

农业分析方法国外 标准译文集

(粮食、水果和蔬菜)

中国农业科学院 科技情报研究所
综合分析室
一九八三年六月

前 言

农业分析是应用广泛，涉及农业生产及农业科学研究各分支学科的一项技术，是进行农业科学研究、发展农业生产的重要手段。随着农业生产及农业科学研究的发展，迫切要求制定农业分析方法标准，以适应农业标准化和现代化需要。

目前我国农业分析标准化工作几乎是空白，或者说刚刚起步。为了借鉴国外农业分析标准化工作的经验，学习国外先进的分析技术，发展我国农业分析技术的研究，制定既符合我国国情又具世界先进水平的农业分析方法标准，我们译编了“农业分析方法国外标准译文集”。

本译文集主要是以国际标准（ISO）为主，同时收集了国际上几个主要有关协会，如：国际谷物化学协会（ICC）；国际理论与应用化学联合会（IUPAC）；美国公职分析化学家协会（AOAC）；美国谷物化学协会（AACC）的标准方法和推荐方法，也收集了少数国家如：英国、苏联、印度等国家有关标准。

本译文集主要内容是关于粮食、水果、蔬菜作物品质的分析方法。分析项目一般都是常用的和急需的。因此本译文集的出版对加强粮食、水果、蔬菜作物品种资源的评价，品质育种，提高研究水平等工作都将起到积极作用；对制定农业分析方法标准具有重要的参考价值。

本译文集适用于广大从事农业科研、分析人员及中、高等农业院校教师进行科研、教学工作的参考。

由于编译水平有限，时间仓促，错误难免，望读者多加指正。

编 者
一九八二年十二月

5132-65
1

目 录

谷物和谷物产品的水分含量测定	(1)
油料种子的水分和挥发物含量测定	(6)
测定谷物和谷物产品水份含量的实用方法	(9)
含油种子中含油量的测定	(12)
油的测定	(17)
在谷物和牲畜饲料中的粗脂肪的测定	(19)
麦、大豆粉、饲料和熟饲料粗脂肪的测定	(21)
动物和植物油和脂肪一皂化值的测定	(22)
三氟化硼法制备脂肪酸甲酯	(24)
气相色谱法测定脂肪酸甲酯	(26)
气相色谱法测定芥子油酸	(30)
还原糖与非还原糖测定	(32)
斯库尔 (Schoorl) 法测还原糖	(34)
盐酸水解测定淀粉含量的方法	(36)
淀粉水解物试验	(39)
氯化钙法测定淀粉含量	(50)
酶解法测定淀粉含量	(51)
淀粉一继而酸水解淀粉酶法	(55)
淀粉一旋光法	(57)
谷物及谷物制品中 α -淀粉酶活性的测定一比色法	(59)
比色法测定 α -淀粉酶活性	(65)
谷物一降落数值的测定	(69)
农业食品产品一粗纤维含量测定一一般方法	(75)
农业食品产品一粗纤维含量测定一修改的沙勒法	(85)
粗纤维的测定	(90)
饲料中粗纤维的测定	(93)
关于农业食品产品一凯氏法测氮含量的一般性说明	(95)
动物饲料一含氮量的测定和粗蛋白质含量计算	(101)
谷物和谷物制品蛋白质测定法	(106)
谷物种子的蛋白质含量测定法	(108)
粗蛋白质一改进凯氏法	(112)
粗蛋白质一微量凯氏法	(114)
粗蛋白质一尤迪染料结合法	(116)
粗蛋白质一小麦和其它谷物的 5 分钟双缩脲方法	(119)

