

本书由 211工程三期建设“自然资源利用化学”项目  
自然资源药物化学教育部重点实验室开放基金

资助出版

# 酒精工业分析

陆冬梅 主编 王 林 曹秋娥 副主编

JIUJING  
GONGYE FENXI



化学工业出版社

本书由 211工程三期建设“自然资源利用化学”项目  
自然资源药物化学教育部重点实验室开放基金

资助出版

# 酒精工业分析

陆冬梅 主编 王 林 曹秋娥 副主编



化学工业出版社

·北京·

本书系统介绍了酒精工业生产中淀粉质原料和糖蜜原料成分的测定；样品采集；主要辅助原料、酶制剂和酿酒高活性干酵母、燃料及锅炉水的分析；生产过程中半成品的化验；成品酒精的质量检测及环保的监控；试剂配制；主要仪器的校正和使用。

本书内容充实、操作简便，可作为工厂管理人员、质检化验人员、工艺技术人员常用工具书，也可作为科研、生产、管理部门的科技人员和高等院校师生的参考书。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

酒精工业分析/陆冬梅主编. —北京：化学工业出版社，2012.8

ISBN 978-7-122-14626-7

I. 酒… II. 陆… III. 酒精生产-工业分析  
IV. TS262.2

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 138341 号

---

责任编辑：张彦  
责任校对：宋玮

文字编辑：林媛  
装帧设计：张辉

---

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：北京永鑫印刷有限责任公司

装订：三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 19 字数 482 千字 2012 年 9 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

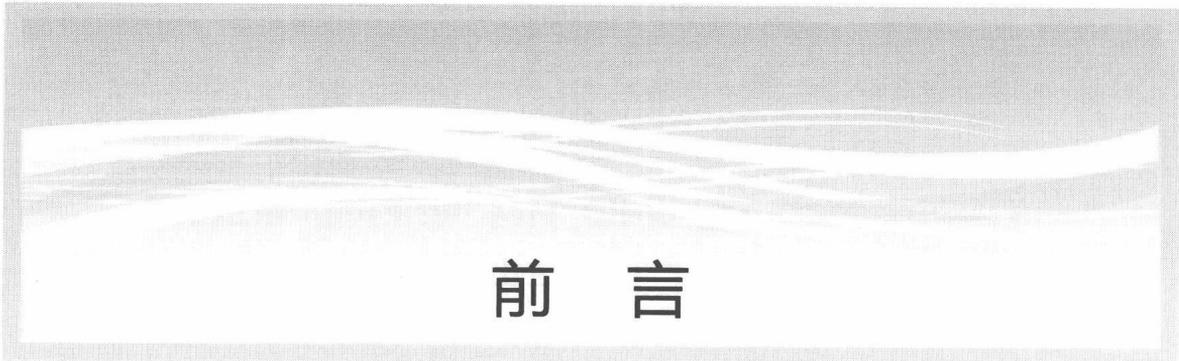
网 址：<http://www.cip.com.cn>

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：48.00 元

版权所有 违者必究



# 前 言

酒精工业是基础的原料工业，其产品主要用于食品、化工、军工、医药等领域。改革开放以来，我国酒精产业发展迅猛，生产能力和质量水平显著提高，年产数十万吨的大型酒精生产企业相继投产，已形成集酒精生产、设备制造、综合利用、环境保护等较为完整的工业体系。近年来在原油价格持续高位运行的刺激下，燃料乙醇的旺盛需求推动全球酒精产量强劲增长，美国超越巴西成为第一大酒精生产国。美国、巴西、欧盟及中国是当前全球酒精行业的主要经济体。

酒精生产是轻工业的重要支柱之一，随着我国酒精工业的迅速发展，国家标准和行业标准的制（修）定以及企业人员的更新，对化验工作提出了新的和更高的要求。分析检验是合理控制工艺过程、加强科学管理的重要手段，要提高产品质量就必须有先进的、科学的分析方法，以准确的分析数据来反映产品的质量、指导生产。

