

植物分析實驗指導書

土壤农化系农化教研組編



沈陽農學院

目 录

一、植物水分的测定(蒸馏法, 减压低温烘干法)	1
二、植物灰分的测定(干灰化法, 湿灰化法)	1
三、植物灰分中钙的测定	2
四、植物灰分中钼的测定	3
五、植物灰分中硼的测定	3
六、淀粉的测定(酸水解法, 别氏法测糖分)	5
七、可溶性糖的测定(碘量法)	6
八、蔗糖的测定(旋光法)	7
九、蛋白质的测定(微量蒸馏法)	7
十、脂肪的测定(索氏法, 叶氏法)	9
附: 实验报告(一至十)	10

一、植物水分的測定

甲苯蒸餾法：

(一) 測定方法：在粗天平上称取已經磨細的种子10—12克或切細的莖叶5—10克放于金及斯达尔克仪器的燒瓶中（乾燥！）加入甲苯100毫升（或加入无水的拖拉机用輕石油，煤油，或汽油其沸點在95°C以下），然后小心地将各部分仪器連接在一起，使水通过冷凝管，并将燒瓶加热同时控制蒸餾，使排水管中每秒鐘有2—4滴液体落下來。若在蒸餾終了时，有水滴殘留在冷凝管中，則用帶有橡皮头的玻棒或短暫更为激烈的沸騰將這點水赶走，当承受器中水的体積不再增加且排水管中溶剂上层也开始澄清时，停止蒸餾，此后当承受及其中的水已取得室溫时，讀取承受器中的水量。若在承受器中溶剂仍是渾濁的，則將承受器放在熱水中20—30分鐘使其澄清，冷却至室溫讀數。

(二) 仪器及器皿：1. 金及斯达尔克仪器；2. 电爐；3. 粗天平；4. 小刀。

(三) 試剂：甲苯

(四) 計算：水分% = $\frac{\text{餾出水分体積} \times 0.998}{\text{样本重}} \times 100$

二、植物中灰分的測定

(一) 分析步驟：在分析天平上称取風干样本2—5克（称至0.0001克），放入已知重量的瓷坩堝中（坩堝事先經高溫电爐上处理20分鐘，使之恒重并編号），样本不宜放得太紧，否則有碍灰化速度，再把坩堝置泥三角上用酒精灯燒灼底部，或改用石棉网在电爐上灼燒，使坩堝内被測物漸漸变黑炭化，但不要起火燃燒，唯恐乾餾太劇，少部分灰分要随炭粒逸去！这样直至不冒白烟为度，表示样本全部炭化。

把炭化后的样本及坩堝放在高溫电爐（550°C）中或酒精噴灯上灼燒二小时左右，使样本灰分呈淺灰色或白色程度。处理完畢，放入干燥器（待坩堝稍冷再蓋蓋！）冷却十五分鐘后称重。然后再經高溫处理15分鐘，再称量，直至二者重量之差不大于0.0003克为止。

如按上手續处理不能获得滿意的結果者（灰分呈灰黑色）則停止加热，冷却后加數滴40% NH_4NO_3 液或濃硝酸浸潤灰分，蒸干后重行高溫燒灼，如此手續可反覆數次，直到灰分呈白色为止。

加硝酸銨或硝酸仍不能获得良好的結果者，則加蒸餾水于坩堝中，加热溶解灰分，用无灰濾紙過濾，并用熱蒸餾水洗滌濾紙上的沉淀，收集濾液。在濾紙上和坩堝內的炭粒，已經不被鹽分包围，再行蒸干灰化，便可得到很好的結果。再將濾液移入同一坩堝，蒸干后再行灰化。

灰分的顏色大多是淺灰色或白色。如是紅棕色表示有相當量的氯化鐵存在，灰分中綠色是有錳的表示。

$$(二) 結果計算 \quad 物質灰分\% = \frac{W_2 - W_3}{W_1 - W_3} \times 100$$

其中: W_1 —烘干樣本重加坩堝重; W_2 —灰分重加坩堝重; W_3 —坩堝重。

$$\text{烘干樣本} = \text{風干樣本重} \times \frac{100-y}{100} \quad y \text{ 為該樣本水分百分數}$$

(三) 儀器: 分析天平 1, 泥三角 2, 坩堝夾 1, 高溫電爐 1 (合用), 坩堝 2, 牛角勺 1, 烘箱 1 (合用), 干燥器 1, 鐵絲網 1, 石棉網 1。

(四) 試劑: 1. 5% $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 水溶液 (用作寫坩堝號碼); 2. 40% NH_4NO_3 液, 化學純。