小麦粉中干面筋的测定.....	(121)
氨基氮—改进的索任森方法.....	(123)
食品中有效赖氨酸的测定法.....	(125)
在小麦和土耳其小麦中添加赖氨酸.....	(128)
大豆制品甲酚红指数的测定.....	(130)
维生素A紫外吸收法.....	(133)
测定强化面粉中的维生素A.....	(135)
化学测定谷物制品中的硫胺素 (VB ₁)	(138)
快速法测定强化面粉及强化混合物中的硫胺素 (VB ₁)	(143)
荧光法 (5) 测定硫胺素.....	(147)
荧光法 (8) 测定核黄素 (VB ₂)	(151)
维生素 B ₆ 复合物—化学方法.....	(154)
维生素 B ₆ 复合物—微生物方法.....	(156)
维生素 B ₁₂ —微生物方法.....	(159)
二氯喹酚法 (12) 测定维生素 C	(163)
微量荧光法 (13) 测定维生素 C.....	(165)
维生素 D (14) 测定.....	(167)
高压液相色谱法 (15) 测定维生素 D.....	(174)
谷类产品中烟酸的化学分析.....	(177)
谷物、豆类及其产品—灰分测定.....	(182)
油料种子的剩渣—总灰分的测定.....	(186)
谷物和谷物产品中灰分的测定方法.....	(189)
测定谷物灰分含量的方法.....	(191)
新鲜水果和蔬菜的采样方法.....	(195)
水果、蔬菜产品—可滴定酸度的测定.....	(199)
测定水果和蔬菜产品可溶性固形物含量的折射法.....	(203)
水果、蔬菜产品—不溶水固形物含量的测定.....	(207)
水果和蔬菜产品矿物杂质的测定.....	(210)
水果和蔬菜产品—锡的测定.....	(213)
水果、蔬菜以及有关产品—锌含量的测定.....	(216)
水果、蔬菜以及有关产品—光度法测定苯甲酸.....	(220)
水果、蔬菜和副产品山梨酸含量的测定.....	(224)

谷物和谷物产品的水份含量测定

(基本参考法) (1978.11.15.第一版)

0 绪言

在这个国际标准中指定的基本参考法保证完全从样品中除去水份。象可逆和增加水份的试验都已证明的那样,只要避免通过氧化和失去易挥发的有机物等改变其化学成份。

1 适用范围

这个国际标准指定的基本参考法适用于谷物和谷物产品水份含量的测定*。

此方法不适用于玉米。

这种基本参考法必须使用专门的装置和有经验的分析人员,因此,它只适用于专门的实验室的范围。作为检查的一个标准,也是一个较完善的测定水份含量的常规方法, (详细内容见ISO 712),不用于调解商业争端

2. 参考文献

ISO 712, Cereals and cereal products—Determination of moisture content (Routine reference method)*ISO/R 950, Cereals—Sampling(as grain).

3 定义

水份含量的定义为:在本国际标准指定的条件下,样品所失去的重量。用一个百分数表示。

4 原理

如果有必要,先将样品磨碎,需要处理的加以处理。样品在减压,温度为45°到50℃,有干燥剂的条件下进行干燥,直到衡重为止。

5 设备

5.1 分析天平。

5.1 减压装置,1.3到2.6KPa*,水泵即可。

5.3 应具备以下特性的研磨机:

- a) 由不吸收水份的材料制成。
- b) 易清洗,有尽可能小的死体积。
- c) 研磨能够进行的,快速一致,不明显生热,并尽可能的不接触外界空气。
- d) 可调整,以便能按7.1.1得到样品所需要的粒度。

* 这个方法用于下列产品结果良好:小麦、水稻、大麦、谷子、裸麦和燕麦、谷物、碾碎的谷物,粗粉和面粉。

* 目前在草案阶段,修改的ISO/R 712

* 1.3到2.6KPa = 13到26mbar = 10到20mmHg。

5.4 金属盘³⁾,试验条件下不被腐蚀,带一个能完全密封的盖子,有效面积的底层允许分布的样品,每单位面积不得大于 $0.3\text{g}/\text{cm}^2$ 。

5.5 玻璃皿或瓷皿。

5.6 干燥管⁴⁾,玻璃制的有两个部分,准备放入盘子(5.4)的一部分,尾端是封闭的,准备放入玻璃皿或瓷皿(5.5)的另一部分带一个有活塞的半毛细管为抽空用。两部分由磨口接头连接。

