

Food



普通高等教育“十三五”规划教材



粮油加工 实验技术

周裔彬 王乃富 主编



化学工业出版社

Food

A Series of Food Science
& Technology Textbooks

食品科技
系列

普通高等教育“十三五”规划教材

主 编 周裔彬 王乃富

副主编 李金平 吴建周

参编人员：陈伟、高志、李金平、

王乃富、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

周裔彬、李金平、吴建周

粮油加工 实验技术

周裔彬 王乃富 主编



化学工业出版社

北京·北京

元 40.80 价 定

《粮油加工实验技术》共计8章,包括:粮油基本成分分析;小麦粉加工品质分析;稻米加工品质分析;米面食品制作;植物蛋白与淀粉制备;植物油脂提取及其品质分析;粮食中酶活性的测定;粮油产品中有害成分与添加剂检测试验。在编写过程中,力求采用最新的标准方法或国际通用标准,有些实验是我们在长期实验过程中总结设计的,配方和检测方法均比较稳定。

《粮油加工实验技术》适合作为各高等院校食品类专业的教材,还可供科研人员和粮油行业技术人员作参考学习资料。

图书在版编目(CIP)数据

粮油加工实验技术/周裔彬,王乃富主编. —北京:
化学工业出版社, 2017. 2
普通高等教育“十三五”规划教材
ISBN 978-7-122-28796-0

I. ①粮… II. ①周…②王… III. ①粮食加工-高等学校-教材②油料加工-高等学校-教材 IV. ①TS210.4
②TS224

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 321388 号

责任编辑:魏巍
责任校对:宋玮

文字编辑:周倜
装帧设计:关飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:北京云浩印刷有限责任公司

装订:三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张12¼ 字数305千字 2017年3月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:28.00 元

版权所有 违者必究

本书编写人员名单

主 编 周裔彬 王乃富

副主编 李梦琴 吴卫国

参编人员 (按姓名笔画排序)

王乃富 (安徽农业大学)

李梦琴 (河南农业大学)

吴卫国 (湖南农业大学)

周裔彬 (安徽农业大学)

董士远 (中国海洋大学)

前言

粮油加工是食品工业重要的组成部分，主要针对粮食和油料大宗食物原料及其副产品进行加工或再加工，是食品科学与工程类专业重要的教学和研究内容，与人们日常生活主食密切相关，而粮油加工实验指导，是对粮食和油料在加工过程中基本成分、产品品质、营养与安全等方面进行检测和分析，了解和掌握米、面、油及其深加工产品品质的变化情况，为加工工艺技术的控制和改进提供指导。为此，我们收集和参考了目前国内外有关粮油加工技术方面的资料和品质新标准，结合已出版的《粮油加工工艺学》，配套编写这本实验指导教材，目的是满足拥有粮油加工的科研院所、从业粮油的技术人员对粮油类产品检测分析的需求，希望能以此丰富食品科学与工程、农产品加工与贮藏类专业的实验教学内容。

本书编写的思路是：先从粮食、油料及其制品基本成分的检测分析着手，再介绍面粉、米、油等加工制品品质分析方法，以及加工过程中危害成分分析检测方法，在关键的实验方法中介绍了典型设备的原理和使用方法及注意事项。