三、植物灰分中錳的測定

(一) 操作步驟

1. 樣品灰化: 稱取樣品 2.0—2.5 克 (小麥、水稻 2 克, 大豆 2.5 克), 放入 250ml 凱氏瓶中 (樣品切勿沾在瓶壁上!), 用滴管先用少許濃 HNO_3 濕潤樣品待 NO_2 跑后再加入 5—7ml 濃 H_2SO_4 搖勻, 放在電爐上加熱, 溫度應由低到高。為加速樣品的灰化, 可每隔 20—30 分鐘取下凱氏瓶一次, 冷卻, 加入濃 HNO_3 1—2ml, 然後繼續加熱灰化。當瓶中溶液為無色或淡黃色的清澈液後, 取下凱氏瓶, 冷卻, 如溶液為黃色清澈液則表示有機質尚未分解完全, 須繼續加熱灰化, 如為無色的清澈液則表示灰化完畢。

2. 錳之氧化: 在灰化好的溶液中加入少量水 (10—15ml) 將溶液通過普通濾紙濾入 100ml 容量瓶中, 用少量蒸餾水洗滌凱氏瓶, 沉淀及濾紙 3—4 次, 洗滌液都收集于 100 容量瓶中, 溶液體積要在 50ml 以下! 然後加入 2ml 85% H_3PO_4 , 5ml HNO_3 , 3ml 2% AgNO_3 和 5 克左右固體過硫酸銨。放在沸水浴上加熱 10—15 分鐘, 此時溶液顯粉紅色, 待溶液顏色深度不再加深, 過量的過硫酸銨完全破壞後, 取出容量瓶, 冷卻至室溫, 用蒸餾水稀釋到刻度, 上下搖動均勻, 以備光电比色測定。

3. 光电比色 (1) 系列標準錳液之配制: 吸取 100 p.p.m 標準錳液不同數量, 分別置于 100ml 容量瓶中加入濃 HNO_3 5—8ml, 85% H_3PO_4 2ml, 和 2% AgNO_3 3ml 用蒸餾水沖淡至體積約 50ml, 加入過硫酸銨 1—5 克, 在沸水浴上維持 2—10 分鐘至顯粉紅色 (如錳的濃度大則為紫色) 出現, 加水近刻度, 再煮 10 分鐘, 最後冷卻至室溫, 加水至刻度即為標準色。(2) 繪制標準曲線: 取系列標準錳液在光电比色計上, 使用黃綠色濾光板, 分別測定其光密度, 以濃度為橫座標光密度為縱座標即可繪出標準曲線。(3) 供試液含錳量的測定: 取上制備好的供試液, 同上法在光电比色計上測定其光密度, 在標準曲線上找出相應的錳離子的含量。

$$(二) 結果計算: \quad \text{Mn}\% = \frac{\text{p.p.m.} \times \text{稀釋倍數}}{\text{烘干樣本重} \times 10^{-6}} \times 100$$

$$\text{Mn p.p.m} = \frac{\text{p.p.m.} \times \text{稀釋倍數}}{\text{烘干樣本重}}$$

(三) 試劑:

1. 100p.p.M 標準錳液: 稱純 KMnO_4 0.144 克 (相當 0.05 克錳), 溶于少量水中加 (1:4)

H₂SO₄ 75ml, 攪動, 緩緩加入不含氧化物的Na₂SO₃溶液, 至紫色消失, 煮沸以去除SO₂, 維持沸騰5—10分鐘, 冷卻, 傾入500ml容量瓶中, 用蒸餾水稀釋至刻度, 此溶液為含錳100 p.p.m. 2. 85% H₃PO₄ 3. 2% AgNO₃ 4. 固體(NH₄)₂S₂O₈ 5. 濃HNO₃ 6. 濃H₂SO₄ 7. 飽和Na₂SO₃溶液。

(四) 儀器:

1. 凱氏瓶 250ml 2个; 2. 小漏斗 2个; 3. 容量瓶 100ml 2个; 4. 量筒 10ml 2个; 5. 滴管; 6. 台秤 1/100 1个(公用); 7. 電爐 2个; 8. 水浴鍋 四孔 1个(二人公用); 9. 光电比色計 1个(公用); 10. 比色管 10个(公用)。

四、植物中灰分鉬的測定

(一) 操作步驟:

1. 樣本灰化: 稱取大豆樣本4—5克, 在瓷坩堝中加熱炭化, 然後移入馬福爐中在550°C下灼燒, 灰化完成後, 用水濕潤灰分, 加入濃HCl 7ml, 用玻棒攪動以助灰分溶解(可稍微加熱)。

2. 比色滴定: (1) 滴定液的制備: 將坩堝中的供試液全部移入100ml燒杯中, 用水洗坩堝2—3次, 洗液也收集於燒杯中並加水使供試液體積約30ml。加20% KSCN溶液3ml, 注意此紅色深淺, 攪拌均勻後加10% SnCl₂溶液3ml, 再攪拌均勻。另取同一體積, 大小完全相同的燒杯, 加等量無Mo蒸餾水以代替供試液, 加FeCl₃溶液2ml左右(含Fe約10⁻⁵克), 濃HCl 7ml, 20% KSCN溶液3ml, 攪拌均勻, 加入10% SnCl₂溶液3ml再攪拌均勻。做為空白試樣。