干燥后的试验样品可在此装置中放凉,而且这种操作不需要干燥器(5.9)。

5.7 衡温烘箱,电加热,使装有金属盘的那部分干燥管(5.6),温度能保持在 $45\sim 50^\circ\text{C}$ 之间。

5.8 空气干燥装置,装有分析纯硫酸($P_{20}\geq 1.83\text{g}/\text{m}$)的洗氮瓶连接一个装有在玻璃毛上分布着分析纯五氧化二磷的管子。

5.9 干燥器,装有有效干燥剂。

6 取样

见ISO/R 950

7 方法

7.1 试验样品的制备

7.1.1 不需要研磨的样品

样品的粒度大小要小于或等于 1.7mm ,大于 1mm 的不超过 10% (m/m),小于 0.5mm 的要不少于 50% (m/m)。这样的样品测定之前不需要研磨。

取样之前(7.2.1)要将试样混合好。

7.1.2 需要研磨的样品

如果样品不是7.1.1中所讲的粒度,不经过处理(7.1.2.1)或处理后(7.1.2.2)加以研磨

7.1.2.1 不需要预先处理的研磨

对于研磨中水份含量不可能产生变化的样品[一般来讲含水量在 7 到 17% (m/m)¹⁾(见9.1)的样品]研磨时不需要预先处理。

按7.1.1调节研磨机(5.3)到合适的粒度,研磨少量的样品,弃之。

然后快速研磨大约 3.5g 的样品,随即按7.2.2进行。

7.1.2.2 预先处理的研磨

对于研磨中水份含量会产生变化的样品[一般来讲含水量高于 17% (m/m)¹⁾或于 7% (m/m)]研磨前要预先将样品的含水量调节在 7% 到 17% (m/m)¹⁾之间[尽量在 9% 到 15% (m/m)](见9.1)。

如果水份高于 17% (m/m)¹⁾(多数情况)取大约 3.5g 的试样,精确到 0.2mg ,按7.3所示预先干燥,仅干燥时间为 $1.5\sim 2$ 小时的(见9.2)不需要更换五氧化二磷。

3) 合适的金属盘示意图见A.1(仅作为指导)。

4) 合适的干燥管示意图见A.2(仅作为指导)。

1) 对燕麦来讲为 15% (m/m)。

如果水份低于7% (m/m), 取大约3.5g的试样, 精确到0.2mg, 在适当气压内 (一般为试验室气压) 存放, 使水份达到上面所给的指定范围。称取预先处理的样品, 精确到0.2mg, 随即在已按7.1.1调整到适当粒度的研磨机上研磨 (5.3), 并马上按7.2.2进行操作。

7.2 试样

7.2.1 对于不需要研磨的样品, 迅速称取3g (7.1.1) 放入盘内 (5.4) 精确到0.2mg, 经过干燥, 连同盖子一起称重, 精确到0.2mg。

7.2.2 对于经过研磨的样品来说, 迅速称取获得的全部样品 (7.1.2.1或7.1.2.2) 放入经过干燥, 连同盖子一起称重过, 精确到0.2mg的盘内 (5.4)。

7.3 干燥

将装有试样 (7.2) 的盘子打开 (盖子存放在干燥器内) 放进干燥试管 (5.6) 的封闭部分靠近装有约1cm厚五氧化二磷的器皿 (5.5) 内, 连接干燥试管的两个部分。用真空装置 (5.2) 对干燥试管逐步减压达到1.3至2.6KPa (如: 用一个半毛细管) 以免样品从盘内抛出。关闭相接的真空泵, 将装有样品的那部分试管放入烘箱, 温度控制在45到50℃ (见9.4)。

当五氧化二磷的表面结块时, 先让空气通过半毛细管渐渐进入干燥装置 (5.8), 使器内达到常压后, 更换五氧化二磷。在干燥管内再次减压, 同以前一样进行干燥。

大约100小时之后, 将试管从烘箱中拿出, 在实验室温度下放凉, 如上述恢复试管内的气压, 拆开试管的两个部分, 快速移出盘子, 盖上盖子称重, 精确到0.2mg。