本书共计 8 章。第一章主要介绍了粮油基本成分分析，这一部分介绍了粮油原料及其制品的取样以及水分、蛋白质、淀粉、油脂、灰分、纤维素和膳食纤维等的分析方法，也是粮油营养成分分析的基本手段。第二章主要介绍了小麦粉加工品质分析，包括加工精度、粉色和麸星、粗细度、面筋含量、破损淀粉值、沉淀指数、降落数值、面团流变特性、面团吸水量、糊化特性、面包烘焙品质、蛋糕烘焙品质等。第三章主要介绍了稻米加工品质分析，包括大米的加工精度、蒸煮食用品质的感官评价、米粒糊化温度和糊化时间、胶稠度、直链淀粉含量、新陈度等测定方法。第四章主要介绍了米面食品制作，包括面条、馒头、面包、起酥面包、方便面、蛋糕、韧性饼干、发酵饼干、曲奇饼干、大米发糕、米松糕、汤团等制作方法与评价。第五章主要介绍了植物蛋白与淀粉制备，包括淀粉、变性淀粉、大豆浓缩蛋白和分离蛋白、传统豆腐和内酯豆腐、植物蛋白饮料、腐竹、粉丝等制备方法。第六章主要介绍了植物油脂提取及其品质分析，包括低温压榨花生油、植物油碱炼脱酸、水酶法提取植物油与蛋白质、植物油脂鉴定、水分及挥发物含量、油脂酸值和酸度、油脂碘值、皂化值、过氧化值、动植物油脂氧化稳定性、油脂定性等测定试验。第七章主要介绍了粮食中酶活性的测定，包括谷物及其制品中 α -淀粉酶活性、粮食和油料中过氧化氢酶与脂肪酶活性、大豆制品中尿素酶活性等测定方法。第八章主要介绍了粮油产品中有害成分与添加剂检测试验，包括黄曲霉毒素 B_1 、食品中丙烯酰胺、动植物油脂苯并[a]芘、小麦粉中溴酸盐、小麦粉中过氧化苯甲酰、米面制品中甲醛次硫酸氢钠含量、面制食品中铝、涂渍油脂或石蜡大米检验、食用植物油中叔丁基对苯二酚(TBHQ)等的测定方法。在编写过程中，力求采用最新的标准方法或国际通用标准，有些实验是我们在长期实验过程中设计的，配方和检测方法均比较稳定。

本书适合作为高等院校食品类专业的教材，还可供科研人员和粮油行业技术人员作参考学习资料。

本书由安徽农业大学周裔彬教授、王乃富副教授共同主编。河南农业大学李梦琴教授和湖南农业大学吴卫国教授参加了第一章、第二章和第三章部分章节的编写；中国海洋大学董士远副教授提供了第八章的指导和参与部分章节的编写。在此，感谢安徽农业大学教务处领导的关怀和支持，并对编写过程中所引用的参考资料的作者致以谢忱。

由于编者水平有限，加之粮油加工检测技术的发展速度较快，教材中难免会出现不妥和疏漏之处，衷心期待专家、学者及读者批评指正。

编者

2016年9月

目 录

第一章 粮油基本成分分析 / 1

实验一 水分含量的测定	1
第一法 105℃恒重法	1
第二法 定温定时烘干法	3
第三法 两次烘干法	3
实验二 蛋白质含量的测定	4
实验三 灰分的测定	6
第一法 550℃灼烧法	6
第二法 乙酸镁法	7
实验四 粗脂肪含量的测定	8
第一法 索氏抽提法	9
第二法 粗脂肪萃取仪法	10
实验五 还原糖和非还原糖的测定	12
第一法 铁氰化钾法	12
第二法 费林试剂法	15
实验六 淀粉含量的测定	22
实验七 粗纤维素含量测定	23
实验八 膳食纤维的测定	27

第二章 小麦粉加工品质分析 / 33

实验一 小麦粉加工精度检验	33
实验二 小麦粉粉色、麸星的测定	34
实验三 粉类粗细度的测定	35
实验四 小麦和小麦粉面筋含量的测定	36
第一法 手洗法测定湿面筋	36
第二法 仪器法测定湿面筋	38
实验五 小麦粉破损淀粉值的测定	40
实验六 小麦粉沉淀指数测定	41
实验七 小麦粉降落数值的测定	44
实验八 小麦粉面团流变特性的测定(吹泡仪法)	47
实验九 小麦粉面团吸水量和流变学特性的测定(粉质仪法)	51
实验十 小麦、黑麦及其分类粉或淀粉糊化特性的测定(快速黏度仪法)	54

实验十一	小麦粉面包烘焙品质试验	58
第一法	直接发酵法	58
第二法	中种发酵法	60
实验十二	小麦粉蛋糕烘焙品质	63

第三章 稻米加工品质分析 / 65

实验一	大米加工精度检验	65
实验二	稻谷、大米蒸煮食用品质的感官评价方法	66
实验三	大米粒碱消度(糊化温度)和糊化时间的测定	71
第一法	碱消度的测定	71
第二法	大米蒸煮过程中米粒糊化时间的评价	72
实验四	大米胶稠度的测定	75
实验五	大米直链淀粉含量的测定	77
实验六	大米新陈度的测定	81