(2) 比色滴定: 將燒杯兩個並排於一個白磁板上, 然後往空白試樣中逐滴加入鉬的標準溶液, 不斷地攪拌, 直至兩個燒杯中顏色強度相同為止。必要時可往試樣中補入蒸餾水, 以使二燒杯溶液體積相同, 以進行比色。記下標準鉬液用量。

(二) 結果計算:
$$\text{Mo p.p.m.} = \frac{\text{p.p.m. 數} \times \text{稀釋倍數}}{\text{烘干樣本重}}$$

$$\text{Mo}\% = \frac{\text{p.p.m.} \times \text{稀釋倍數}}{\text{烘干樣重} \times 10^{-n}} \times 100$$

(三) 試劑: 1) 濃HCl; 2) 20% KCNS; 3) 10% SnCl₂; 4) 標準鉬液: 稱(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O 0.552克, 用水溶解移入1000ml容量瓶中; 用水稀釋到刻度, 此液含為30p.p.m.

(四) 儀器: 1. 坩堝 25ml I. 2个; 2. 燒杯 100ml 2个; 3. 微量滴定管 10ml 1个; 4. 白磁板 1塊, 5. 滴定架 1个。

五、植物灰分中硼的測定

(一) 操作步驟: 稱取大豆樣本10—15克, 放在磁蒸發皿中, 以10—25ml Na₂CO₃溶液(含2克 Na₂CO₃)使它濕潤, 並于105°C下烘干, 然後放在電爐上低溫炭化, 再移入馬福爐中小于550°C煅燒並除去有機質, 和鹼酸鹽, 所得灰分採用下法進行硼的測定。

1. 容量法: 在灰分中加10ml熱水, 煮沸過濾, 殘渣再加10ml水煮沸再過濾, 收集二次濾

液于125ml三角瓶中，加甲基紅指示剂3滴，滴加0.1 N H_2SO_4 使呈酸性，在小火上煮沸5分鐘除去 CO_2 ，盖上表玻璃，以防吸收 CO_2 并以流水冷却。冷后以0.02N NaOH滴定甲基紅之中和點（黃色），記下滴定管上讀數，作为 H_3BO_3 之开始。加入甘露蜜醇1克，此时形成了甘露醇硼酸，因有甲基紅存在，溶液变紅（示溶液为酸性），繼續滴定，溶液顏色由紅变黃，加酚酞3滴，再加入甘露蜜醇0.5克，再繼續滴定，这样反覆進行滴定，直到加入甘露蜜醇时溶液顏色保持黃色不变为止繼續用0.02N NaOH滴定至酚酞現紅色为終點。甲基紅与酚酞之間0.02N NaOH之量即相当于 H_3BO_3 之量。

同时進行一个空白試驗，包括所有的处理，最后也以滴定，予以校正NaOH数值。

結果計算： $H_3BO_3 + NaOH \rightarrow NaBO_2 + 2H_2O$

根据反应式可計算出 $1m. NaOH \equiv 0.01082 \text{ mg B}$

$$B\% = \frac{NV \times 0.01082}{\text{样重 (mg)}} \times 100$$

其中 N—标准NaOH的濃度，V—标准NaOH的体积。

2. 比色法：将灰分用少量0.1N H_2SO_4 溶解洗入50ml容量瓶中，加水稀釋至刻度，比色測定时，可吸取1ml溶液于大試管中，再准确加入9ml濃 H_2SO_4 混合之，待冷却后加入0.5ml 0.01% 茜素紫紅溶液，搖动均匀，15分鐘后与系列标准液比色也可用光电比色計。

标准溶液的制备如下：用微量滴定管加不同体积的D溶液或A溶液于同样的大試管中，准确地加水至1ml，然后加濃 H_2SO_4 9ml，并加混合，冷却后，加0.5ml 0.01% 茜素紫紅溶液，重新加以混合，15分鐘后，显色完全，且其藍色的加深依硼量多寡而不同，标准溶液的顏色在避免水分及氧化剂的作用条件下，可以在兩星期的時間內保持穩定，为便利起見，可制备下列含硼量的兩組标准溶液。

組別	标准液号	(微克数) 硼量	(毫升数) 水量	溶液D量 (毫升数)
第一組	1	—	1.0	—
	2	0.2	0.8	0.2
	3	0.4	0.6	0.4
	4	0.6	0.4	0.6
	5	0.8	0.2	0.8
	6	1.0	—	1.0
第二組	7	1.5	0.85	0.15
	8	2.0	0.80	0.20
	9	2.5	0.75	0.25
	10	3.0	0.70	0.30
	11	3.5	0.65	0.35
	12	4.0	0.60	0.40