如上所述重复指定的操作, 直到衡重为止 (即直到间隔48h的两次称重相差不大于0.6mg) (见9.3)。

7.4 测定次数

从同一实验室样品中取不同的试样进行两次测定。

8 结果的表示

8.1 计算方法和公式

所获样品水份含量的重量百分数, 用下面公式表示:

a) 不预先处理的样品

$$(m_0 - m_1) \frac{100}{m_0}$$

这里

m_0 试样 (7.2.1或7.2.2) 重量. (g)

m_1 干燥后 (7.3) 的试样重量. (g)

b) 预先处理的样品

$$[(m_0 - m_1) \frac{m_s}{m_0} + m_2 - m_s] \frac{100}{m_2} = 100(1 - \frac{m_1 m_s}{m_0 m_2})$$

这里

m_0 试样 (7.2.2) 重量 (g)

m_1 干燥后 (7.3) 试样重量。(g)

m_2 处理前的样品重量 (7.1.2.2)。(g)

m_3 经处理后的样品重量 (7.1.2.2)。(g)

如果重复 (8.2) 是满意的, 取二次测定的算术平均值做为结果。

8.2 重复性

同时或相继进行的同一分析, 测定的两个结果之间, 每100g样品不超过0.10g, 如果不是这样, 需要重复测定。

对于粒度小的样品来说, 在同一实验所获得的结果每100g样品不超过0.05g。

9 注意事项

9.1 干燥前测定样品含水量的范围要基本符合实验室在20℃的环境条件, 相对湿度40%~70%。对不同的环境条件要加以调整。

9.2 预干燥的时间仅供参考, 根据所使用设备的性能以及所测的谷物来调节条件。

9.3 干燥时间一般不少于150个小时。

9.4 在五氧化二磷的表面如果变色, 表明试样的易挥发有机物有损失, 如果有了显著的颜色, 应适当降低加热的温度。

10 试验报告

试验报告要写明应用的方法和获得的结果, 还要写明不是此国际标准所指定的全部操作细节, 或者是任意选择的, 认为对结果有影响的任何好的条件。

报告包括完成对样品的鉴定所需要的全部过程和进行分析的详细日期。

示 图

适用的盘子和干燥试管

A.1 盘子 (5.4)

下面图中所示的盘子有16cm²有效面积的平底。内高14mm, 可以和下面图中A.2所示的干燥试管一起用。

单位: 毫米

A.2 干燥试管 (5.6)

