

会员登录

用户名:

密码:

验证码: 3828

登陆

注册

相关文章

- 饲用油脂的质量指标及掺假的...
- 气相色谱法测定猪肉脂肪酸组...
- 抗坏血酸(VC)微囊的质量检...
- 气相色谱-质谱联用法测定饲料...
- 饲料中三种硝基咪唑类药物的...
- 几种重要蛋白原料的掺假与鉴...
- 豆粕中尿素酶活性检测方法的...
- 不确定度评定在饲料卫生学毒...
- 凯氏定氮法测定饲料中粗蛋白...
- 黄曲霉毒素检测方法的研
- 饲料中盐酸多巴胺的HPLC检测...

合作伙伴



粗蛋白含量测定中试样的快速分解——H2O2-H2SO4-混合催化剂法

作者:苗雪原

期号:2006年第13期

《饲料中粗蛋白测定方法》(GB/T6432)采用ISO5932中传统的H2SO4-混合催化剂法分解试样,费时费力,分解时间规定为至少2h,实际操作需2~3.5h。而采用H2O2-H2SO4-混合催化剂法,试样35min以内即可完全分解,极大提高了检验效率,且检验结果准确度及精密度均优于国标要求。该法操作方便,对设备、试剂无特殊要求,在饲料、肥料、食品等领域有推广、应用价值。

1 试验材料与方法

1.1 设备与试剂

设备:消煮炉或电炉(1 500W)、圆底消化烧瓶(250ml)、小漏斗。

试剂:过氧化氢溶液(30%)、硫酸(96%)、混合催化剂(硫酸钾与五水硫酸铜按质量比15:1充分混合)。

1.2 试样消化步骤

称取试样0.5~1g,精确至0.000 2g,放入消化瓶中,加入混合催化剂3.5g、硫酸10ml,过氧化氢用量按每0.1g试样1.5ml比例缓慢加入(加入时如产生泡沫过多,可转动烧瓶,加入完毕静置1~2min)。烧瓶口放置小漏斗,于1 500W电炉或360~410℃热源上加热(如泡沫仍较多,可取下烧瓶,再次加入过氧化氢使试样液重新呈绿色),至试样液基本澄清(呈较透明的蓝绿色),再继续加热10~15min。

2 结果和讨论

2.1 原法存在的问题

原法规定,试样加入催化剂、硫酸后,消化时开始小火,待样品焦化,再加强火力,直至呈透明的蓝绿色,然后再继续加热至少2h。实际操作仅焦化时间即需30~90min。而如直接高温加热,则试样常生成大量泡沫,消化过程十分缓慢,且易炭化。

2.2 解决办法

H2SO4-混合催化剂法消化有力,但由于消泡问题未得到解决,无法实现快速分解。食品检验中经常加入H2O2(1ml或几滴)消泡,在大量检验实践中进一步注意到:H2O2在适当加大用量的情况下能够明显促进试样分解,与浓H2SO4共同作用10s内即可将有机试样中部分易起泡沫物质破坏、分解。而《有机-无机复混肥料中总氮含量的测定》(GB/T17767.1)中提供的H2SO4-H2O2法虽然消泡快速,消煮时分解速度相对较快(规定为0.5h),但不足之处是,为求消煮前试样尽可能分解完全,该法规定试样加入H2SO4和H2O2后必须放置过夜,时间为15h。H2O2-H2SO4-混合催化剂法综合了上述方法的优点,而巧妙地避免了其不足。

本法设计思路是:利用H2O2加热前显著的消泡作用,大幅度减少试样加热后产生的泡沫量,从而为H2SO4-催化剂充分发挥分解能力创造条件。实验表明,试样加入H2O2后很快由黑色变成绿色,初步消泡完成;加热5min左右,低沸点的H2O2大部分蒸发,此后试样液由H2SO4-混合催化剂进行深度分解,继续加热10min左右即基本澄清。试样加热至12~20min即基本分解,22~35min完全澄清,分解完全。

2.3 操作要点

2.3.1 H2O2的加入

①加入量:试样量1.5g以下,H2O2以每0.1g试样1.5ml的比例加入,即可实现一次性消泡。肉粉、骨粉、羽毛粉等动物源性饲料取样量1.5g以下,H2O2按每0.1g试样1ml比例加入也能很好地消泡。

②加入操作:H2O2消泡时与H2SO4大量放热,操作要点见实验部分1.2。

个别高脂试样在加热时如泡沫较多影响消化,可再次加入H2O2使试样液再次呈绿色。实际操作中,按上述比例加入H2O2后,一般不需二次消泡。由于消泡效果显著,本法也不需小火焦化,可直接高温操作。

2.3.2 H2SO4与催化剂的加入量

本法加热前期因加入H2O2使硫酸浓度较稀,此时通过K2SO4提高H2SO4沸点以加速分解的作用有限;而当H2O2基本蒸发完时,试样已部分分解,由H2SO4-混合催化剂承担的分解任务已大为减轻。试验表明,混合催化剂取用量由原法6.5g减少至3.5g,H2SO4由12ml减少至10ml,仍能取得快速分解的效果。

2.3.3 试样完全分解的时间

试样澄清透明后的继续加热时间,有关资料表述不一,同样是H2SO4-混合催化剂法,食品标准(GB/T5009.5-2003)规定为0.5~1h,饲料标准为至少2h,有机肥料则规定消化总时间为75min以上;H2SO4-H2O2法消化总时间为0.5h。鉴于此,有必要准确掌握有机试样完全分解的时间及其标志性特征。为此选取配合饲料、预混料、浓缩料、各种饲料原料等不同类别的样品进行了批次试验。试验表明,试样呈较透明蓝绿色后继续加热10min,即可完全澄清;检验结果表明,试样澄清时即氮转化完全时,之后不需再加热。有关情况以鱼用配合饲料为例,样品为江苏省质量技术监督局2005年度考核样,粗蛋白质含量为30.4%(可视为总体均数),国标规定相对误差不大于1%(绝对值为±0.3%)。试验结果见表1。经t检验,两组检验结果(10min与15min)与总体均数均无显著性差异(t=1.291,0.20<P<0.50)。考虑到电炉供热变化对澄清变色时间可能存在的影响,又进行以下试验:试样基本澄清后,立即置于已预热的1 000W电炉上加温,分两组测试,分别加热10min与15min。试验表明,供热效率即使降至1 000W,肉眼在继续加热的10min内仍能敏锐地观察到试样液完全澄清的全过程;两组粗蛋白质含量检验结果经t检验,与总体均数无显著性差异。



2.4 检验准确度与精密度

试样经本法分解后，检验结果与原法高度一致，从表1可见，其准确度与精密度优于国标要求，分解效果令人满意。

2.5 资源与环境影响评价

本法经济上极为可取，各经耗指标降低幅度为：消化时间75%、电能65%、催化剂用量40%、硫酸15%。新增H2O2，价格不高，不影响使用。H2O2及分解产物均无环保问题。H2O2与硫酸产生刺激气味，但加热5~10min即消失，通风橱中操作即可。

(编辑：崔成德，cuicengde@tom.com)

...评论...

发表
评论

*40字以内

提交

重置