第四章 米面食品制作 / 83

实验一	面条的制作与质量评价	83
实验二	馒头(南方、北方)的制作与评价	85
实验三	面包的制作	88
实验四	起酥面包的制作	91
实验五	方便面的制作	94
实验六	蛋糕的制作	95
实验七	韧性饼干的制作	99
实验八	发酵饼干的制作	101
实验九	曲奇饼干的制作	103
实验十	大米发糕的制作	104
实验十一	米松糕的制作	106
实验十二	汤团的制作	107

第五章 植物蛋白与淀粉制备 / 109

实验一	淀粉的提取	109
实验二	变性淀粉的制备	111
实验三	大豆浓缩蛋白和分离蛋白的制备	112
实验四	传统豆腐和内酯豆腐的制作	113
第一法	传统豆腐的制作	113
第二法	内酯豆腐的制作	115
实验五	植物蛋白饮料的制作	115
实验六	腐竹的制作	117

实验七 粉丝的制作	118
-----------	-----

第六章 植物油脂提取及其品质分析 / 120

实验一 低温压榨花生油的制备与水化脱胶	120
实验二 植物油碱炼脱酸	121
实验三 水酶法提取植物油与蛋白质	123
实验四 植物油脂透明度、气味、滋味鉴定	124
第一法 透明度的测定	124
第二法 气味、滋味鉴定	125
实验五 水分及挥发物含量的测定	126
实验六 油脂酸值和酸度测定	127
实验七 油脂碘值的测定	129
实验八 皂化值的测定	131
实验九 过氧化值的测定	133
实验十 动植物油脂氧化稳定性的测定	135
实验十一 油脂定性试验	138

第七章 粮食中酶活性的测定 / 145

实验一 谷物及其制品中 α -淀粉酶活性的测定	145
实验二 粮食、油料中过氧化氢酶活性的测定	147
实验三 粮食、油料中脂肪酶活性的测定	149
实验四 大豆制品中尿素酶活性的测定	150

第八章 粮油产品中有害成分与添加剂检测试验 / 153

实验一 黄曲霉毒素 B ₁ 的测定	153
第一法 薄层色谱法	153
第二法 酶联免疫法	159
实验二 食品中丙烯酰胺的测定	163
第一法 稳定性同位素稀释的液相色谱-质谱/质谱法	163
第二法 稳定性同位素稀释的气相色谱-质谱法	166
实验三 动植物油脂苯并[a]芘的测定	168
实验四 小麦粉中溴酸盐的测定	170
实验五 小麦粉中过氧化苯甲酰的测定	174
第一法 气相色谱法(Ⅰ)	174
第二法 气相色谱法(Ⅱ)	175
实验六 米面制品中甲醛次硫酸氢钠含量的测定	176
实验七 面制食品中铝的测定	179
实验八 涂渍油脂或石蜡大米检验	180

实验九 食用植物油中叔丁基对苯二酚 (TBHQ) 的测定 182

 第一法 气相色谱法..... 182

 第二法 液相色谱法..... 183

参考文献 / 185

第一章 粮油基本成分分析

实验一 水分含量的测定

粮食、油料的水分含量是指粮食、油料中试样中水分的质量占试样质量的百分比。在评价粮食、油料品质中含水量是最基本的测定项目。含水量的测定对于粮食的安全储藏和加工等具有重要意义。

测定粮食、油料水分含量的方法很多，归纳起来大致分为：①加热干燥法；②蒸馏法；③微波法；④电测法；⑤近红外吸收光谱法；⑥核磁共振法等。其中，应用最为广泛的是加热干燥法，也是我国粮食、油料质量标准中测定水分含量的标准方法。近红外吸收光谱法随着其测定装置的开发，作为水分、脂肪、蛋白质和其他成分的非破坏性测定方法，已用于粮食、油料的品质分析中，美国、加拿大已将此方法作为检测谷物的标准方法。