本书编写是以最新的国家标准和部颁标准、行业标准为依据，详细阐述了酒精生产工艺流程中从原料到成品的各工艺环节分析项目原理、操作要点及注意事项。所介绍的方法简便易行，文字通俗易懂，便于工厂化验人员和大中专院校师生使用和参考。

本书在编写过程中，得到了云南大学化学科学与工程学院领导的大力支持和关心，在此谨深表谢意。

由于作者知识水平有限，加上时间仓促，书中难免有不当之处，敬请各位读者批评指正。

编者

2012年2月

# 目 录

<b>第一章 淀粉质原料的分析</b> .....	1
<b>第一节 采样</b> .....	1
一、玉米、小麦、大米、高粱等粒状原料采样 .....	1
二、木薯片、甘薯片取样 .....	2
<b>第二节 水分</b> .....	2
一、常压干燥法 .....	2
二、红外线快速水分测定仪测定法 .....	3
<b>第三节 淀粉</b> .....	4
一、酶水解法 .....	4
二、酸水解法 .....	5
三、旋光法 .....	7
四、酶比色法 .....	8
<b>第四节 脂肪</b> .....	10
一、索氏抽提法 .....	10
二、酸水解法 .....	10
<b>第五节 蛋白质</b> .....	11
一、凯氏定氮法 .....	11
二、分光光度法 .....	13
三、燃烧法 .....	15
<b>第六节 灰分</b> .....	15
<b>第七节 粗纤维</b> .....	16
<b>第二章 糖蜜的分析</b> .....	18
<b>第一节 采样</b> .....	18
<b>第二节 总糖</b> .....	19
一、二次旋光法 .....	19
二、直接滴定法 .....	23
<b>第三节 锤度</b> .....	25
一、折射法 .....	25
二、密度法 .....	26
<b>第四节 酸度</b> .....	27
<b>第五节 总灰分</b> .....	28

第六节	二氧化硅等酸不溶物 .....	29
第七节	胶体 .....	30
第八节	铜 .....	31
	一、原子吸收光谱法 .....	31
	二、二乙基二硫代氨基甲酸钠法 .....	32
第九节	氮含量 .....	34
<b>第三章</b>	<b>常用辅助原料的分析 .....</b>	<b>36</b>
第一节	硫酸 .....	36
	一、采样 .....	36
	二、硫酸含量和发烟硫酸中三氧化硫含量 .....	37
	三、灰分 .....	39
	四、铁 .....	39
	五、砷 .....	42
	六、铅 .....	45
	七、汞 .....	46
第二节	硫酸铵 .....	50
	一、采样 .....	51
	二、氮含量 .....	52
	三、水分 .....	54
	四、游离酸 .....	54
	五、铁 .....	55
	六、砷 .....	57
	七、重金属 .....	59
	八、水不溶物 .....	60
第三节	硫酸镁 .....	61
	一、采样 .....	61
	二、硫酸镁含量 .....	61
	三、氯化物 .....	62
	四、铁 .....	64
	五、水不溶物 .....	65
	六、水分 .....	66
第四节	磷酸 .....	66
	一、采样 .....	66
	二、磷酸含量 .....	67
	三、氯化物 .....	68
	四、硫酸盐 .....	69
	五、铁 .....	69
	六、砷 .....	70
	七、重金属 .....	71
第五节	过磷酸钙 .....	71
	一、采样 .....	71

二、有效磷 .....	72
三、游离酸 .....	73
四、水分 .....	73
第六节 尿素 .....	74
一、采样 .....	74
二、总氮 .....	74
三、缩二脲 .....	75
四、水分 .....	77
五、铁 .....	79
六、碱度 .....	80
七、水不溶物 .....	81
八、硫酸盐 .....	81
九、亚甲基二脲 .....	82
<b>第四章 锅炉水和煤的分析</b> .....	<b>84</b>
第一节 锅炉水 .....	84
一、采样 .....	84
二、pH 值 .....	85
三、电导率 .....	86
四、硬度 .....	88
五、浊度 .....	90
六、溶解氧 .....	93
七、油 .....	94
八、溶解固形物 .....	95
九、磷酸盐 .....	99
十、氯化物 .....	100
十一、碱度 .....	102
十二、亚硫酸盐 .....	104
十三、全铁 .....	105
第二节 煤 .....	106
一、采样 .....	107
二、水分 .....	107
三、灰分 .....	110
四、挥发分 .....	112
五、全硫 .....	113
六、碳酸盐二氧化碳含量 .....	119
七、固定碳 .....	121
八、发热量 .....	121
<b>第五章 酶制剂的分析</b> .....	<b>124</b>
第一节 耐高温 $\alpha$ -淀粉酶 .....	124
一、采样 .....	124