結果計算： $B\% = \frac{\text{比色时所得毫克数} \times \text{稀釋倍数}}{\text{样本重 (毫克)}} \times 100$

(二) 试剂: 1. 硼酸标准液: 溶解2.8578克純硼酸于1升水中以調备之, 此溶液1毫升含0.5毫克硼。2. 溶液A (每毫升含硼0.01毫克) 稀釋20毫升标准溶液至1升以調备之。3. 溶液D(每毫升中含硼0.001毫克) 將溶液A稀釋10倍調备之。4. 0.02N NaOH, 5. 1N H_2SO_4 , 6. 1N NaOH, 7. 0.1N HCl, 8. 甘露蜜醇, 9. 濃 H_2SO_4 , 10. 0.01% 茜素紫紅, 11. 甲基紅指示剂, 12. 酚酞指示剂, 13. 固体碳酸鈉。

(三) 仪器: 1. 三角瓶 125ml, 2. 电爐, 3. 馬福爐, 4. 微量滴定管 10ml, 5. 容量瓶 1000ml, 6. 容量瓶 50ml, 7. 試管(或比色管)。

六、澱粉的測定

(一) 操作步骤: 总的是二个步骤: 即1) 淀粉水解, 2) 用伯川法測定葡萄糖。

1. 淀粉酸水解: 在分析天秤上称取样本1.5克, 放入250ml三角瓶中, 加1% HCl 150ml, 用具有長玻管的塞子塞紧, 在沸水浴上加热。经过3—4小时, 取出試样少許, 在显微镜下用碘的碘化鉀溶液檢查淀粉是否水解完全。水解不完全时, 將与碘形成藍色或紅色反应。

水解结束后冷至室温, 加入甲基紅3—4滴, 用10% NaOH中和至微黄色为止, (此处注意不能加入过量的碱, 因單糖在碱性溶液中要分解。且在加入醋酸鉛沉淀蛋白質时会形成糖的鉛鹽沉淀。) 然后, 逐滴加入10ml 10% 醋酸鉛后靜止, 过滤, 用蒸餾水洗沉淀及三角瓶数次, 濾液和洗液全部收集在250ml容量瓶中, 加水至刻度。盖好瓶塞搖勻。

用吸管吸取濾液50ml于100ml容量瓶中, 逐滴加入5—7ml饱和硫酸鈉溶液以除去过量的醋酸鉛(如不立即測定还原糖, 則可暂时不除鉛, 因鉛离子可以防腐)。加水至刻度, 搖勻, 过滤, 濾液供葡萄糖的測定。

2. 葡萄糖的測定——伯川法吸取濾液20ml, 放入250ml燒杯中, 用量筒加入20ml 4% $CuSO_4$ 和20ml 20% 碱性酒石酸鹽, 攪动后盖以表面皿, 在沸水浴上保持23分鐘后取下靜止一分鐘, 在予先洗淨并鋪好石棉的古氏坩堝中用傾瀉法抽气过滤, 即先将沉淀上層清液倒入坩堝中, 燒杯中的沉淀用蒸餾水傾瀉法洗滌, 沉淀一直不移到过滤器上, 且在沉淀上永远保持一薄層的水, 勿使沉淀暴露在空中, 直至洗至濾液无硫酸根为止(用 $BaCl_2$ 檢查)。洗淨后将坩堝取下, 擦干外緣, 放入原燒杯中, 用量筒加入20—30ml酸性硫酸鉄, 用玻璃棒攪动, 使沉淀完全溶解, 且呈藍綠色, 立即用0.1N $KMnO_4$ 溶液滴定至淡紅色一分鐘不退为止。由 $KMnO_4$ 用量計算銅量, 再从表中(講義P.176)查出葡萄糖的含量。

(二) 計算:

1. 葡萄糖含量計算: 因为1ml 0.1N $KMnO_4$ 相当于55.85mg的Fe, 相当于63.54毫克Cu, 故: ① $N_{KMnO_4} \times V_{KMnO_4} \times 63.54 =$ 待測液中 (20ml) Cu毫克重, ② 从講義第176頁表中查出相当于Cu毫克重的葡萄糖含量(毫克)。③ 換算或稀釋前总体積 (250ml) 中葡萄糖重量。

即表中葡萄糖量(毫克) $\times$ 稀釋倍数 = 稀釋前原液中葡萄糖量(毫克)。

2. 淀粉含量計算:
$$\text{淀粉}\% = \frac{\text{葡萄糖(g)} \times 0.9}{\text{样品重}} \times 100$$

(三) 试剂: 1. 1% HCl, 2. I—KI液, 3. 10% NaOH, 4. 10% $Pb(Ac)_2$,

5. 饱和 Na_2SO_4 , 6. 甲基紅, 7. 維林試劑 } \begin{matrix} 4\% \text{ CuSO}_4 \\ 20\% \text{ 碱性酒石酸鹽} \end{matrix} \quad 8. 10\% \text{ BaCl}_2
9. 酸性硫酸高铁, 10. 0.1N KMnO_4 .