我国检验方法国家标准（GB）中规定 105℃ 恒重法、定温定时烘干法、隧道式烘箱法和两次烘干法四种方法，其中以 105℃ 恒重法为仲裁方法。

第一法 105℃ 恒重法

用比水沸点略高的温度使定量试样中的水分全部汽化蒸发，而不破坏粮食和油料中试样本身组织成分，根据所失水分的质量来计算水分含量。

一、仪器和用具

电热恒温箱：在 80~150℃ 的温度范围内 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ；分析天平（感量 0.001g）；实验室用电动粉碎机或手摇粉碎机；粮食选筛（筛孔选择按表 1-1 要求）；备有变色硅胶的干燥器（变色硅胶呈现红色就不能继续使用，应在 130~140℃ 温度下烘至全部呈蓝色后再用）；铝盒：内径 4.5cm，高 2.0cm。

二、试样制备

从平均样品中分取一定样品，按表 1-1 规定的方法制备试样。

表 1-1 试样制备方法

粮种	分样质量/g	制备方法
粒状原粮和成品粮	30~50	除去大样杂质和矿物质，破碎细度通过 1.5mm 圆孔筛的不少于 90%
大豆	30~50	除去大样杂质和矿物质，粉碎细度通过 2.0mm 圆孔筛的不少于 90%
花生仁、桐仁等	约 50	取净仁用手摇切片机或小刀切成 0.5mm 以下的薄片或剪碎

粮种	分样质量/g	制备方法
花生果、茶籽、桐籽、蓖麻籽、文冠果等	约 100	取净果(籽)剥壳,分别称重,计算壳、仁百分比;将壳磨碎或研碎;将仁切成薄片
棉子、葵花子等	约 30	取净籽剪碎或用研钵敲碎
油菜籽、芝麻等	约 30	除去大样杂质的整粒试样
甘薯片	约 100	取净片粉碎,细度同粒状粮
甘薯丝、甘薯条	约 100	取净丝或条粉碎,细度同粒状粮

三、操作步骤

1. 定温

使烘箱中温度计的水银球离烘网 2.5cm 左右,调节烘箱温度,定在 $(105 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

2. 烘干铝盒

取干净的空铝盒,放在烘箱内温度计水银球下方烘网上,烘 30min 至 1h 取出,置于干燥器内冷却至室温,取出称重,再烘 30min,烘至前后两次重量差不超过 0.005g,即为恒重。

3. 称取试样

用烘至恒重的铝盒 (W_0) 称取试样约 3g,对带壳油料可按仁、壳比例称样或将仁、壳分别称样 (W_1 准确至 0.001g)。

4. 烘干试样

将铝盒盖套在盒底上,放入烘箱内温度计周围的烘网上,在 105°C 温度下烘 3h (油料粉 90min) 后取出铝盒。加盖,置于干燥器内冷却至室温,取出称重后,再按以上方法进行复烘,每隔 30min 取出冷却称重一次,烘至前后两次质量差不超过 0.005g 为止。如后一次质量高于前一次质量,以前一次质量计算 (W_2)。

四、结果计算

按公式(I-1) 计算含水量:

$$\text{水分}(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \quad (1-1)$$

式中 W_0 ——铝盒质量, g;

W_1 ——烘前试样和铝盒质量, g;

W_2 ——烘后试样和铝盒质量, g。

对带壳油料按仁、壳分别测水分时,含水量计算公式如下:

$$\text{水分}(\%) = M_1 \times \frac{A}{100} + M_2 \times \frac{100 - A}{100} \quad (1-2)$$

式中 M_1 ——仁水分百分率, %;

M_2 ——壳水分百分率, %;

A ——出仁总量百分率, %。

双试验结果允许差不超过 0.2%, 求其平均数,即为测定结果。测定结果取小数点后一

位。采取其他方法测定含水量时，其结果与此方法比较不超过 0.5%。

第二法 定温定时烘干法

本法所用仪器和用具同 105℃ 恒重法，试样制备和结果计算也与 105℃ 恒重法相同。

一、试样用量计算

本法用定量试样，先计算铝盒底面积，再按每 1cm² 为 0.126g 计算试样用量（底面积×0.126）。如用直径 4.5cm 的铝盒，试样用量为 2g；用直径 5.5cm 的铝盒，试样用量为 3g。