二、酶活力 .....	125
三、酶活力保存率 .....	127
四、耐热性存活率 .....	127
五、pH 值 .....	128
六、干燥失重 .....	129
七、容重 .....	130
八、细度 .....	130
九、重金属 .....	131
十、铅 .....	132
十一、砷 .....	136
十二、菌落总数 .....	137
十三、大肠菌群 .....	140
十四、沙门菌 .....	144
十五、霉菌和酵母菌 .....	148
<b>第二节 糖化酶 .....</b>	<b>150</b>
一、采样 .....	150
二、酶活力 .....	150
三、pH 值 .....	152
四、干燥失重 .....	152
五、细度 .....	152
六、容重 .....	152
七、重金属 .....	152
八、铅 .....	152
九、砷 .....	152
十、菌落总数 .....	152
十一、沙门菌 .....	152
十二、致泻大肠埃希菌 .....	152
<b>第六章 酿酒高活性干酵母的分析 .....</b>	<b>157</b>
第一节 采样 .....	157
第二节 淀粉出酒率 .....	157
第三节 酵母活细胞率 .....	159
第四节 保存率 .....	160
第五节 水分 .....	161
第六节 致病菌 .....	161
第七节 重金属 .....	161
<b>第七章 淀粉质原料中间过程的分析 .....</b>	<b>162</b>
第一节 粉碎 .....	162
一、采样 .....	162
二、粉碎度 .....	162
第二节 蒸煮 .....	163

一、采样 .....	163
二、外观检查 .....	163
三、糊化率 .....	163
<b>第三节 糖化</b> .....	163
一、采样 .....	163
二、外观糖度 .....	164
三、酸度 .....	164
四、还原糖 .....	165
五、总糖 .....	168
<b>第四节 酒母制备</b> .....	170
一、采样 .....	170
二、外观糖度 .....	170
三、酸度 .....	170
四、剩余还原糖 .....	171
五、耗糖率 .....	171
六、酵母形态及出芽率 .....	171
七、酵母细胞死亡率 .....	172
八、酵母细胞数 .....	172
九、杂菌 .....	174
<b>第五节 发酵</b> .....	175
一、采样 .....	175
二、酸度 .....	175
三、糖度 .....	175
四、残余还原糖 .....	176
五、残余总糖 .....	177
六、酒精度 .....	178
七、挥发酸 .....	179
<b>第六节 蒸馏废液含酒量</b> .....	180
一、采样 .....	180
二、莫尔盐法 .....	180
三、碘量滴定法 .....	181
四、重铬酸钾比色法 .....	182
<b>第八章 糖蜜原料中间过程的分析</b> .....	184
<b>第一节 稀糖液制备</b> .....	184
一、采样 .....	184
二、pH值 .....	184
三、酸度 .....	185
四、外观糖度 .....	185
五、总糖 .....	185
<b>第二节 酒母醪制备</b> .....	189
<b>第三节 发酵</b> .....	189