(四) 仪器: 1. 250ml 三角瓶, 2. 空气冷凝管, 3. 漏斗, 4. 250 ml, 100 ml 容量瓶, 5. 50ml, 20ml 吸管, 6. 表面皿、量筒, 7. 分析天秤, 8. 水浴鍋及电爐, 9. 显微镜, 10. 抽濾瓶, 橡皮抽濾漏斗, 11. 古氏坩堝, 12. 石棉。

七、可溶性糖的測定

本实验样品系用白菜及苹果。用碘量法進行測定。

(一) 操作步骤:

1. 糖分提取: 分析材料除塵土后, 很快洗淨擦干, (白菜除掉外部叶子即行) 在白磁板上切成玉米粒大小, 并混勻散成薄層, 从各部分, 取样品放入表面皿中, 在粗天秤上称取白菜10g, 或苹果5g, 置于干淨的研钵中研磨成糊狀 (可加入少許石英砂), 将样本无損失的移入250ml 容量瓶中, 使其体積为150ml, 搖勻后加入2—3滴甲基紅, 若为紅色則滴加0.1N NaOH —3ml 中和其酸性至呈微黃色后放在80°C 水浴上保温30分鐘 (温度必須控制在80°C 左右) 使糖分轉入溶液。加热时搖动數次。

2. 糖溶液的澄清: 用滴管加入10% 醋酸鉛 (或中性醋酸鉛) 5—7ml (發生絮狀沉淀即可) 因少量的糖不妨碍以下測定, 过量的醋酸鉛用饱和 Na_2SO_4 除去 (約5—7ml), 最后加水至刻度, 搖勻后過濾。

3. 还原糖測定: 吸取濾液5ml 于125ml 三角瓶中, 加水至20ml, 再用吸管 (或用滴定管) 加入10ml 0.05N $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 溶液。封放入沸水浴中保持沸騰20分鐘, 此后取出三角瓶, 冷却, 加入(8ml 6.25% ZnSO_4 及2ml 12.5% KI) 搖勻, 加10ml 9% 醋酸溶液, 用标准的0.05N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定至淡黃色时, 加入1% 淀粉指示剂1ml, 繼用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定至藍色消失为止。与上試驗同时作一个对照試驗, 不过不用糖溶液而用20ml 蒸餾水代替糖液, 在这个对照試驗中測定 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 与 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 在本試驗条件下的比例。

(二) 計算:

1. 計算与糖作用的 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 的ml 数。

$$\frac{(\text{对照用 } N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \text{ml}_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}) - (\text{試驗用 } N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \text{ml}_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3})}{0.05N_{\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6}} \\ = N_{\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6} \text{ 的毫升数}$$

2. 計算还原糖%: ①根据上述計算的0.05N $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 体積, 在講義P.178的附表中

查出与其体積相当的还原糖mg 重。②还原糖% = $\frac{\text{还原糖(mg)} \times \text{稀釋倍数}}{\text{样本重(mg)}} \times 100$

(三) 試剂: 1. 甲基紅, 2. 0.1N NaOH , 3. 10% $\text{Pb}(\text{Ac})_2$, 4. 饱和 Na_2SO_4 , 5. 0.05N $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$, 6. 0.05N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 7. 9% HAc , 8. 6.25% ZnSO_4 , 9. 12.5% KI , 10. 1% 淀粉指示剂。

(四) 仪器: 1. 小刀。2. 白磁盤。3. 研鉢。4. 石英砂。5. 水浴, 电爐。
6. 250ml容量瓶, 7. 滴管。8. 5, 10ml吸管。9. 10ml量筒, 10. 滴定管。

八、蔗糖的測定

本实验採取甜菜作为样品

(一) 操作步骤:

1. 取样: 将甜菜根按縱切面積取样, 将取得样本切細, 在粗天秤上称取平均样本13克。在研鉢中加2—3克石英砂, 研成漿狀。

2. 糖分浸出及澄清: 将上述研磨样本, 用50—70ml热水, 洗入250ml燒杯中, 在沸水浴上加热40分鐘, 且每15分鐘搖动內容物一次。以使糖分浸出。然后再将混合物小心由漏斗无损地移入100ml容量瓶中, 加碱性醋酸鉛1—5ml, 以澄清甙及其他影响旋光性的物質, 避免过量的鉛, 在已產生沉淀后加入几滴饱和 Na_2SO_4 溶液以沉淀过量的鉛, 然后将內容物加水至刻度, 仔細搖勻, 待澄清或過濾后得到澄清液, 即可測定其旋光度。