二、操作方法

用已烘至恒重的铝盒称取定量试样（准确至 0.001g），待烘箱温度升至 135~145℃ 时，将盛有试样的铝盒送入烘箱内温度计周围的烘网上，在 5min 内，将烘箱温度调到（130±2）℃，开始计时，烘 40min 后取出放干燥器内冷却，称重。

第三法 两次烘干法

谷类水分在 18% 以上，大豆、甘薯片水分在 14% 以上，油料水分在 13% 以上，采取两次烘干法。

一、第一次烘干

称取整粒试样 20g（ W_1 准确至 0.001g）放入直径 10cm 或 15cm、高 2cm 的烘盒中摊平。谷类在 105℃ 温度下，大豆和油料在 70℃ 温度下烘干 30~40min，取出，自然冷却至恒重（两次称量差不超过 0.005g），此为第一次烘后试样质量（ W_1 ）。

二、第二次烘干

试样制备及操作步骤与 105℃ 恒重法相同。

三、结果计算

含水量计算公式如下：

$$\text{水分}(\%) = \frac{WW_2 - W_1W_3}{WW_2} \times 100 \quad (1-3)$$

式中 W ——第一次烘前试样质量，g；

W_1 ——第一次烘后试样质量，g；

W_2 ——第二次烘前试样质量，g；

W_3 ——第二次烘后试样质量，g。

双试验结果允许差不超过 0.2%，求其平均数，即为测定结果。测定结果取小数点后一位。

实验二 蛋白质含量的测定

测定蛋白质含量的方法大致可以分为两类：一类是利用蛋白质共性，即含氮量、肽键和折射率等测定蛋白质含量；另一类是利用蛋白质中特定氨基酸残基的方法，如酚试剂法、紫外光谱吸收法、色素结合法等。在粮油品质分析中最常用的是凯氏定氮法，其基本原理是将含有蛋白质的样品与浓硫酸共热使其分解，其中的氮变成铵盐状态后再与浓碱作用，放出的氨被硼酸吸收，然后用盐酸标准溶液滴定硼酸溶液所吸收的氨，测得试样含氮量，再乘以相关的蛋白质换算系数，即为粮食中蛋白质的含量。但粮食中的含氮化合物不全是蛋白质，其中还含有氨基酸类、酰胺类、嘌呤碱及肌醇等含氮化合物，因此，以总氮量测得的粮食蛋白质含量称为“粗蛋白”。本实验主要介绍凯氏定氮法。

一、实验试剂和设备

1. 试剂

硫酸钾 (K_2SO_4)，五水硫酸铜 ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)，二氧化钛 (TiO_2)，硫酸 (H_2SO_4) [$c(H_2SO_4)=18mol/L$, $\rho_{20}(H_2SO_4)=1.84g/mL$]，石蜡油，*N*-乙酰苯胺 (C_8H_9NO) (熔点 $114^\circ C$ ，氮含量 $10.36g/100g$)，色氨酸 ($C_{11}H_{12}N_2O_2$) (熔点 $282^\circ C$ ，氮含量 $13.72g/100g$)，五氧化二磷 (P_2O_5)，硼酸 [水溶液， $\rho_{20}(H_3BO_3)=40g/L$ ，或所使用仪器推荐的浓度]，氢氧化钠水溶液 ($NaOH$) (质量分数为 33% 或 40% ，含氮量少于或等于 0.001% ，也可以使用含氮量少于或等于 0.001% 的工业级氢氧化钠)，硫酸 [标准滴定溶液， $c(H_2SO_4)=0.05mol/L$]，硫酸铵 [标准滴定溶液， $c(NH_4)_2SO_4=0.05mol/L$]，浮石 (颗粒状，盐酸酸洗并灼烧)，蔗糖 (可选择含氮)。

指示剂：按照所使用仪器的推荐，加入一定体积的溶液 A 和溶液 B (例如 5 体积溶液 A 和 1 体积溶液 B)。也可以使用 pH 电极进行电位滴定，pH 电极需每天校准。溶液 A：200mg 溴甲酚绿 ($C_{22}H_{14}Br_4O_5S$) 溶于体积分数为 95% 的乙醇中，配制成 100mL 溶液；溶液 B：200mg 甲基红溶于体积分数 95% 的乙醇中，配制成 100mL 溶液。

