



- 设为首页
- 加入收藏
- 联系我们
- 投稿须知

2008年3月4日星期二

[网站首页](#)
[同兴广告](#)
[企业名录](#)
[行业资讯](#)
[技术文章](#)
[网络刊物](#)
[在线订购](#)
[编读互动](#)



站内搜索:

类别: 全部类别 全部范围

搜索

点击下载读者调查表

会员登录

用户名:

密码:

验证码: 2210

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霉...
- 凯氏定氮法测定饲料中粗蛋白...
- 黄曲霉毒素检测方法的研究
- 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性均优于国标要求。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,加入完毕后静置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样液重新呈绿色),至样液基本澄清(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, 有必要准确掌握各种饲料原料等不同类型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, 样液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, 粗蛋白含量为30.4% (可视总体均数), 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1000W电炉上加热, 分两组测试, 分别加热10min与15min。试验表明, 供热效率即使降至1000W, 肉眼在继续加热的10min内仍能敏锐地观察到样液完全澄清的全过程; 两组粗蛋白含量检验结果经t检验, 与总体均数无显著性差异。

表1 本法中试样分解时间控制试验

基本澄清后继续加热时间(min)	检验结果					均值±标准差	变异系数
5	26.5	28.7	24.0	29.2	27.5	27.2±2.1	7.7
10	30.4	30.6	30.5	30.7	30.6	30.5±0.2	0.66
15	30.7	30.4	30.3	30.6	30.5	30.4±0.2	0.66
	30.6	30.2	30.5	30.7	30.4		
	30.2	30.6	30.2	30.5	30.6		
	30.2	30.2	30.7	30.4	30.5		
	30.5	30.5	30.3	30.2	30.2		

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

[关于我们](#) | [网站导航](#) | [友情连接](#) | [联系我们](#) | [会员须知](#) | [广告服务](#) | [服务条款](#)

版权所有:饲料工业杂志社 Copyright © [Http://www.feedindustry.com.cn](http://www.feedindustry.com.cn) 2004-2005 All Rights 辽ICP备05006846号

饲料工业杂志社地址: 沈阳市皇姑区金沙江街16号6门 邮编: 110036 投稿: E-mail: tg@feedindustry.com.cn 广告: E-mail: ggb@feedindustry.com.cn

编辑一部: (024) 86391926 (传真) 编辑二部: (024) 86391925 (传真) 网络部、发行部: (024) 86391237 总编室: (024) 86391923 (传真)