3. 蔗糖的旋光測定: 測定前先将蒸餾水裝入旋光管中測其旋光度(注意管中不应有气泡)由接目鏡中看到一片模糊的彩色时即为另點, 此时刻度盤上亦应指示为另度, 如不在另度时应記錄它的数值, 作測定蔗糖溶液时的校正数。将蒸餾水倒出后, 用測定的溶液洗管二次, 然后裝滿待測液, 放入旋光仪中, 用螺旋調節至接目鏡中出現一片模糊彩色(分不清半圓的明暗)讀下刻度, 观察二次取其平均值。即为旋光度, 測畢后須將溶液倒出, 用蒸餾水洗滌旋光管, 用布擦淨保存起來。

$$(二) 計算 \quad \text{蔗糖}\% = \frac{a \times 2 \times 0.75 \times 0.9925}{26} \times 100$$

a: 旋光度。2: 为13克样品代替26克之修正数。

0.75: 为每一旋光度相当之蔗糖克数。

0.9925: 为对样本中細胞纖維素的修正数, 因它佔一部分体積。

(三) 試剂 1. 碱性醋酸鉛, 2. 酒精或乙醚。

(四) 仪器 1. 盞盤及小刀。2. 研鉢。3. 水浴及电爐。4. 容量瓶, 漏斗, 燒杯。5. 旋光仪(或測糖計)。

九、蛋白質氮的測定

氮的微量測定法

(一) 氮的微量蒸餾器的裝置: 仪器(見講义第 頁)是由四个部分联接而成, 1. 双壁蒸餾瓶, 其中通一弯向瓶底的玻管, 此管的上端接有小漏斗, 瓶之上部接有安全球; 2. 冷凝部分, 其上端以不为酸或碱所侵蝕的管子与安全球相連; 3. 为容量100毫升的三角瓶; 4. 为一筒形管其一端拉成細管以便接橡皮管, 上部接一管以便与蒸气發生器相联接。这一器皿是供作造成真空和調節蒸气压之用。

在測定以前, 仪器照裝置的式樣通蒸气15—20分鐘。

(二) 操作步骤:

1. 样品的沉淀及消化: 純蛋白質的測定, 須在消化前作純蛋白質的沉淀, 在分析天平上称取已磨細样本0.5—1克, 放于150毫升小燒杯中, 由量筒加50毫升蒸餾水, 加热至40—50°C 10分鐘, 即加25毫升 6% CuSO_4 溶液, 然后边拌边加入25毫升 1.25% NaOH 溶液。此时形成沉淀, 1小时后过滤, 用热水洗滌沉淀直至无 SO_4^{2-} 为止, 烘干沉淀及濾紙, 然后将其小心地放入250毫升凱氏瓶之底部, 勿使样品沾附于瓶頸。用量筒加入濃硫酸(比重1.84) 20毫升, 將凱氏瓶置于电爐上進行消化, 消化直到瓶內溶液呈清亮的藍綠色为止。放置冷却最后將消化液倒入250毫升容量瓶中, 同时用蒸餾水冲洗凱氏瓶数次, 洗液一併倒入量瓶中加水稀釋至刻度。搖均。

2. 蒸餾的准备——于100毫升三角瓶中注入20毫升3% 硼酸溶液及混合指示剂二滴, 并放置冷凝器的下端, 使冷凝器下端之玻璃管頂端插入酸溶液中, 吸取消化液20毫升, 由漏斗中注入双壁蒸餾瓶(1)中, 用少量水(2—5毫升)洗滌漏斗約1—2次洗液全部倒入双壁蒸餾瓶中。然后, 再由漏斗中加入7毫升的50% NaOH 溶液, 至双層玻璃器中的液体呈深藍色或棕黑色即可, 証明溶液已呈碱性。

3. 蒸餾——双壁蒸餾瓶通过筒形管(4)与一蒸气發生瓶相联接, 打开其間的自由夾, 使蒸气通过筒形管便到双壁蒸餾瓶中數分鐘后其中溶液因温度加高而达沸騰, 溶液的颜色由深藍色逐漸变成棕黑色。放出的氨經冷凝器(2)而被吸收在酸溶液中約蒸餾20—30分鐘即可結束。在蒸餾的最后5分鐘內將三角瓶液面与冷凝器之管端分开, 然后用蒸餾水將管端冲洗之。取下, 用微量滴定管以标准酸液滴定之, 滴定到三角瓶中溶液呈灰藍色为止。

4. 仪器的洗滌——蒸餾完畢后打开筒形管(4)下的自由夾, 使蒸餾瓶与外界相通同时再关闭筒形管与蒸气發生器間的自由夾, 由于器皿(4)很快冷却, 压力驟減使双層蒸餾瓶(1)中的液体全部抽吸至器皿(4)中并由(4)下端放出之, 然后由漏斗中加水并通入蒸气片刻, 同样地将液体抽出, 如此反覆二、三次則可洗淨, 留待下次測定。最后一次洗滌可将蒸餾水从冷凝器下端倒吸完成。每次蒸餾后, 分析者一定要負責作到用后必洗, 保持仪器的潔淨。