除参考物质外，只使用经确认无氮的分析纯试剂，试验用水为蒸馏水或去离子水。

2. 实验设备

机械研磨机；筛子 (孔径 $0.8mm$)；分析天平 (分度值为 $0.001g$)；消化、蒸馏和滴定仪器；消化单元应确保温度的均匀性。通过使用两种参考物 *N*-乙酰苯胺和色氨酸中的任意一种通过全程测定来评估温度的均匀性，同时测定回收率。蒸馏仪器也应通过已知量铵盐 [如 10mL 硫酸铵 ($0.05mol/L$)] 的蒸馏来检测回收率，回收率应大于或等于 99.8% 。

二、操作步骤

1. 试样制备

如果需要，样品要进行研磨，使其完全通过 $0.8mm$ 孔径的筛子。对于粮食，至少要研磨 200g 样品，研磨后的样品要充分混匀。

2. 称样

依据预估含氮量称量试样，精确到 $0.001g$ ，使试样的含氮量在 $0.005\sim 0.2g$ 之间，最

好大于 0.02g。

3. 消化

特别注意,下列操作应在通风良好、具有硫酸防护罩的条件下进行。

转移试样 0.2g 到消解烧瓶,然后加入 0.1g 硫酸钾、0.30g 五水硫酸铜、0.30g 二氧化钛(也可以使用符合规定成分的粒状催化剂)、20mL 硫酸。可根据仪器情况调整硫酸的加入量,但应确认此改进可以满足对 *N*-乙酰苯胺的回收率达到 99.5% 和对色氨酸的回收率达到 99.0%。

小心混合以确保试样的完全浸润。将烧瓶置于预热到 $(420 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ 的消化单元。从消化单元温度再次达到 $(420 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ 时开始计时,至少消化 2h,然后取下自然冷却。建议加入浮石作为沸腾调节器和加入消泡剂(如石蜡油)。

最短消化时间应使用参考物质进行检验,因为参考物质很难达到回收率的要求。遵循设备制造者关于蒸汽排空的建议,因为过强的吸力可能导致氮的损失。

4. 蒸馏

小心地向冷却后的消解烧瓶中加入 50mL 水,放冷至室温。量取 50mL 硼酸到接收瓶中,无论是使用目测比色或光学探头,均要向其中加至少 10 滴指示剂。

连接好蒸馏装置,向消解烧瓶中加入 5mL 过量的氢氧化钠溶液完全中和所使用的硫酸,然后开始蒸馏。根据仪器,所用的试剂量可以变化。

5. 滴定

使用硫酸溶液进行滴定,滴定既可以在蒸馏过程中进行,也可以在蒸馏结束后对所有蒸馏液进行滴定。滴定终点的确定可以使用目测比色、光学探头或用 pH 计的电位分析判定。

6. 空白试验

使用上述步骤 3 消化到步骤 4 滴定的试剂,不加试样进行空白试验。可以用 1g 蔗糖代替试验样品。

7. 参考物质测试(检查试验)

在五氧化二磷的存在下, $60 \sim 80^{\circ}\text{C}$ 真空干燥参考物质 *N*-乙酰苯胺或色氨酸。进行检查试验,试样的最小量根据 *N*-乙酰苯胺或色氨酸的含氮量决定,至少 0.15g。可以在参考物质中加入 1g 蔗糖。*N*-乙酰苯胺的氮回收率至少为 99.5%,色氨酸的氮回收率至少为 99.0%。

三、结果计算

1. 氮含量

氮含量 (W_N),以干基质量分数表示,按下式计算:

$$W_N = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0.014 \times 100}{m} \times \frac{100}{100 - W_H} = \frac{140c(V_1 - V_0)}{m(100 - W_H)} \quad (1-4)$$

式中 V_0 ——空白试验滴定的硫酸溶液的量, mL;

V_1 ——试样滴定的硫酸溶液, mL;

