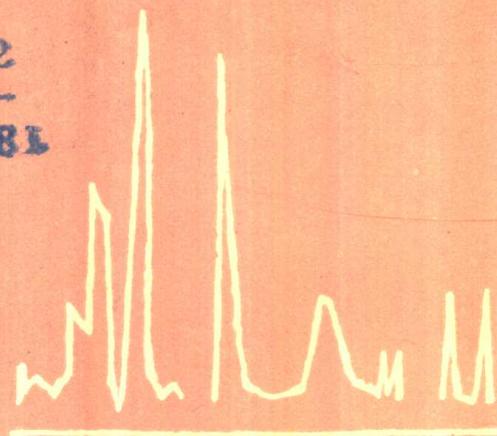


- 845868

522
—
7281



刘铭三主编



谷物及油料品质分析法

谷物及油料品质分析法

刘铭三 主编

农业出版社

主编 刘铭三
执笔者 (按姓氏笔划为序)
王 昊 王意春 刘兴寰 刘铭三
李霞辉 孟广勤 顾金炎 段秀泰
崔淑文 赵铁男 熊书亭

谷物及油料品质分析法

刘铭三 主编

* * *

责任编辑 赵源林

农业出版社出版 (北京朝阳区枣营路)
新华书店北京发行所发行 张掖河西印刷厂印刷

787×1092毫米32开本 7.5印张 150千字

1987年5月第1版 1987年5月甘肃第1次印刷

印数 1—3,550册 定价 1.50 元

ISBN 7-109-00000-1/S·1

统一书号 16144·3285

前　　言

人类所需要的蛋白质、脂肪、碳水化合物及维生素等营养物质，大部分是来自日常食物。其中除肉类、蔬菜之外，主要是从谷物、豆类及油料中摄取的。因此，谷物、豆类、油料的品质如何，含各种营养物质丰富与否，与人民健康有密切关系。

近年来，我国开展了谷物品质育种、发展强化食品、混合饲料，研究饲料的合理配比等工作。这些方面都离不开正确的分析测试手段的密切配合。当前分析测试仍是一个薄弱环节，尤其在农业生物学方面，亟待加强。并需不断以新的仪器和方法来充实和提高分析手段。而当代物理、化学新技术的迅速发展，使新的先进的测试仪器和方法日益增多，且不断地渗透到农业和食品分析领域中来，从而推动着这些领域的分析测试手段更新换代。我国从事分析测试的工作人员都感到目前这方面的参考书较少，谷物品质分析的参考书就更是少见。近年来，在农牧渔业部和中国农业科学院组织领导下，有部分省农科院、高等农业院校参加，对谷物和油料分析测试方法的标准化进行了研究。第一、二批农业分析测试方面的国家标准（GB）已由国家标准总局批准实施。本书就是在上述分析测试方法标准化研究的基础上编写而成的。执笔者都是各项标准研究的主持人，他们对有关标准的各种

分析方法作了深入研究对比。这些方法都比较适于一般实验室设备条件，而且便于推广应用。

本书还介绍了仪器分析法，如微量元素、氨基酸及维生素的分析等，以便于有条件的实验室加以选用。

谷物的物理指标已开始引起人们的注意，但经验与资料尚少。从谷物、油料品质全面性及发展来看，这部分是不可缺少的。据目前已掌握的资料，本书选编了水稻和小麦的主要物理指标及其测定方法，供有关方面参考。

本书承蒙沈阳农学院劳家柽副教授予以审阅，在此表示衷心感谢。

由于编者的业务水平和分析经验有限，错误和不妥之处望读者批评指正。

刘铭三

1985年1月

目 录

第一章 样品的采集、制备和保存	1
第一节 样品的采集.....	1
一、单株籽粒样品的采集	1
二、从试验小区或大田采样	1
三、从成批包装谷物中采样	2
第二节 样品的制备和保存	2
第二章 水分与干物质的分析	4
第一节 概述	4
第二节 常压恒温烘干法(GB3523-83)	5
第三节 减压烘干法.....	7
第四节 蒸馏法	9
第三章 灰分与主要无机元素的分析.....	12
第一节 灰分的测定(GB4800-84)	12
一、概述	12
二、干灰化法	13
第二节 主要无机元素的测定.....	15
一、概述	15
二、湿灰化法	16
三、磷的测定	17
四、钾、钠的测定	19
五、钙、镁的测定	21
六、铜、锌、铁、锰的测定	23

