡。

(c) **篩** 一套 10~100 号的标准篩，另一个圓孔直径为 1 毫米的篩。

(d) **玻片、蓋片、針、鑷子等。**

28.027

样 品 的 制 备

在研鉢中把一部分样品研成粉末。另一部分用不同篩眼的篩或放在一張紙上振動，以分成多种粉碎度。在較粗的部分中，通常用肉眼或簡單顯微鏡就可以看出某些可疑的碎片；这些碎片应揀出，放在复顯微鏡下作进一步檢查。

28.028

檢 驗

把少量磨碎的样品放入 H₂O 中，并安置玻片上，在复顯微鏡下用常光或偏光进行观察。这样可以提供关于該物料特性的資料，并用以檢出和鉴定淀粉粒和各种組織。置一小滴 1 KI 溶液于蓋片邊緣，在蓋片的对面邊緣放一片濾紙，把溶液引入待檢物中，再行檢驗。淀粉顆粒呈藍或藍黑色；

纖維素是黃色；而蛋白質則是棕色或黃色。

用上述方式引入 KOH 溶液下蓋片底下，再行檢驗。這樣處理可使淀粉粒膠質化，蛋白質溶解，脂肪皂化，並使全部待檢物變得清晰。在有丹寧時還會產生紅色。如果這樣處理還不能使組織顯得清晰，可把一部分新鮮樣品用酸化的氯醛合水-甘油溶液進行短時間的處理，必要時以文火加熱，或用氯醛合水溶液處理數小時。

還要對由化學分析得到的粗纖維進行檢驗，因為在這種待檢物中可以很清楚地看到石細胞和其他組織。

為了分離石細胞、韌皮纖維及其他厚壁細胞，可把一部分樣品浸入 KClO_3 浸漬液中，調節 KClO_3 和 HNO_3 的比例並進行足夠長時間的加熱，以獲得所需的結果。

為了區別纖維素與滲入物質（木素、軟木脂等），可加入新鮮製備的、溶有 I-KI 的 ZnCl_2 溶液〔見 28.025(a)——譯者〕於 H_2O 裝的待檢物中。纖維素顯呈藍色，而滲入物質則顯呈黃色。

為了判別脂肪、油、香精油、樹脂、膠乳和蠟與其他細胞組成物的不同，可加入蘇丹 IV 溶液 2 滴和甘油或酸化的氯醛合水-甘油溶液 2 滴於載片上的少量組織中，並輕微加熱，使這些物質染成深紅色。另取一部分的組織用乙醚、石油醚或乙醇處理。乙醚和石油醚可使脂、油、香精油、樹脂、膠乳和蠟溶解。乙醇可使香精油和樹脂溶解，但對於脂、油、膠乳和蠟通常只有緩慢的作用或沒有什麼作用。

對於蛋白質的試驗，可用一滴新鮮製備的 Millon 試劑加於載片上，並小心加熱。這樣，蛋白質就部分地分解，逐漸產生磚紅色。假設有必要研究糊粉（蛋白質）顆粒的形狀（這在某些植物中很類似淀粉顆粒的特性），就要用純甘油或油裝好待檢的材料。

檢驗丹寧或是經丹寧浸過的組織時，可加入 $\text{Fe}(\text{OAc})_3$ 或 FeCl_3 溶液。這兩種試劑都會使丹寧成綠色或藍色，但 $\text{Fe}(\text{OAc})_3$ 作用較慢，更為適用。

草酸鈣的晶体^[10]可根據它在偏光下的典型形狀或特性來識別。為要判別草酸鈣與 CaCO_3 ，可用 HOAc 處理。 HOAc 不會影響草酸鹽，但可以溶解碳酸鹽並產生氣泡。兩者均能溶解於 HCl 中。