0.014——滴定 1mL 0.5mol/L 的硫酸所需氮的量, g;

c ——滴定所使用的硫酸的浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

W_H ——试样的水分。

2. 粗蛋白质含量

根据谷物或豆类品种的不同采用相应的换算系数（见表 1-2，其他通常用 6.25），乘以获得的氮含量，计算得到干物质粗蛋白质含量。

表 1-2 氮含量换算蛋白质含量的换算系数

农产品	换算系数
普通小麦	5.7
杜伦麦	5.7
小麦研磨制品	5.7 或 6.25
饲料小麦	6.25
大麦	6.25
燕麦	5.7 或 6.25
黑麦	5.7
黑小麦	6.25
玉米	6.25
豆类	6.25

实验三 灰分的测定

粮食、油料经高温灼烧后剩下的不能燃烧氧化的无机物质称为灰分。灰分主要为粮油食品中的矿物盐或无机盐类。测定粮食、油料的灰分是评价粮油食品的指标之一。各种粮食、油料所含灰分因品种、土壤、气候、肥料及灌溉条件的不同而有差异。粮食、油料中灰分的含量在 1.5%~3.0%，构成灰分的主要元素有钾、钠、钙、镁、磷、硫、硅等，其中钾、磷、镁最多。

食品灰分的测定原理是在空气自由流通下，以高温灼烧试样，使有机物质氧化成二氧化碳和水蒸气而蒸发，其中含有的矿物质元素产生氧化物残留下来，此残留物即为灰分。测定粮食、油料的灰分有 550℃灼烧法和乙酸镁法。

第一法 550℃灼烧法

试样经 (550±10)℃ 高温灰化至有机物完全灼烧挥发后，称量其残留物。

一、实验设备和试剂

1. 试剂

三氯化铁溶液 (5g/L)：称取 0.5g 三氯化铁溶于 100mL 蓝黑墨水中。

2. 仪器

马弗炉（能产生 550℃以上的高温，并可控制温度）；分析天平（感量 0.0001g）；瓷坩

坩 (容量为 18~20mL); 干燥器 (内装有效的变色硅胶); 坩 钳 (长柄和短柄)。

二、操作步骤

1. 试样制备

按本章“实验一 水分含量的测定”中的要求制备试样。

2. 坩 处理

取洁净干燥的瓷坩 ,用蘸有三氯化铁蓝黑墨水溶液的毛笔在坩 上编号,然后将编号坩 放入 $(550\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 马弗炉内灼烧 30~60min。移动坩 至炉门口处,待坩 红热消失后,转移至干燥器内冷却至室温,取出并称量坩 的质量,再重复灼烧、冷却、称量,直至前后两次质量差不超过 0.0002g,记录坩 质量 (m_0)。

3. 样品测定

称取混匀试样 (m) 2~3g 于处理好的坩 中,准确至 0.0002g,将坩 放在电炉上,错开坩 盖 (45°),加热试样至完全炭化为止。然后,把坩 放在 $(550\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉内,先放在炉口片刻,再移入炉膛内,错开坩 盖 (45°),关闭炉门,在 $(550\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 2~3h。在灼烧过程中,应将坩 位置调换 1~2 次,样品灼烧至黑色炭粒全部消失变成灰白色为止。移动坩 至炉门口处,待坩 红热消失后,转移至干燥器内冷却至室温,称量。再灼烧 30min,冷却、称量,直至恒质 (m_1)。最后一次灼烧的质量如果增加,取前一次质量计算。

三、结果计算

灰分 (干基) 含量按下式计算:

$$X = \frac{m_1 - m_0}{m \times (100 - W)} \times 10000 \quad (1-5)$$

式中 X ——样品灰分 (干基) 含量,以质量分数计, %;

m_0 ——坩 质量, g;

m_1 ——坩 和灰分质量, g;

m ——试样质量, g;

W ——试样的水分, %。

第二法 乙酸镁法

试样中加入助灰化试剂乙酸镁后,经 $(850\pm 25)^{\circ}\text{C}$ 高温灰化至有机物完全灼烧挥发后,称量残留物质量,并计算灰分含量。

一、实验设备和试剂

1. 试剂

乙酸镁:分析纯 95%;乙醇:分析纯;乙酸镁-乙醇溶液 (15g/L):1.5g 乙酸镁溶于 100mL 95%的乙醇中。

2. 仪器

同 550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧法规定的仪器和 5.0mL 移液管。