第四章 脂肪、主要化学常数及脂肪酸的分析	27
第一节 粗脂肪的测定 (GB2906-82)	27
一、概述	27
二、油重法 (GB2906-82)	28
三、残余法 (GB2906-82)	31
第二节 脂肪主要化学常数的测定	36
一、概述	36
二、皂化值的测定	36
三、碘值的测定	38
四、酸值的测定	41
第三节 脂肪酸的测定——气相色谱法	42
第五章 碳水化合物的分析	48
第一节 可溶性糖的测定	48
一、概述	48
二、还原糖的测定	49
三、非还原糖的测定	60
第二节 淀粉的测定	63
一、概述	63
二、醋酸—氯化钙旋光法	64
三、1% HCl—旋光法	66
四、酶水解—铁氰化钾碘量法	68
第三节 直链与支链淀粉的测定	71
一、概述	71
二、比色法	72
三、电位滴定法	75
第四节 粗纤维的测定	79
一、概述	79
二、酸碱洗涤法	80
三、容量法	83
四、纤维素测定仪法	85

第六章 蛋白质及其组分的分析	88
第一节 蛋白质的测定	88
一、概述	88
二、凯氏法 (GB2905-82)	89
三、染料结合法 (DBC 法)	91
四、双缩脲法	93
第二节 蛋白质组分的提取与测定	95
一、概述	95
二、蛋白质组分的分别提取法	95
三、蛋白质组分的连续提取法	98
第七章 氨基酸的分析	101
第一节 氨基酸总量的测定	101
一、概述	101
二、茚三酮比色法	102
三、氨基酸分析仪法	105
第二节 几种主要氨基酸的测定	119
一、概述	119
二、赖氨酸的测定	119
三、色氨酸的测定	126
四、胱氨酸与蛋氨酸的测定——仪器测定法	132
第八章 维生素的分析	135
第一节 水溶性维生素的分析	136
一、维生素B ₁ 的测定——荧光法	136
二、维生素B ₂ 的测定——荧光法	141
三、维生素B ₆ 的测定——比色法	147
四、维生素B ₁ 、B ₂ 、B ₆ 的高效液相色谱测定法	150
五、维生素C的测定	152
六、烟酸与烟酰胺的测定	157
第二节 脂溶性维生素的测定	164
一、概述	164

二、维生素E(生育酚)的测定	164
三、胡萝卜素的测定	172
第九章 单宁与硫代葡萄糖甙的分析	177
第一节 高粱籽实中单宁的测定	177
一、概述	177
二、Folin-Denis法	178
第二节 油菜籽中硫代葡萄糖甙的测定	181
一、概述	181
二、氯化钯半定量法	182
三、异硫氰酸盐和恶唑烷硫酮的测定——气相色谱、紫外吸收联用 法	184
第十章 稻米品质的物理指标及其检测方法	192
第一节 概述	192
第二节 稻谷的出米率	192
一、出糙率——小型砻谷机脱壳法	193
二、精米率	194
三、完整精米率	194
四、稻米精度的测定——NMG染色法	195
第三节 米粒大小、形状、外观	197
一、米粒长度和形状	197
二、稻米的蛋白质	197
三、杂质	199
四、色泽与气味的鉴定	200
第四节 蒸煮食味特性	200
一、糊化温度	200
二、胶稠度及其测定	201
三、米粒延伸性的测定	203
四、香味的鉴定	204
第十一章 小麦品质的物理指标及其检测方法	206
第一节 概述	206

第二节 容重、纯度及色泽.....	206
一、容重.....	206
二、杂质检验.....	209
三、不完善粒的检验.....	209
四、色泽与气味的鉴定.....	210
第三节 面筋含量与物理性质的测定	210
一、面筋含量的测定.....	210
二、面筋物理性质的测定.....	213
附录	215
一、使用乙醚注意事项	215
二、常用元素的原子量表	218
三、一般化学试剂的分级	222
四、透光率(%T)与吸收值(A)的换算	223
五、电磁辐射波长表	224
六、溶液颜色与滤光片颜色的互补关系	224
七、几种主要干燥剂的吸湿性 能	224
八、国产滤纸的规格	225
九、筛孔和筛号对照表	225
十、主要谷物、油料营养成分表	226