炭粉和炭化殼都能夠抵抗 KOH、氯醛合水和 KClO_3 浸漬液的漂白作用。

芥子制品

28.029

样品的制备

把容器内的全部内容物倒入一个足以把全部内容物搅拌均匀的皿中，并搅拌成均匀的物体。保存于玻塞瓶中。每次取出一部分作分析时，要充分搅拌。

28.030

固体物

称取样品 5 克放在平底 Pt 皿中；加入少量 H_2O 使样品均匀地分布皿底，置蒸汽浴上加热直至混合物呈现干燥，然后在烘箱中于 100° 下加热至最小重量。

28.031

总氯化物⁽¹¹⁾

由称瓶中称出样品 3~4 克，放入 300 毫升锥形瓶中，加入过量的标准的 $0.1 N AgNO_3$ （一般 30 毫升已足够）。充分混和，加入 HNO_3 15 毫升，并在加热板上加热至沸。在沸热混合物中加入 5% $KMnO_4$ 溶液 15 毫升，每次 5 毫升，每次加入后都要转动烧瓶以混和内容物。加 H_2O 约 50 毫升，并滤入 200 毫升量瓶中。洗涤滤器，使无 $AgNO_3$ 留下，并用 H_2O 稀释至标记。充分混和后，取出整分部份 100 毫升，用 $0.1 N KCNS$ 滴定，以饱和铁明矾溶液 2 毫升为指示剂。将氯化物计算成 $NaCl$ 。

28.032

乙醚提出物

称取样品 10 克，放入 SiO_2 、Al 或瓷的干燥皿中，并用砂约 30 克混和。在水浴上加热至混合物呈现干燥，然后在水烘箱中烘至完全干燥。研磨至全部块状物粉碎，然后在 Soxhlet 提取器中，用 Whatman 单层或其他结构致密的提取壳筒，以无水乙醚提取 16 小时，以测定乙醚提出物的重量。在 100° 干燥提出物 30 分钟，冷却，再称重。

28.033

总氮量

用样品 5 克，按照 2.036 测定 N。

28.034

酸 度

称取样品 10 克,置于 200 毫升量瓶中,用 H_2O 稀释至标记,摇动,用干燥滤纸过滤,用 0.1 N 碱液滴定,以测定 100 毫升中的酸度,以酚酞做指示剂。结果以 HOAc 表示。0.1 N 碱液 1 毫升 = HOAc 0.0060 克。

蔗 糖

28.035

試 剂

(a) 离子交换树脂 Amberlite IR 120 H, 阳离子交换树脂和 Duolite A-4 阴离子交换树脂。

(b) 轉化酶(蔗糖酶)溶液 把商品轉化酶 8 毫升和 HOAc 2 毫升用 H_2O 稀释至 250 毫升。貯存玻璃瓶中,放在冰箱里。

28.036

測 定 法

把样品 10 克和 $CaCO_3$ 1 克,配合 50% 乙醇 125 毫升,移入 250 毫升量瓶中,充分搅和,并在蒸汽浴上煮沸 1 小时,放一小漏斗于頸部以凝集蒸汽。冷却后,靜置 2 小时。用 95% 乙醇稀释至标记,充分搅和,再移入 250 毫升离心瓶中。以每分钟 1200 轉速离心分离 5 分钟。将上层清液 200 毫升吸移至烧杯中并在蒸汽浴上蒸发到 30 毫升。(不可蒸发至干。)残留物中有少许乙醇,沒有妨碍。移入 100 毫升量瓶中,用 H_2O 充分冲洗烧杯,把冲洗液并入量瓶中,再用 H_2O 稀释至标记。

将瓶中全部内容物移入玻璃錐瓶中。加入 Amberlite IR 120 H 树脂 2 克和 Duolite A-4 树脂 2 克。放置 2 小时,时加旋动。通过折衷的滤纸(Whatman 12 号或相当的滤纸)滤入玻璃錐瓶中。

吸移澄清溶液 50 毫升于 100 毫升量瓶中,加入 H_2O 20 毫升和轉化酶溶液 5 毫升,并让轉化作用在 20~25° 下进行过夜,用 H_2O 稀释至标记。

取出澄清溶液(轉化前)的整分部份 25 毫升和轉化了的溶液的整分部份 50 毫升,按照 29.038~29.040 測定还原糖。

按照下法計算蔗糖量:由表 43.011 在轉化的一栏内找出轉化后的糖,再由轉化糖和蔗糖栏内找出轉化前的糖(全糖 0.4 克)。自轉化后得到的值减去轉化前轉化糖的%,再用 0.95 乘差数就求得蔗糖的%。

