

自动旋光仪法检测饲用小米粉中淀粉含量

1 前言

小米的营养价值很高，含丰富的蛋白质、脂肪和维生素，它不仅可供食用，入药还有清热、清渴、滋阴、补脾肾和肠胃，利小便、治水泻等功效，又可酿酒；其谷糠也是猪、鸡的良好饲料。本文用自动旋光仪来测定饲用小米粉中的淀粉含量，操作简单，重复性好。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

Digipol-P610全自动旋光仪，分析天平，加热炉容量瓶，漏斗



2.2 试剂

乙醇（40%），盐酸，亚铁氰化钾，乙酸锌（以上试剂均为分析纯）

3 实验方法

3.1 耗酸量测定

称取约2.5g制备好的试样（精确到1mg），定量转移到50mL锥形瓶中，加入25mL水，振荡至形成均匀的悬浊液。将pH计的电极置于悬浊液中，用滴定管在盐酸溶液至pH为 3.0 ± 0.1 ，剧烈振荡悬浊液，并静置2min，检查试样所消耗盐酸是否平衡，如果在此过程中，pH升高超过3.1，再用滴定管滴加盐酸溶液（0.31mol/L），必要时可多次滴加盐酸，直到不需要更多的盐酸为止。根据所用盐酸溶液体积计算出试样的耗酸量。

3.1 总旋光度的测定

称取约2.5g制备好的试样，精确到1mg，定量转移到干燥的100mL容量瓶中，加25mL盐酸溶液(0.31mol/L)，振摇至形成均匀的悬浊液，再加入25 mL盐酸溶液(0.31mol/L)。加入适当浓度的盐酸，补足试样的耗酸量，且使容量瓶中内容物的体积变化不超过1mL。将容量瓶浸入沸水浴中，前3min用力振摇容量瓶，以避免结块并使悬浊液受热均匀，振摇时锥形瓶不能离开水浴。如果同时测定多个试样，容量瓶不要同时放入水浴，每个样品要间隔一定时间，以保持水浴沸腾。15min±5s后，取出容量瓶，立即加入温度不超过10℃的水30mL，旋动容量瓶，在流水中冷却至20℃左右。加入5mL亚铁氰化钾溶液，振摇1min，加入5mL乙酸锌溶液，振摇1min，用水稀释至刻度，混匀，过滤，弃去初始的数毫升滤液，用旋光仪测定滤液的旋光度(α_1)。

3.2 乙醇溶解物的旋光度测定

称取5g制备好的试样，精确至1mg，定量转移到干燥的100mL容量瓶中，加40mL乙醇溶液(40%)，振摇至形成均匀的悬浊液，然后再加40mL乙醇溶液(40%)，加适当浓度的盐酸以补充试样的耗酸量，使瓶中内容物的体积变化不超过1ml。用力振摇，在室温下静置1h，在此期间至少每隔10min振摇一次。用乙醇溶液(40%)稀释至刻度，混匀，过滤，弃去最初数毫升溶液。吸取50mL滤液于100mL容量瓶，加入2.0mL盐酸溶液(7.73mol/L)用力振摇，并将其浸入沸水浴中。15min±5s后，从水浴中取出容量瓶，立即加温度不超过10℃的水30mL，转动容量瓶并在冷水中冷至20℃左右。加5mL亚铁氰化钾溶液，振摇1min，加5ml乙酸锌溶液，振摇1min，用水稀释至刻度，摇匀，过滤，弃去最初数毫升滤液，用旋光度测定滤液的旋光度(α_2)。

3.3 计算公式

试样的淀粉含量由下式计算：

$$W (g/Kg) = \frac{2000}{\alpha_D^{20}} \times \left[\frac{2.5\alpha_1}{m_1} - \frac{5\alpha_2}{m_2} \right]$$

α_1 --总旋光度的数值，以度表示；

α_2 --测定乙醇溶解物的旋光度值，以度表示；

m_1 --测定总旋光度时试料的质量，单位为克（g）；

m_2 --测定乙醇溶解物旋光度时试料的质量，单位为克（g）；

α_D^{20} --在波长为 589.3nm（钠 D 线）处测定纯淀粉比旋度的数值。其他淀粉及动物饲料中混合淀粉按 184.0°计。

4 结果与讨论

样品编号	耗酸量 (mL)	取样量 (g)	淀粉含量 (g/Kg)	平均值 (g/Kg)
沧谷 5 号	0.488	m_1 2.50064	352.93	355.85
		m_2 5.00658		
		m_1 2.50013	358.76	
		m_2 5.00157		
北 31	0.540	m_1 2.50912	363.37	361.31
		m_2 5.00617		
		m_1 2.50431	359.25	
		m_2 5.00272		

从上表的数据中可以看出，用旋光仪测定的饲用小米粉淀粉含量重复性好，仪器操作简单，提高了工作效率。

参考文献

[1]GB/T 20194-2006 饲料中淀粉含量的测定 旋光法.[S]

注意事项

本方法不适用于含有在分析过程中具有光学活性，且不溶于 40%乙醇的淀粉以外的其他物质的产品，如马铃薯浆，甜菜的丝、叶、根、冠，酵母，大豆产品，羽扇豆、富含葡萄糖的产品，如菊苣根和菊芋等，此时可用酶法测定淀粉含量，否者测定淀粉含量偏高或偏低。直链淀粉超过 40%时，不宜用本法测定淀粉含量，如高直链玉米淀粉 HylonVII。