第一章 样品的采集、制备和保存

第一节 样品的采集

谷物、油料分析工作中的首要一环是采集样品。样品采集的正确与否，直接影响分析结果的准确性。因此，正确的采样是保证分析结果准确的第一步。所采集的样品必须能代表全部被分析的物质，否则，即使以后的处理和分析如何精密准确，也将失去其分析意义。

采样的方法和要求，因样品的存在状态和分析目的而异。比如，为了育种需要所进行的种子品质分析，一般须从田间试验区采样；而作为商品的粮食，则须从成批包装的谷物或油料中取样。采样方法和要求如下：

一、单株籽粒样品的采集

选取栽培条件一致的成熟的单株谷物或油料作物，全部脱粒，去掉杂质，按四分法缩减，留 $1/2$ 或 $1/3$ 作为平均样品，待测。

二、从试验小区或大田采样

试验小区的作物应全部收获脱粒，去掉泥土、茎叶等杂质，充分混匀，用分样器或四分法缩减，留取250g。大粒种

子如花生、大豆、向日葵等，应取500g左右。要注意选取完全成熟的种子。

大田采样，可从栽培条件相同的不同点选取具有代表性的植株，收获脱粒，按同上要求缩分留取。

三、从成批包装谷物中采样

对散装成堆谷物，可按不同点随机取样，然后用分样器或四分法缩减成平均样品。

对不同批的谷物，应按批分别采样。对同一批谷物可按公式1—1决定采样次数。

$$S = \sqrt{\frac{N}{2}} \quad (1-1)$$

式中：S——应采样次数；

N——被检测物的数目（包、袋、件等）。

如有200袋大豆，应从随机10袋中采集，然后用分样器或四分法缩分，最后平均样品应不少于500g。

将采集的谷物或油料样品装入袋中，按顺序编号，注明样品名称、品种、采集地点和采集人，填写一式两张卡片，一张放于袋内，一张系于袋外，送交分析。

第二节 样品的制备和保存

样品于制备之前，必须经风干、去杂，挑出不完善粒。急待分析者，可于70—80℃烘箱中干燥15—18小时。

谷物和大豆等样品可按分析项目的要求进行磨碎。注意每次磨完一定要清除净粉碎机中残留的样品，以免前后混

杂，引入误差。粉碎后的试样要充分混匀，装入具塞广口瓶中。统一编号，贴好标签，按顺序放在样品架上待测。

大粒油料种子如花生、向日葵、蓖麻等，应先剥去果壳或种皮，只分析种仁部分。棉籽种皮不易剥掉，可先用水浸泡4—6小时，再用小刀将种子切成两半，取出种仁。含油较多的油料种子，制备时不能磨碎，而须在研钵中用杵磨碎，并及时分析，以防油分损失。

参 考 文 献

- 1.中国土壤学会农业化学专业委员会编：《土壤农业化学常规分析法》科学出版社，1983。
- 2.A.I.耶尔马科夫著，吴相钰译：《植物生物化学研究法》科学出版社，1956。
- 3.上海商品检验局主编：《食品化学分析》上海科学技术出版社，1979。
- 4.赵铁男等编：《种子品质分析》，黑龙江科学技术出版社，1982。

第二章 水分与干物质的分析

第一节 概 述

水分和干物质是谷物、油料品质的重要指标。水分含量多少决定着谷物、油料的呼吸强弱和生化代谢状况，对种子和粮食的加工贮藏与运输都有重要意义。种子和粮食的贮运工作中离不开水分的检测。水分与干物质同处于一物，彼此相对消长，可通过同一测定查明。

水分测定对谷物品质研究有两种意义：一是确定谷物、油料水分和干物的含量，二是为其它项目分析提供样品的干重基础。

谷物、油料的水分测定方法很多，应根据样品特性、设备条件及分析精密度和准确度的要求等加以选择。目前，最基本、最常用的仍是常压恒温烘干法，它较为准确，适用于不含易热解和易挥发性成分的样品，基于此法所研究制订的《谷类、油料作物种子水分测定法》已列入国家标准（GB3523-83）。减压烘干法则适用于含有易热解成分，但不含挥发性油的样品。甲苯蒸馏法适用于含有易挥发性油和干性油的样品。其它诸如卡尔·费希尔（Karl Fischer）滴定法、微波衰减法、电导电阻或电容法、红外干燥法、中子法等均需特定仪器，或因准确性、重现性较差等原因，尚