(三) 仪器及器皿 1. 分析天平, 2. 小型消化电爐, 3. 微量蒸餾裝置, 4. 蒸气發生器(一升的平底燒瓶), 5. 100ml 凱氏瓶, 6. 20毫升移液管, 7. 100毫升三角瓶, 8. 电爐(酒精灯), 9. 250毫升容量瓶, 10. 5毫升微量滴定管。

(四) 試剂: 1. 濃硫酸(比重1.84)分析純, 2. 硫酸鉀与硫酸銅混合剂(9:1), 3. 50% NaOH , 4. 3% 硼酸溶液, 5. 0.05N H_2SO_4 标准液, 6. 混合指示剂: 称取大甲基藍0.248克及甲基紅0.375克溶于300毫升95%的酒精中, 7. 6% CuSO_4 , 8. 1.25% NaOH 。

(五) 計算:
$$\text{N}\% = \frac{(\text{V}_{\text{H}_2\text{SO}_4} \text{N}_{\text{H}_2\text{SO}_4}) \times 0.014}{\text{烘干样本重}} \times 100 \quad \text{純蛋白質}\% = \text{N}\% \times 6.25$$

十、植物中粗脂肪的測定

(一) 操作步骤:

1. 样本的准备——用分析天平称取1—2克样本, 仔細的包在干燥而脱脂的濾紙中, 包的大小勿超过浸提器虹吸管的高度, 包好后再称重(这一步很重要, 必須仔細做, 否則样本漏出影响測定結果) 同时將脂肪浸提器的燒瓶洗淨, 烘干称重。

2. 索氏仪器的安装及脂肪的浸提——索氏脂肪提取器(見講義第一頁)是由三部分組成的; 上部是球式(或螺旋式)的迴流冷凝器(1); 中部是浸提器(2); 分样样品的濾紙包就放在这里, 它的一旁为一較粗的潤管, 另一旁为虹吸管; 下部为一燒瓶(3) 其中盛有乙醚或其溶剂, 所有三部都以磨口相連, 每8套組成一組, 在电水浴上加热浸提。

在浸提脂肪前先将脂肪浸提器之三部分洗淨烘干, 將包有样本的濾紙包放入浸提器(2)中, 一般濾紙包的長度不超过虹吸管的高度这一点很重要(为什么?) 然后用量筒取100毫升无水乙醚加入燒瓶(3)内。冷凝器上端塞以脱脂棉以免乙醚吸收空气中的水分和防止乙醚蒸气的揮發。最后小心地将这一套仪器安装到电水浴上, 檢查支撐的夾子是否夾好(切勿用力过大) 各部連接处是否擰紧, 冷凝器的水管是否接通。

待裝置完畢后放熱水于水浴中, 使液面与燒瓶底部接触, 打开电門, 調節并控制水温在40—45°C 此时由于加热乙醚的蒸汽便从側管上达冷凝器, 迅速凝結后, 逐滴滴入浸提器内, 当浸提器中的溶剂液面剛超出虹吸管上面的弯曲部分时, 溶有一部分油的溶剂就流回燒瓶中了, 只要燒瓶内的溶剂充足, 这种迴流現象便不断發生。乙醚的过分离离会造成乙醚大量揮發的损失, 因此應該調節温度使每小时内迴流次数不超过8—10次。浸提的时间, 視分析样品的含油量及其腐敗程度而定, 一般浸提10—12小时已足够了。

(3) 剩余乙醚的收回及粗脂肪的称重——浸提完畢后, 先将濾紙包取出, 等浸提器中的乙醚容積未超过虹吸管的高度时, 小心取下浸提器, 將其稍上傾斜, 而將其中乙醚全部流出收回。如此操作, 直至濾紙中不再有乙醚蒸汽蒸出为止。然后将燒瓶取下, 用濾紙擦淨瓶底, 放到烘箱中在100—105°C 下干燥約一小时, 此时注意在干燥的最初阶段應該打开烘箱的門, 讓瓶中残余的乙醚蒸汽逸出, 否則会釀成意外的事件! 烘干后取出帶油的燒瓶, 在干燥器中冷却, 称重, 此重与燒瓶重量之差即为粗脂肪重。

(二) 仪器及器皿: 1. 索氏脂肪浸提器, 2. 电水浴, 3. 分析天平。

(三) 試剂: 不含水的乙醚。

(四) 計算: 脂肪% = $\frac{(\text{浸提后燒瓶重} - \text{空燒瓶重})}{\text{烘干样本重}} \times 100$

(索氏法——直接法)

脂肪% = $\frac{(\text{浸提前濾紙及樣重} - \text{浸提后濾紙及残余重})}{\text{烘干样本重}} \times 100$

(叶氏法——間接法)

实验报告(一)