一、采样 .....	189
二、pH 值 .....	189
三、酸度 .....	189
四、糖度 .....	189
五、残糖分 .....	189
六、酒精度 .....	190
七、蒸馏废液含酒量 .....	190
<b>第九章 成品酒精的分析 .....</b>	<b>191</b>
第一节 采样 .....	191
第二节 感官检测 .....	191
一、外观 .....	191
二、色度 .....	191
三、气味 .....	192
四、口味 .....	192
第三节 酒精度 .....	192
第四节 硫酸试验色度 .....	194
第五节 氧化时间 .....	194
第六节 醛 .....	196
一、碘量法 .....	196
二、比色法 .....	197
第七节 高级醇 .....	198
一、气相色谱法 .....	198
二、比色法 .....	199
第八节 甲醇 .....	200
一、气相色谱法 .....	201
二、变色酸比色法 .....	201
三、品红-亚硫酸比色法 .....	202
第九节 酸 .....	203
第十节 酯 .....	204
一、皂化法 .....	204
二、比色法 .....	205
第十一节 不挥发物 .....	206
第十二节 重金属 .....	206
第十三节 氰化物 .....	207
<b>第十章 酒精废液的分析 .....</b>	<b>210</b>
第一节 采样 .....	210
第二节 pH 值 .....	210
第三节 化学需氧量 (COD) .....	213
第四节 生化需氧量 (BOD <sub>5</sub> ) .....	215
第五节 悬浮物 (SS) .....	219

第六节	氨氮	220
第七节	总磷	222
<b>第十一章</b>	<b>常用溶剂配制</b>	<b>225</b>
第一节	指示剂	225
第二节	缓冲溶液	228
第三节	标准溶液	231
第四节	染色液	244
第五节	培养基	246
<b>第十二章</b>	<b>常用仪器使用及校正</b>	<b>259</b>
第一节	酒精计	259
第二节	锤度计	260
第三节	阿贝折光仪	261
第四节	旋光仪	262
第五节	酸度计	264
第六节	电导率仪	265
第七节	分光光度计	267
第八节	气相色谱仪	269
第九节	原子吸收分光光度计	271
<b>附录 1</b>	<b>吸光度与测试 <math>\alpha</math>-淀粉酶浓度对照表</b>	<b>275</b>
<b>附录 2</b>	<b>酒精计温度浓度换算表</b>	<b>281</b>
<b>附录 3</b>	<b>观测锤度温度校正表</b>	<b>289</b>
<b>参考文献</b>		<b>293</b>

# 第一章 淀粉质原料的分析

酒精生产的原料大多数为谷类、薯类等淀粉质原料，以淀粉质原料发酵生产的酒精占总产量的75%。原料通过糊化和糖化作用将淀粉转化为可发酵性糖，然后用酵母菌进行发酵得到酒精。原料中所含的化学成分，不仅直接影响着酒精生产率的高低，同时也关系到生产工艺流程和工艺条件的确定，因此必须对影响酒精生产的一些成分进行分析。淀粉质原料的主要检测指标包括水分、淀粉含量、脂肪、蛋白质、灰分和粗纤维。

## 第一节 采 样

### 一、玉米、小麦、大米、高粱等粒状原料采样

采样包数不少于总包数的5%，小麦粉采样包数不少于总包数的3%，采样的包点要分布均匀。用双套管回转采样器（见图1-1）进行采样，采样器由一个内管和一个外管组成，两管上有数量和大小都相同的孔多个，内管无底，外管底部呈圆锥形。取样时将取样器槽口向下，从包的一端斜对角插入包的另一端，然后槽口向上取出后倾入混样器中。如此按每袋不同的部位采样多次，每包取样次数一致，充分混匀后进行分样。