下面图中所示的干燥试管有一个40/50的磨口, (大端的直径为40mm, 磨口部分长50mm) 可与示图4.1所示的盘子一起用。活塞的橄榄形侧支可以磨口代替。

单位: 毫米

壁厚 = 2 mm

活塞内径为 2 mm, 是倾斜的

译者 马东霞

校者 李伟格

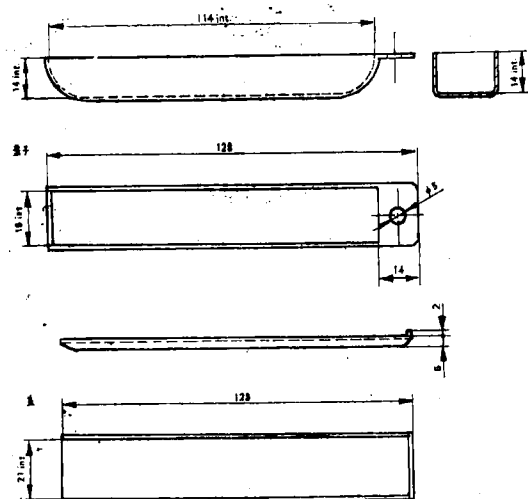


图 1：适用的金属盘和盖子示意图

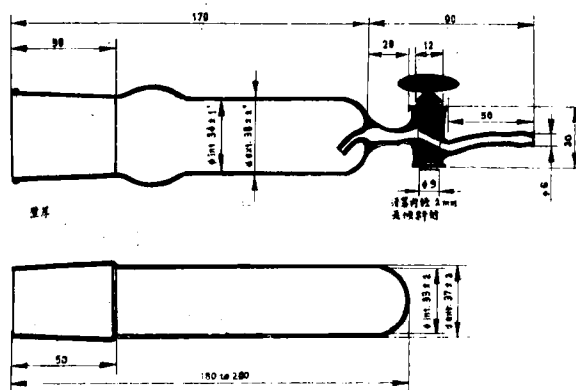


图 2：适用的干燥管示意图

油料种子的水份和挥发物含 量的测定

1 适用范围

这是一个测定油料种子的水份和挥发物含量的指定的国际标准法。

2 参考文献

ISO664, Oilseeds—Reduction of contract samples to analysis samples.

3 定义

水份和挥发物的含量：在下面指定的操作条件下，样品所失去的重量。

4 原理

测定水份和挥发物含量是将获得的试验材料（纯净的和杂质）或根据需要只用纯净的种子：在 103 ± 2 °C的烘箱内，在大气压下干燥，直到接近衡重为止。

5 设备

5.1 分析天平。

5.2 机械磨：易清扫，适合种子的类型，研磨后不产生热量，没有明显的水份，挥发物和油份含量的变化。

5.3 机械擦子，如果没有合适的可用手动擦子。

5.4 平底容器：实验条件下，由耐腐蚀的金属制成，带一个很合适的盖子，允许分布大约 $0.2\text{g}/\text{cm}^2$ 的试样，（例如，容器直径为70mm，高30到40mm）。在买者和卖者一致许可的情况下也可用磨口的玻璃容器。

5.5 电烘箱，带控制恒温器和良好的自然通风，能够调节，使空气和隔板附近放试样的地方，在正常操作条件下温度在101到105°C之间。

5.6 干燥器，装有氧化磷，硅胶，活性氧化铝等有效干燥剂。并带有快速冷却容器（5.4）的金属盘。

6 步骤，全部称量精确到0.001克。

6.1 试验样品的制备

6.1.1 按照ISO664的要求取样，在缩减试验室的样品以前，如果大量的异物已被分离，应按7.1.2的公式计算，以减除这一部分。并根据合同的规定，分析原样样品或先去杂质再分析。

6.1.2 干椰肉可用擦子弄碎或用机械擦，机械擦能处理全样。用手擦时，不可能将所有的分析样品都擦碎，因此应尽可能挑选具有代表性的样品，要考虑到碎片的大小和颜色的不同。

颗粒的长度可超过2 mm，但不能大于5 mm，小心仔细地混合后及时进行测定。

6.1.3 对于中等大小的种子来说（花生、大豆等）除红花种子、葵花种子和带棉籽绒的棉籽之外，将分析样品在事先清扫好的机械磨内研磨（5.2），直到绝大多数的颗粒都不超过2 mm为止。先舍掉一些，（大约样品的二十分之一）。将剩余部分收集起来。仔细混合，并及时进行测定。

6.1.4 分析象红花籽、葵花籽和带棉籽绒的棉籽一样的小籽粒（亚麻籽、菜籽、大麻等等）不需要事先研磨。

6.2 试样

6.2.1 在试验室温度下的干燥器内放置至少30分钟后，带盖称量容器（5.6）的重量。

6.2.2 往容器内称样

称取擦好（见6.1.2）的干椰肉或玉米片等，除红花籽，葵花籽和带棉籽绒的棉籽之外的中等大小的样品， 5 ± 0.5 克，或5~10克完整的红花籽、葵花籽，带棉籽绒的棉籽和其它小粒种子。

将材料分布在容器的整个底层铺平、盖上容器盖、称重。

6.2.3 进行操作要尽可能的快，避免水份含量有任何明显的变化。

6.3 测定

将装有试样的容器揭开盖子，放入事先调整到 103 ± 2 ℃的烘箱里（5.5），关好烘箱，从温度回升到103℃时开始计时，3个小时以后（带棉籽绒的棉籽要12~16小时）打开烘箱，随即盖上容器的盖子，放在干燥器内，在室温下放凉称重。