- 一、实验项目：植物中水分的测定
- 二、测定方法：1. 蒸馏法，2. 烘干法。
- 三、测定原理及主要步骤：
- 四、测定数据记录：

测定方法	样本名称	样本重	馏出水分体积	失水后样重	水分%
蒸馏法				—	
烘干法			—		

- 五、计算过程：
- 六、问题，心得体会：

实验报告(二)

- 一、实验项目：植物灰分的测定
- 二、测定方法：干灰化法
- 三、测定原理及主要步骤：
- 四、测定数据记录：

样本名称	样本重 + 坩埚重	坩埚重	烧后样本坩埚重	灰分%

- 五、计算：
- 六、问题心得体会：

实验报告(三)

- 一、实验项目：植物灰分中钼的测定。
- 二、测定方法：比色滴定法。
- 三、测定原理及步骤：
- 四、记录

样 本 名 称	样 本 重	滴定所用标准 Mo		测得样本含 Mo P.P.M.
		P.P.M.	ml	

五、計算：

$$\text{样本含 Mo P.P.M.} = \frac{\text{滴定用标准 Mo}}{\text{样本重}}$$

六、問題，心得，体会：

实 驗 报 告(四)

一、实验项目：植物中锰的测定。

二、测定方法：比色法。

三、原理及主要步骤：

相 当 Cu (毫克)	查表得葡萄糖 (毫克)	淀 粉 (%)

四、記錄：

样 本 名 称	样 本 重	稀 釋 体 積	测得P.P.M.数	計算 P.P.M.

五、計算：

$$\text{植物中 Mn} \times \text{P.P.M.} = \frac{\text{测得P.P.M.} \times \text{稀釋倍数}}{\text{样本重}}$$

六、心得，体会，問題：

实 驗 报 告(五)

一、实验项目：植物中淀粉测定

二、测定方法：酸水解法，伯川法测糖

三、原理及主要步骤：

四、記錄：

样本名称	样本重	样 本 稀 釋 体 積				KMnO ₄	
		原体积	第一次稀釋体积	总体积	测定体积	N	V

五、計算：

$$\text{淀粉}\% = \frac{\text{葡萄糖(毫克)} \times 0.9}{\text{樣本重(毫克)}} \times 100$$

六、問題，心得，体会：

實驗報告(六)

一、實驗項目：糖分的測定

二、測定方法：碘量法

三、原理及主要步驟：

四、記錄：

樣本名稱	樣本重	$K_2Fe(CN)_6$		$Na_2S_2O_3$		相當還原糖 (毫 克)	糖%
		N	V	N	V		

五、計算：

$$\text{還原糖}\% = \frac{\text{還原糖 mg} \times \text{稀釋倍數}}{\text{樣重}} \times 100$$

六、心得，体会，問題：

實驗報告(七)

一、實驗項目：脂肪測定

二、實驗方法：索氏、叶氏法

三、原理及步驟：

四、記錄：

樣本名稱	樣 本 重	樣本+濾紙重	抽取后樣本濾紙重	燒 瓶		脂 肪%
				空 重	油 重	

五、計算：

$$\text{脂肪}\% = \frac{(\text{抽前重} - \text{抽后重})}{\text{樣本重}} \times 100$$

$$\text{或} = \frac{(\text{瓶及油重} - \text{空瓶重})}{\text{樣本重}} \times 100$$

六、問題，心得，体会：

實驗報告(八)

一、實驗項目：植物中氮的測定

二、測定方法：凱氏微量定N法

三、原理及步驟：

四、記錄：

樣本名稱	樣重	體積		滴 定 用 酸		氮 (%)
		稀釋體積	吸取體積	N	V	

五、計算：

$$\text{氮}\% = \frac{(N_n + V_n) \times 0.014 \times \text{稀釋倍數} \times 6.25 \times 100}{\text{樣本重}}$$

六、問題、心得、体会：

實驗報告(九)

一、實驗項目：油脂碘價測定

二、實驗方法：Hannus法

三、原理及步驟：

四、記錄：

樣本名稱	樣重	Na ₂ S ₂ O ₃		Hannus液	碘價
		N	V	V	

五、計算：

六、問題、心得、体会：

實驗報告(十)

一、實驗項目：蔗糖測定

二、實驗方法：旋光法

三、原理及步驟：

四、記錄：

樣本名稱	樣重	稱量體積	觀察旋光度	含糖量(%)

五、計算。

六、問題、心得、体会：

實驗報告(十一)

一、實驗項目：

二、測定方法：

三、原理及步驟：

四、記錄：

五、計算：

六、問題、心得、体会：

實驗報告(十二)

一、實驗項目：

二、實驗方法：

三、原理及步驟：

四、記錄：

五、計算：

六、問題、心得、体会：

印刷：沈陽農學院印刷廠
出版日期：1961年 8月
印數：250

沈陽農學院印刷廠印

0.11