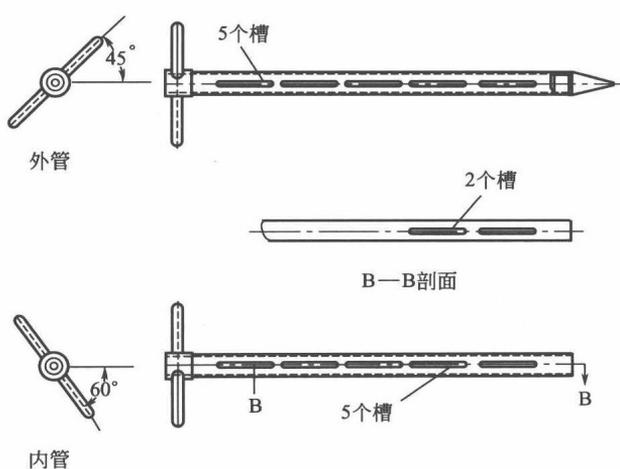


图 1-1 双套管回转采样器

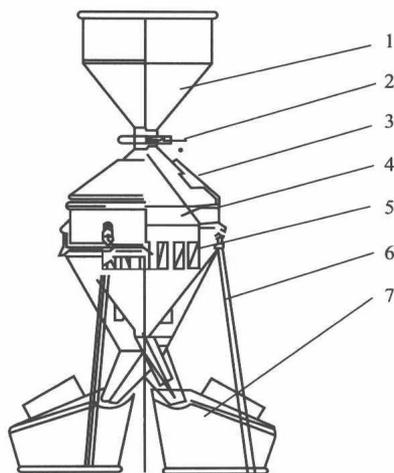


图 1-2 钟鼎式分样器

1—料斗；2—开关；3—锥形套；4—锥顶；  
5—分样格；6—撑脚；7—承接器

采用分样器（见图1-2）进行分样，分样器由漏斗、分样格和接样斗等部件组成，样品

通过分样格被分成两部分。分样时将清洁的分样器放稳，关闭漏斗开关，放好接样斗，将样品从高于漏斗口约 5cm 处倒入漏斗内，刮平样品，打开漏斗开关，待样品流尽后，轻拍分样器外壳，关闭漏斗开关，再将两个接样斗内的样品同时倒入漏斗内，继续照上法重复混合两次。以后每次用一个接样斗内的样品按上述方法继续分样，直至一个接样斗内的样品接近需要试样重量为止。

## 二、木薯片、甘薯片取样

取样包数为 200 包以下的取样不少于 10 包，200 包以上的每增加 100 包增取 1 包。取样采取倒包和拆包相结合的方法。倒包是先将取样包放在洁净的塑料布或地面上，拆去包口缝线，缓慢地放倒，双手紧握袋底两角，提起约 50cm 高，拖倒约 1.5m 全部倒出后，从相当于袋的中部和底部用取样铲（见图 1-3）取出样品。每包、每点取样数量一致。拆包是将袋口缝线拆开 3~5 针，用取样铲从上部取出所需样品，每包取样数量一致。取样比例：倒包按规定取样包数的 20%；拆包按规定取样包数的 80%。

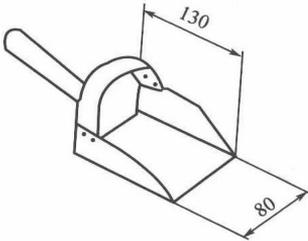


图 1-3 取样铲

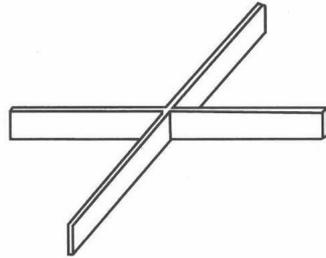


图 1-4 四分法分样器

采用四分法进行分样，将样品倒在光滑平坦的桌面上或玻璃板上摊成正方形，然后从样品左右两边铲起样品约 10cm 高，对准中心同时倒落，再换一个方向同样操作（中心点不动），如此反复混合四五次，将样品摊成等厚的正方形，用分样板（见图 1-4）在样品上划两条对角线，分成四个三角形，取出其中两个对顶三角形的样品，剩下的样品再按上述方法反复分取，直至最后剩下的两个对顶三角形的样品接近 100~200g 为止。

## 第二节 水 分

水分是淀粉质原料分析中最基本的检测项目之一，也是衡量原料质量和利用价值的重要指标，原料水分含量高，贮藏时容易导致微生物生长，造成原料污染和可利用成分减少以及降低粉碎机的生产能力。对淀粉质原料进行水分测定在计算生产中的物料平衡和实行工艺监督等方面具有重要的意义，水分测定主要采用常压干燥法和红外线快速水分测定仪测定法测定。

### 一、常压干燥法

#### （一）原理

利用样品中水分的物理性质，在 101.3kPa（一个大气压），温度 101~105℃ 下采用挥发方法测定样品中干燥减轻的重量，再通过干燥前后的称量数值计算出水分的含量。