淀 粉

28.037

試 剂

- (a) 氯化鈣溶液 30 克/100 毫升溶液, 調節碱度至 0.01 N。
 (b) 氫氧化鈉的乙醇溶液 乙醇 70 毫升 + 0.1 N NaOH 30 毫升。
 (c) 碘-碘化鉀溶液 碘 2 克 + KI 6 克溶于 H_2O 100 毫升的溶液。

28.038

測 定 法

称取制备好的芥子样品 5 克放入 500 毫升錐瓶中, 用吸移管量入 $CaCl_2$ 溶液 100 毫升, 輕微旋动錐瓶使块状物全部破碎。加入計算份量的 1 N NaOH 以中和待分析的芥子样品中的酸。加入玻璃珠。接上回流冷凝器, 先用 H_2O 潤湿冷凝器的内部和塞子, 然后再瀝干 1 分钟。徐徐加热(在中央挖孔的石棉板上)以避免开始时即发生泡沫, 然后煮沸 15 分钟。

让冷凝器仍連接着, 用一盘冷水把燒瓶冷却到室温。移出燒瓶, 加塞, 并剧烈搖动。傾移内容物于离心瓶中, 并以每分钟 1500 轉速离心分离 5 分钟。尽可能抽出部分地澄清的中液层(約 75 毫升), 并通过鋪在 60° 漏斗中厚約 5 厘米、圆周长 11 厘米的脫脂棉过滤。用吸移管量取滤液 50 毫升, 置于貯有乙醇 150 毫升的第二个离心瓶中, 加塞, 并剧烈搖动几分钟。以每分钟 1500 轉速离心分离至澄清(約需 5 分钟)。

濾析液体于 Caldwell 坩堝中的石棉垫上, 吸气过滤, 但不要把淀粉移入坩堝中。移置滤垫于同一离心瓶中, 用 H_2O 冲洗附着在坩堝上的全部顆粒于瓶中。加入玻璃珠几个并加 H_2O 至約 100 毫升。加塞, 剧烈搖动使沉淀物尽可能分散开来。加入稍微过量的 I-KI 溶液 (2~3 毫升) 和飽和 $(NH_4)_2SO_4$ 溶液 30 毫升。加塞, 并搖动。冲洗附着在塞上的顆粒于瓶中, 并离心分离至澄清。

濾析上层清液于 Caldwell 坩堝中的石棉垫上, 吸气过滤。加入 NaOH 的乙醇溶液 50 毫升于离心瓶內的沉淀中。加塞并剧烈搖动。用 70% 乙醇洗滌瓶塞。离心分离后, 濾析上层清液于同一个石棉垫上过滤如前。重复用 NaOH 溶液处理至藍色几乎完全消失为度(一般处理 2~3 次)。不要再行离心处理, 即用 70% 乙醇把内容物由瓶中移入 Caldwell 坩堝中。吸气使石棉垫干燥, 然后移置石棉垫于 500 毫升 Kjeldahl 燒瓶中。先用 HCl (比重 1.1029) 10 毫升, 再用每份 10 毫升的 H_2O 5 份冲洗燒瓶和坩堝, 小

心移出全部附着的顆粒。連接回流冷凝器于 Kjeldahl 燒瓶上,加入玻璃珠以避免暴沸。在中央挖孔的石棉板上煮沸1小时。冷却后,用 NaOH (1+1)溶液中和(甲基橙指示剂),并濾入 200 毫升量瓶中;用 H_2O 充分冲洗燒瓶和漏斗后,稀釋至標記。充分混和,按照 29.039 測定 50 毫升整分部份的葡萄糖量。(Fehling 溶液的空白不要超过 0.3 毫克)。

淀粉的 % = [葡萄糖克数 $\times 0.9(100 + A + B) \times 8$] / 样品重,

式中, A = 中和酸度所用的 1 N NaOH 的毫升数 (見 28.034); B = 所用样品中的 H_2O 克数 [由固体物含量 (見 28.030) 計算得到]。

28.039

粗纖維^[12]