把容器揭开盖子再次放入烘箱，1小时以后重新盖好容器的盖子，在干燥器内放凉，称重。如果两个样品之间重量相等，或不大于0.005g（对5g样品来说）可完成测定。否则，要将试样在烘箱内再持续1小时，直到连续称重，两次称重之间重量相等或小于0.005g为止。

同一样品应有重复

7 结果的表示

7.1 计算方法和公式

7.1.1 所获样品的水份和挥发物的重量百分含量等于

$$\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_0 容器的重量（g）

m_1 容器和干燥前试样的重量，（g）

m_2 容器和干燥后试样的重量（g）

重复（见7.2）测定满意的话，取两次测定的算术平均值做结果。不然，再取两个样重复测定，如果这两次测定每100g样品又超过了0.2g，取四次测定的算术平均值做结果。每个测定结果之间每100g最大不能超过0.5g。

结果保留一位小数。

7.1.2 如果在分析前，大量的异物已从样品中分离（见6.1.1），多次测定的结果与7.1.1相一致，则用

$$\frac{100-X}{100}$$

X, 在最初获得的样品中, 事先分离的大量不纯物质的重量百分数。

7.1.3 如果对纯净的种子进行水份和挥发物的测定, 就要按7.1.1的公式计算水份和挥发物的含量。

7.2 重复测定

同时或相继进行的同一分析, 测定的两个结果之间每100g样品的水份和挥发物相差不能超过0.2g。

8 注意事项

在烘箱内不要将潮湿的样品与接近干燥的样品放在一起, 因为这样会使即将干燥的样品再次受潮, 影响测定结果。

9 试验报告

试验报告要说明应用的方法和获得的结果。写清测定水份和挥发物含量的这个代表性样品, 是原获得样品还是纯净的种子。还要写明不是此国际标准所指定的全部操作细节, 或者是任意选择的, 以及认为对结果有影响的任何因素。报告包括完成对样品的鉴定所需要的全部过程。

译者 马东霞

校者 李伟格

国际谷物化学协会 (ICC)

ICC—标准 第110号

1 标题

测定谷物和谷物产品中水份含量的实用方法

2 范围

这种在130℃至133℃下的干燥方法,适用于粉碎过的谷物,粒度的大小要等于或小于1.7mm,大于1.0mm的样品重量应小于10%,小于0.5mm的样品重量要大于50%,这种方法还适用于面粉,粗面粉和其它谷物粉碎的产品。

3 定义

一个材料的含水量定义为:在一定条件下,样品材料衡重时所丢失的重量。

4 原理

材料在130°到133℃和正常大气压下干燥,干燥的时间是根据实验中颗粒的大小而确定的。100克样品在衡重时所失去的重量,与基本参考方法测定的水份百分数相一致。

5 试剂

有效干燥剂、即

磷酸酐(五氧化二磷)(P_2O_5),试剂级。

无水硫酸钙($CaSO_4$),粒状的,并经氯化钴饱和。

6 设备

6.1精密天平(最低精确度:1mg)

6.2磨碎机由不吸收任何水份的材料制成,易清洗,磨制高速度,均匀,不生熟,尽可能避免样品与周围空气接触,并且满足第二点中所指出的要求(可卸下锥形磨)。

6.3盘子由防锈金属制成,如果没有可用带盖的玻璃制品代替。它的可利用的表面每平方米允许分布0.3g的样品。

6.4电热干燥箱的温度调节在130°到133℃*,并适当通风**。

6.5具有粗孔金属制隔板干燥器,如没有可用瓷制的。干燥器内装有磷酸酐(五氧化二磷),无水硫酸钙或任何其它的有效干燥剂。

7 取样

按I.C.C.标准方法第101号。

*) 在干燥箱内,空气温度以及样品附近支撑架的温度。

**) 烘箱内的热容量应达到如后标准,当温度调节到131℃以后,放入最大数量的样品,在45分钟内使温度即恢复到131℃。做最大粒度为1mm的硬质麦粗面粉试验要适当通风,要达到在130°到133℃下将所有的样品同时干燥2到3小时,结果相差不能超过0.15%