## (二) 仪器和设备

- (1) 扁形铝制或玻璃制称量瓶。
- (2) 电热恒温干燥箱。
- (3) 干燥器 内附有变色硅胶(变色硅胶一经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)。
- (4) 天平 感量为 0.0001g。

## (三) 分析步骤

取洁净铝制或玻璃制的扁形称量瓶,置于 101~105℃ 干燥箱中,瓶盖斜支于瓶边,加热 1.0h,取出盖好,置干燥器内冷却 0.5h,称量,并重复干燥至前后两次质量差不超过 2mg,即为恒重。将混合均匀的试样迅速磨细至颗粒小于 2mm,不易研磨的样品应尽可能切碎,称取 2~10g 试样(精确至 0.0001g),放入此称量瓶中,试样厚度不超过 5mm,如为疏松试样,厚度不超过 10mm,加盖,精密称量后,置 101~105℃ 干燥箱中,瓶盖斜支于瓶边,干燥 2~4h 后,盖好取出,放入干燥器内冷却 0.5h 后称量。然后再放入 101~105℃ 干燥箱中干燥 1h 左右,取出,放入干燥器内冷却 0.5h 后再称量。并重复以上操作至前后两次质量差不超过 2mg,即为恒重。两次恒重值在最后计算中,取最后一次的称量值。

## (四) 计算结果

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100$$

式中  $X$ ——试样中水分的含量, g/100g;

$m_1$ ——称量瓶和试样的质量, g;

$m_2$ ——称量瓶和试样干燥后的质量, g;

$m_3$ ——称量瓶的质量, g。

## 二、红外线快速水分测定仪测定法

### (一) 原理

红外线是波长为 0.72~1000 $\mu\text{m}$  的电磁波,波长在 5.6 $\mu\text{m}$  以上的称远红外线,由于湿物料及水分等在远红外区有很宽的吸收带,对此区域某些频率的远红外线有很强的吸收作用,因此可用红外线加热将水分从样品中去除,再通过干燥前后的质量差即可计算水分含量。

### (二) 主要仪器

红外线快速水分测定仪。

### (三) 分析步骤

将待测样品磨碎过 40 目筛,取约 3g 左右(误差应小于 $\pm 0.005\text{g}$ )的过筛样品,充分混样,薄薄铺满称盘底,在仪器重量指示灯亮状态下,用手扶住机身,轻轻掀起加热筒。用试样匙取试样放在称量盘中,此时仪器显示“3.000”g 左右,取下称量盘用手将试样表面抖均匀或用小棒使试样表面均匀(注意防止试样丢失),放在托架上,连同托架一起轻轻放到称量盘支架上,合上加热筒。待重量显示稳定时,按“ $\uparrow$ ”键,紧接按“测试”键,仪器自动开始测定水分,此时水分示值指示灯亮,数据窗显示正在失去的水分量。温度显示值在上升,直到设定值。在测定水分中温度显示值上下跳动 2~3 度为正常现象。当水分测定完成后,仪器自动停止加热,并发出报警声,按一次“显示”键即可消除报警声,此时显示判别

时间。再按一次“显示”键，仪器显示最终水分值。掀起加热筒，用托架取出称量盘，用备用称量盘放到称量支架上，按“置零”键置仪器显示为0.000。另一称量盘待冷却后，倒出试样，清理，以备下一次测定水分用。

#### (四) 计算结果

从仪器上直接读取样品的水分含量。

## 第三节 淀 粉

淀粉质原料中所含的淀粉含量一般为70%~75%，是霉菌和酵母的营养及能源，也是生产酒精的物质基础。原料中淀粉含量越高，生成酒精也就越多，所以它和产量有着密切的关系。