未得到普及应用。因此，这里主要选用前三种方法。

第二节 常压恒温烘干法（GB3523-83）

常压恒温烘干法通常亦称烘箱法或烘干失重法。适用于不含易热解和易挥发性成分的样品。该法简便直接，常用以校验其它快速测定法或仪器测定法。

原理

常压下，水分在100℃汽化。据此原理，将一定的谷物、油料样品，在105℃或130℃烘箱中烘干一定时间，由样品烘干失重求出样品中水分和干物质的含量。

主要仪器

谷物样品粉碎机：粗细可调的、密闭的；

铜丝筛：孔径0.5mm，1.0mm的各1个；

分析天平：感量为0.001g；

小型电热式恒温烘箱；

铝盒：高2cm、直径4.6cm；

干燥器及变色硅胶。

测定步骤

1. 样品制备

①谷物、豆类 要求磨碎，至少50%通过0.5mm筛，而留在1.0mm筛上的不超过10%。

②花生、蓖麻等大粒油料 剥去果皮外壳，种仁用刀切成厚约1mm的薄片。

③芝麻、油菜籽等小粒油料 取整粒种子。

制备好的试样立即装入磨口瓶中，混匀待测。

2. 测定

① 105℃ 8 小时一次烘干法

本法适用于谷物、油料水分的测定。

称取平行试样两份，每份4.5—5.0g，准确至0.001g，放入预先在105℃下烘至恒重的铝盒内，摊平，盖好。把烘箱预热至115℃左右，将盒盖打开放在盒底下。打开烘箱门，将试样放入烘箱内距温度计2—2.5cm的第一层筛板上，关好箱门，尽快使温度回升至105℃，开始计时，于105±2℃烘干8小时。然后，打开箱门，立即盖好盒盖，取出，放入盛有变色硅胶的干燥器中，冷却至室温(约需30—40分钟)，迅速称重。

② 130℃ 1 小时快速法

本法适用于谷物水分的测定。

测定前，先将烘箱预热至140—145℃，将试样放入箱内，关好箱门，使温度尽快在10分钟内回升至130℃，开始计时。在130±2℃烘1小时。其它操作均与105℃ 8 小时一次烘干法相同。

结果计算

由试样的烘干失重计算试样的水分百分率和水分系数。

$$\text{水分, \% (风干基)} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100 \quad (2-1)$$

$$\text{水分系数} = \frac{100}{100 - \text{水分\%}} \quad (2-2)$$

由风干样重和烘干样重求出干物质的百分率。

$$\text{干物质, \% (风干基)} = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100 \quad (2-3)$$

式中：W₀——铝盒重(g)；

W_1 ——风干样加铝盒重(g)；

W_2 ——烘干样加铝盒重(g)。

测定结果计算至小数点后第二位，两次平行测定结果相差不得超过0.20%，以算术平均值表示之。

附注：

①水分和干物质的测定，如系谷物、油料验收、贮运之需，应在接受样品后尽快进行。如为其它分析项目提供试样干重作为计算基础，则应在该项分析称样同时称取水分试样。

②试样在铝盒内分布不应超过 $0.3\text{g}/\text{cm}^2$ 。

③实验室的相对湿度不应大于70%，否则，会影响水分和干物质的测定结果。

第三节 减压烘干法

减压烘干法亦称真空干燥法，是一种广泛采用的谷物、油料水分测定法。该法适用于含有易热解成分而不含挥发性油的试样。其测定结果与 130°C 1 小时快速法的结果相一致，美国分析化学协会(AOAC)将它列为美国粮食水分检测法定方法之一。

原理

由于水分的汽化温度随环境压力的降低而降低，故可将谷物、油料试样在保持一定温度和一定真空中下，连续烘干至无显著失重为止，由试样的烘干失重测得试样的水分和干物质含量。

主要仪器

电热式真空干燥箱及除湿装置(图2—1)外，其它同本章第二节。