8 方法

8.1样品的制备

精确度为 $\pm 1\text{mg}$ ，最少5克的样品放在经过干燥，在干燥器内放凉并称重过的金属盘内。盖上盘子盖，并称重。当称量含水量很低或很高的样品材料时，操作要迅速。

8.2测定

8.2.1如需要应予处理（预干或增湿），并粉碎谷物

谷物的水份含量高于7%，低于17%时不需要予处理。比较干或比较湿的谷物其含水量要调节到这个范围之内。如果样品的水份含量低于7%必须在适当的环境内增加湿度，使其水份含量增加到7%到17%之间，（最好是在9%到15%之间）。

大多数情况下需要预先干燥：将不带盖的盘子和样品放在烘箱内干燥7~10分钟，然后移到实验室保持至少2小时，凉到室温后立即称重。

然后马上粉碎样品，将磨过的样品放在盘内再次称重，这两次称重要在2分钟之内进行。

8.2.2脱水

当温度到达130℃时开始计时，放样品于干燥箱中干燥两个小时，按以上叙述的步骤取完样品，在干燥器内放凉后立即称重。

8.2.3测定注意事项

谷物粉碎前要调节在需要的含水量范围，其条件是实验室中温度 $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ，相对湿度为40—70%。对其它材料情况下另有指标将要修正。

在烘箱里要避免使湿的样品与几乎干燥的样品相互接近，因为这样会引起快要干燥了的样品再吸收部分水份。

对面粉干燥时间为1.5小时就足够了。

9 结果的表示

9.1计算方法和公式

E = 测定前样品重量 (g)

M = 调节后的样品重量 (g)

M = 粉碎后的样品重量 (g)

m = 干燥的样品重量 (g)

材料水份的百分含量按下面第一个或第二个式子表示：

没有预先调节：

$$(E - m) \times \frac{100}{E}$$

经过预先调节：

$$\frac{(M' - m)M}{M'} + E - M \times \frac{100}{E} = 100 \left(1 - \frac{Mm}{EM'} \right)$$