淀粉经液化酶和糖化酶作用可分解成葡萄糖，由于葡萄糖具有还原性，可按还原糖进行测定，再折算成淀粉。测定方法主要有酶水解法、酸水解法、旋光法以及酶-比色法。

### 一、酶水解法

#### (一) 原理

样品经除去脂肪及可溶性糖类后，用淀粉酶将淀粉水解成双糖，再用盐酸将双糖水解开成单糖，最后按还原糖测定，并折算成淀粉。

#### (二) 试剂

- (1) 0.5%淀粉酶溶液 称取淀粉酶0.5g，加100mL水溶解，数滴甲苯或三氯甲烷，防止长霉，贮于冰箱中。
- (2) 碘溶液 称取3.6g碘化钾溶于20mL水中，加入1.3g碘，溶解后加水稀释至100mL。
- (3) 乙醚。
- (4) 85%乙醇。
- (5) 6mol/L盐酸 量取50mL盐酸加水稀释至100mL。
- (6) 甲基红指示液 0.1%乙醇溶液。
- (7) 20%氢氧化钠溶液。
- (8) 碱性酒石酸铜甲液 称取34.639g硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )。加适量水溶解，加0.5mL硫酸，再加水稀释至500mL，用精制石棉过滤。
- (9) 碱性酒石酸铜乙液 称取173g酒石酸钾钠与50g氢氧化钠，加适量水溶解，并稀释至500mL，用精制石棉过滤，贮存于橡胶塞玻璃瓶内。
- (10) 0.1000mol/L高锰酸钾标准溶液。
- (11) 硫酸铁溶液 称取50g硫酸铁，加入200mL水溶解后，加入100mL硫酸，冷后加水稀释至1000mL。

#### (三) 分析步骤

##### 1. 样品处理

称取2~5g样品，置于放有折叠滤纸的漏斗内，先用50mL乙醚分5次洗除脂肪，再用约100mL85%乙醇洗去可溶性糖类，将残留物移入250mL烧杯内，并用50mL水洗滤纸及漏斗，洗液并入烧杯内，将烧杯置沸水浴上加热15min，使淀粉糊化，放冷至60℃以下，加

20mL 淀粉酶溶液，在 55~60℃ 保温 1h，并时时搅拌。然后取 1 滴此液加 1 滴碘溶液，应不显现蓝色，若显蓝色，再加热糊化并加 20mL 淀粉酶溶液，继续保温，直至加碘不显蓝色为止。加热至沸，冷后移入 250mL 容量瓶中，并加水至刻度，混匀，过滤，弃去初滤液。取 50mL 滤液，置于 250mL 锥形瓶中，并加水至刻度，沸水浴中回流 1h，冷后加 2 滴甲基红指示液，用 20% 氢氧化钠溶液中和至中性，溶液转入 100mL 容量瓶中，洗涤锥形瓶，洗液并入 100mL 容量瓶中，加水至刻度，混匀备用。

## 2. 测定

吸取 50mL 处理后的样品溶液，于 400mL 烧杯内，加入 25mL 碱性酒石酸铜甲液及 25mL 乙液，于烧杯上盖一表面皿，加热，控制在 4min 内沸腾，再准确煮沸 2min，趁热用铺好石棉的古氏坩埚或 G4 垂融坩埚抽滤，并用 60℃ 热水洗涤烧杯及沉淀，至洗液不呈碱性为止。将古氏坩埚或垂融坩埚放回原 400mL 烧杯中，加 25mL 硫酸铁溶液及 25mL 水，用玻璃棒搅拌使氧化亚铜完全溶解，以 0.1000mol/L 高锰酸钾标准溶液滴定至微红色为终点。

同时量取 50mL 水及与样品处理时相同量的淀粉酶溶液，按同一方法做试剂空白实验。

## (四) 计算结果

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times 0.9}{m \times \frac{50}{250} \times \frac{V}{100} \times 1000} \times 100\%$$

式中 X——样品中淀粉的含量，%；

$A_1$ ——测定用样品中还原糖的含量，mg；

$A_2$ ——试剂空白中还原糖的含量，mg；

0.9——还原糖（以葡萄糖计）换算成淀粉的换算系数；

$m$ ——称取样品质量，g；

$V$ ——测定用样品处理液的体积，mL。

## 二、酸水解法

### (一) 原理

样品经除去脂肪及可溶性糖类后，其中淀粉用酸水解成具有还原性的单糖，然后按还原糖测定，并折算成淀粉。

### (二) 试剂

- (1) 乙醚。
- (2) 85% 乙醇溶液。
- (3) 盐酸溶液 (1+1)。
- (4) 40% 氢氧化钠溶液。
- (5) 10% 氢氧化钠溶液。
- (6) 甲基红指示液 2g/L 乙醇溶液。
- (7) 精密 pH 试纸。
- (8) 20% 乙酸铅溶液。
- (9) 10% 硫酸钠溶液。
- (10) 乙醚。