称取样品 10 克移入貯有乙醇 50 毫升的 8 呎乳瓶中,加塞,剧烈搖动。加入乙醚 40 毫升,搖动后,放置約 5 分钟,不时搖动。經离心分离,薄析醇-醚混合物。再用每份 40 毫升的乙醚处理 2 次,搖动,离心并薄析如前。把瓶横放在桌上过一个短時間,不要加热,让乙醚大部分蒸发。用沸 H_2SO_4 200 毫升 [見 22.038(a)] 将全部材料移入 500 毫升錐瓶中,再按 22.040 进行处理,但要在干燥和称重前連續用乙醚洗滌纖維几次。

必要时,在小燒杯中用乙醇和乙醚处理样品后,移入 11 厘米硬质滤紙中,用乙醚洗滌几次,再用沸 H_2SO_4 200 毫升把它移入 500 毫升錐瓶中。

28.040

防腐劑——見第二十七章

食品調味品^[13]

28.041

样品的制备

(a) 半固体和乳化的調味品 在取出供分析用的一部分样品前,要先移入較样品体积更大的容器如玻璃果瓶中,并用刮勺把样品混和均匀(2~3 分钟就足够)。假設样品已經放置相当時間,則以后每次取出一部分供分析时,要照样混和。在进行各种測定时,取出所指定的大約分量并进行称重(宜用配有直玻璃管和稍大的橡皮球的輕质 100 毫升燒瓶作称瓶)。

(b) 小罐裝可分离的調味品 将貯有样品的瓶子称重。搖动瓶子 1 分钟,傾倒內容物于高速撈合器中,并让瓶子瀝滴 1 分钟。称量空瓶以求得样品的重量。于每 100 克样品中加入白蛋白粉 0.20 克,盖好撈合器,攪拌 5

分钟，然后倾入較样品体积更大的适当容器中。每次取出一部分样品备供分析时，要把样品搖动 20 次，再用匙或刮勺攪拌約 20 次。样品制就后，立即全部称重。如加入乳化剂，要在結果中加以校正。

(c) **大罐裝可分离的調味品** 充分攪拌內容物，每 100 克样品中加入白蛋白粉 0.20 克。用双桨式的机械攪拌器效果良好。不断攪拌至白蛋白粉充分散布于样品全部。把样品分几部分移入高速度拌合器中，每一个部分攪拌約 5 分钟。把乳化的部分移至与原容器同样大小的缸中，并攪拌全部样品以保証获得均匀的混合物。移置这样制成的样品于适当的缸中（約 1 品脫的）。然后按照 (b) 进行处理，从“每次取出一部分样品备供分析时……”开始。

28.042

总 固 体 物

用样品 2 克，按照 16.003 进行。

28.043

轉化前的还原糖

称取样品 20 克，置于 4 呔广口瓶中，加入石油醚約 80 毫升，搖动，并离心以提取油分。尽量抽出石油醚（用吸气和短柄吸移管吸移很方便），重复用石油醚处理直到油分全部提出为度（由溶剂中不再显现顏色表明；一般需要提取 4 次）。保留石油醚溶液供测定油分之用。用空气流除去殘留物中的石油醚，用 H_2O 移置殘留物于 100 毫升量瓶中。加入新鮮制备的 HPO_3 溶液 5~10 毫升（用水冲洗以除去 HPO_3 表面的白衣；溶解透明块状或条状物 5 克于冷 H_2O 中，再稀釋至 100 毫升），充分混和，稀釋至标記并过滤。移置 80 毫升或尽可能更大的整分部份于 100 毫升量瓶中；用 $NaOH$ (1+1) 溶液中和，以酚酞为指示剂；冷却后稀釋至标記，取出整分部份按照 29.039 測定还原糖。再計算成轉化糖。

有些調味品，特别是含有淀粉的，用上述方法不能澄清时，按每克样品用 NH_4OH 1 毫升和乙醇 5 毫升，照 15.029 除去油分。再用乙醇（50% 以体积計）移置殘留物于 250 毫升量瓶中，然后按照 22.041 和 29.039 进行处理。

28.044

轉化后的还原糖

把 28.043 得到的整分部份溶液，按照 29.026 (b) 或 (c) 进行轉化，用