测定最少应有一次重复。

9.2 测定的精密度

两个平行样品的水份测定结果之间相差不能超过 0.1 % (绝对值)，一般情况下，本方法与那些基本参考方法测定结果之间相差不能超过 0.15 % (绝对值)。

研究组：水份测定

主持人：Prof, Bure, Prof, Guilbot Paris, France

批准日期：1960年 6 月 3 日，维也纳

译者：马东霞

校者：李伟格

含油种子中含油量的测定

1 范围

国际标准组织 (ISO) 推荐法介绍了用于测定作为初级工业材料的含油种子中油的含量。

2 定义

所谓油意即在以下指定操作条件下提取物质的总量。

3 原理

3.1 材料中油含量的测定, 按收到材料 (纯种子 + 混杂物) 放在适当仪器中用适当的溶剂正己烷或轻石油醚来提取测定。

3.2 如果必要时, 可以分开地分析纯种子和混杂物。

3.3 至于分析花生, 如需要可以分别地分析纯种子, 细末子, 非含油杂质和含油的杂质。

4 试剂

4.1 正己烷, 缺此试剂可重蒸轻石油醚, 收集40~60℃之间馏分, 溴值低于1, 这二种溶剂100毫升在完全蒸发后残渣的重量不超过0.002克

4.2 沙子, 用盐酸洗过并灼烧过。

4.3 浮石, 小颗粒状, 预先干燥好。

4.4 浓盐酸, 比重为1.19。

5 仪器

5.1 合适的抽提器 (烧瓶容量200至250毫升)。

5.2 电热浴锅 (沙浴、水浴等)。

5.3 分析天平。

5.4 调温电烘箱。

5.5 磨碎机, 易折洗, 符合种子的特性, 并要求磨碎后无产生热及引起湿度和油的明显损失。

5.6 机械磨碎机或手摇磨粉机

5.7 研钵和研杵, 瓷制的, 铁或青铜。最好有合适的微量磨碎机。

5.8 抽提套管和棉花, 无可溶在正己烷或轻石油醚中的物质。

5.9 金属器皿, 平底, 直径约100毫米, 高约40毫米。

5.10 多孔的陶瓷器皿, 园柱形, 内径68毫米, 外径80毫米, 高85毫米, 壁和底厚度为6毫米。

5.11 熏蒸炉, 带温度调节。

5.12 2 ml吸管, 每ml有十格刻度。

5.13 表玻璃皿, 直径80~90毫米。

6. 方法

6.1 样品制备

6.1.1 根据国际标准组织 (ISO) 推荐的 R664 含油种子—为分析取样而压缩样品, 得到的分析样品按如下进行操作。如果在压缩样品之前大量的非含油外部物质已经分开, 这些应当在计算时考虑到。(见条例 7.3.3)。

根据合同的要求, 采用未分离掉杂质或已分开杂质的分析样品。

6.1.2 对于椰干, 采用手摇磨碎机磨碎, 或者最好采用机械磨碎机 (5.6), 它能处理掉全部分析样品, 手操作并不可能磨碎掉全部分析样品, 尽可能去获得有代表性的分样, 应该考虑到不同椰块的厚度和颜色。

磨碎颗粒的长度可以超过 2 毫米, 但不应大于 5 毫米。

小心地混合颗粒并立即进行测定。

6.1.3 对于中等大小的种子 (如向日葵、花生、大豆) 要磨碎后分析, 粘着棉绒的棉籽例外。预先很好地清扫磨碎机 (5.5), 先粗粉碎样品, 直到颗粒大小小于 2 毫米。弃掉最先的磨碎样 (大约样品的 1/20)。收集其余的磨碎样, 仔细地混合尽快测定。

6.1.4 对于粘着棉绒的棉籽, 称约 60 克 (不要分出杂质) 放在一个已称过重量的金属容器 (5.9) 称准到 0.01 克。把容器和种子放在预先加热到 130℃ 的烘箱中 (5.4), 保持在 $130^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘 2 小时, 然后从烘箱中拿出容器在空气中冷却约 30 分, 将干燥过的种籽移到多孔瓷研钵中 (5.10), 瓷研钵的内壁和底用吸管 (5.12) 吸 1.5 ml 浓盐酸 (4.4) 预先湿润过, 小心使酸完全吸附在壁和底上, 没有形成附着的液滴。用表玻璃 (5.13), 盖住器皿, 并置它于熏蒸炉中 (5.11), 此炉在 30 分钟内热到 115℃, 样品加热不要超过此温度, 并在此温度维持 30 分钟。将容器拿出炉, 在空气中任其冷却 1 小时, 重称处理过的种子, 准确到 0.01 克, 然后在机械磨碎机 (5.5) 中研磨种子, 继续按前面条例 6.1.3 进行。

6.1.5 分析小的种子 (如: 亚麻子, 油菜籽等), 不能用上述的机械研磨。

6.2 检测部分

6.2.1 这个检测部分就是有代表性的分析样品。

6.2.2 称约 10 克样, 称准到 0.01 克。

一对于研磨的样品 (6.1.2), 样品一经研碎立即称样。

一对于 (6.13) 中等大小的种子 (6.13) 的磨碎样品除附有棉绒的棉籽外, 一经磨碎立即称样。

一对于附着棉绒的棉籽, (6.14) 当磨碎好立即称样。

一对于小的种子, 预先很好地混合样品便可称样。

6.3 测定

6.3.1 对于椰干和中等大小的种子, 包括附有棉绒的棉籽, 把检测部分放在套管 (5.8) 里, 用一棉球堵住。

6.3.2 对于小的种子, 在研钵或微量研磨机中磨检测样品 (5.7), 小心不要有未经研磨的种子, 转移研磨的种子到套管 (5.8) 时, 不能损失。使用刮勺扫净研钵和研杵, 或者微量磨碎机的滚筒。用浸有溶剂 (4.1) 的棉球清扫刮勺, 并用这棉球堵住套管。