(11) 碱性酒石酸铜甲液 称取 34.639g 硫酸铜 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )。加适量水溶解，加 0.5mL 硫酸，再加水稀释至 500mL，用精制石棉过滤。

(12) 碱性酒石酸铜乙液 称取 173g 酒石酸钾钠与 50g 氢氧化钠, 加适量水溶解, 并稀释至 500mL, 用精制石棉过滤, 贮存于橡胶塞玻璃瓶内。

(13) 硫酸铁 称取 50g 硫酸铁, 加入 200mL 水溶解后, 加入 100mL 硫酸, 冷后加水稀释至 1000mL。

(14) 0.1000mol/L 高锰酸钾标准溶液。

### (三) 仪器

- (1) 水浴锅。
- (2) 高速组织捣碎机 1200r/min。
- (3) 皂化装置并附 250mL 锥形瓶。

### (四) 分析步骤

#### 1. 样品处理

称取 2.0~5.0g 磨碎并过 40 目筛的样品, 置于放有慢速滤纸的漏斗中, 用 30mL 乙醚分三次洗去样品中的脂肪, 弃去乙醚。再用 150mL 85% 乙醇溶液分数次洗涤残渣, 除去可溶性糖类物质, 并滤干乙醇溶液。以 100mL 水洗涤漏斗中残渣并转移至 250mL 锥形瓶中, 加入 30mL 盐酸 (1+1), 接好冷凝管, 置沸水浴中回流 2h。回流完毕后, 立即置流水中冷却。待样品水解液冷却后, 加入 2 滴甲基红指示液, 先以 40% 氢氧化钠溶液调至黄色, 再以盐酸 (1+1) 校正至水解液刚变红色为宜。若水解液颜色较深, 可用精密 pH 试纸测试, 使样品水解液的 pH 约为 7.0。然后加 20mL 20% 乙酸铅溶液, 摇匀, 放置 10min。再加 20mL 10% 硫酸钠溶液以除去过多的铅。摇匀后将全部溶液及残渣转入 500mL 容量瓶中, 用水洗涤锥形瓶, 洗液合并于容量瓶中, 加水稀释至刻度。过滤, 弃去初滤液 20mL, 滤液供测定用。

#### 2. 测定

吸取 50mL 处理后的样品溶液, 于 400mL 烧杯内, 加 25mL 碱性酒石酸铜甲液及 25mL 乙液。于烧杯上盖一表面皿加热, 控制在 4min 沸腾, 再准确煮沸 2min, 趁热用铺好石棉的古氏坩埚或 G4 垂融坩埚抽滤, 并用 60℃ 热水洗涤烧杯及沉淀, 至洗液不呈碱性为止。将古氏坩埚或垂融坩埚放回原 400mL 烧杯中, 加 25mL 硫酸铁溶液及 25mL 水, 用玻璃棒搅拌使氧化铜完全溶解, 以 0.1000mol/L 高锰酸钾标准溶液滴定至微红色为终点。

同时吸取 50mL 水, 加与测样品时相同量的碱性酒石酸铜甲乙液、硫酸铁溶液及水, 按同一方法做试剂空白试验。

### (五) 计算结果

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times 0.9}{m \times \frac{V}{500} \times 1000} \times 100\%$$

式中 X——样品中淀粉含量, %;

A<sub>1</sub>——测定用样品中水解液中还原糖含量, mg;

A<sub>2</sub>——试剂空白中还原糖的含量, mg;

m——样品质量, g;

V——测定用样品水解液体积, mL;

500——样品液总体积, mL;

0.9——还原糖折算成淀粉的换算系数。