

高等院校数字化融媒体特色教材
动物科学类创新人才培养系列教材

畜产品加工 实验指导

任大喜 陈有亮 主 编
孔保华 主 审

Experiment Guidance of
Animal Products Processing

附教学二维码
14个实验教学PPT资料
7个网络教学资源



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS
浙江大学出版社

高等院校数字化融媒体特色教材
动物科学类创新人才培养规划教材

畜 产 品 加 工 实 验 指 导

主 编 任大喜 陈有亮

副主编 刘 骞 张一敏 涂勇刚

主 审 孔保华



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

畜产品加工实验指导/任大喜,陈有亮主编. —杭州:浙江大学出版社,2017.1
ISBN 978-7-308-16175-6

I. ①畜… II. ①任… ②陈… III. ①畜产品-食品加工-实验-教材 IV. ①TS251-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2016)第 211203 号

畜产品加工实验指导

主 编 任大喜 陈有亮

副主编 刘 骞 张一敏 涂勇刚

丛书策划 阮海潮(ruanhc@zju.edu.cn)

责任编辑 阮海潮

责任校对 潘晶晶 秦 瑕

封面设计 续设计

出版发行 浙江大学出版社

(杭州市天目山路 148 号 邮政编码 310007)

(网址: <http://www.zjupress.com>)

排 版 杭州星云光电图文制作有限公司

印 刷 杭州杭新印务有限公司

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 8

彩 页 4

字 数 191 千

版 印 次 2017 年 1 月第 1 版 2017 年 1 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-16175-6

定 价 29.50 元

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

浙江大学出版社发行中心联系方式:(0571)88925591;<http://zjdxbs.tmall.com>

高等院校数字化融媒体特色教材
动物科学类创新人才培养规划教材

《畜产品加工实验指导》

编审人员

主 编 任大喜 陈有亮

副主编 刘 骞 张一敏 涂勇刚

编 委 (按姓名拼音顺序)

陈有亮(浙江大学)

洪奇华(浙江大学)

刘 骞(东北农业大学)

任大喜(浙江大学)

涂勇刚(江西农业大学)

张一敏(山东农业大学)

主 审 孔保华(东北农业大学)

高等院校数字化融媒体特色教材 动物科学类创新人才培养系列教材

出版说明

调动学生学习的主动性、积极性、创造性,重视学生能力的培养是当今教学改革的主旋律。教材是实施教学的依据和手段。作为教材,不仅要传授最基本、最核心的理论知识,更重要的是应努力教给学生如何提高各种学习能力,包括自学能力(查阅文献资料能力)、科学思维能力(分析、综合、想象和创造能力)、动手能力(实验设计和基本操作能力)和表达能力(语言、文字、图表及整理统计能力)等。

为适应教学改革的需要和学科发展,《动物科学类创新人才培养系列教材》编委会组织一批学术水平高、实践经验丰富的专业教师,经过几年的教学实践和专题研究,编写了这套教材。

本系列教材紧跟动物科学、动物医学研究进展,围绕应用型专业培养目标,体现“三基”(基本方法、基本操作、基本技能)、“五性”(创新性、科学性、先进性、启发性、实用性)原则。编写时以整合创新、注重能力培养为导向,有所侧重、有所取舍地介绍了各门课程的最新发展成果。实验教材,结合科研实际详细叙述了有关实训项目的基本原理、操作方法、注意事项及思考题,高标准、严要求,为开展进展性、启发性个案教学服务,以培养学生的创新、探究能力。理论教材,以基本理论为基础,以问题为主线,力求将最新科研成果(如动物基因工程、胚胎移植、动物营养调控等)、教学经验编入其中,通过对问题的思索和讨论,启发学生的思维,激发学生的学习兴趣,加深对基本原理与知识点的理解,以拓展学生的视野,提高科研创新与实际应用的能力。注重建立以学生为主体、教师为主导的新型教

学关系,促进学生从记忆型、模仿型学习向思考型、创新型、探究型学习转变,为终身学习打下坚实的基础。

知识点呈现深入浅出,表达形式活泼。利用“互联网+”教育技术建设“立方书”教学平台,以嵌入二维码的纸质教材为载体,将教材、课堂、教学资源三者融合,实现线上线下结合的教学模式,读者只要用手机扫描“二维码”,就可以随时随地学习和查阅,做到边学习、边操作,给人以形象生动、易学易懂的直观感受。

首批 14 种教材,包括《动物遗传学》(英文版)、《动物病理学》、《蚕丝与蚕丝蛋白》、《茧丝加工学》、《生物材料学》、《水产动物养殖学》、《动物分子生物学实验指导》、《畜产品加工实验指导》、《动物解剖学实验指导》、《兽医寄生虫学实验指导》、《动物营养学实验指导》、《家畜组织学与胚胎学实验指导》、《兽医药理学实验指导》和《消化道微生物学实验指导》。

本套教材适合作为动物科学、动物医学、食品科学与工程、动物养殖、水产养殖、动物检验检疫、食品加工和贸易等专业的教材,也可作为科研人员实验指导书以及从业人员的继续教育教材。

在教材陆续出版之际,感谢为该套教材编写和出版付出辛勤劳动的教师和出版社的工作人员,并恳请读者和教材使用单位多提批评意见和建议,以便今后进一步修订完善。

《动物科学类创新人才培养系列教材》编委会

前 言

畜产品加工是高等学校食品科学与工程学科重要且具有很强应用性的专业课程。畜产品加工实验作为在畜产品加工学基本理论指导下单独开设的实践性、综合性课程,不仅要使学生掌握具体的产品生产技术,更重要的是要提高学生的动手能力、创新意识和创新能力。基于此,为了满足畜产品加工实验课程教学的基本要求,不断将科研成果和新技术融入实际教学中,我们编写了本实验教材,旨在促进大学生的科研创新能力。

本教材综合了国内不同地区的特色畜产品及国外的一些最新研究成果和产品,以满足现阶段国内对畜产品加工新技术的需求。本教材在编写结构上重点考虑技术应用性实验,结合当前生产过程中的行业最新标准、新技术、新方法,力争做到技术应用性强、内容新。为了提高学生的综合能力,本教材增加了实验目的、实验原理、质量评价和思考题,引导学生自己设计实验方案、确定工艺技术路线、处理数据以及评价产品质量,全方位、系统培养学生的专业能力和创新能力。

本教材由三部分组成,第一部分肉制品加工实验由东北农业大学刘骞和山东农业大学张一敏负责编写,第二部分乳制品实验由浙江大学任大喜负责编写,第三部分蛋品实验由江西农业大学涂勇刚负责编写,由浙江大学陈有亮教授负责统筹。

本教材主要面向食品科学与工程及相关学科的学生、教师、科研人员及相关企业技术人员,也可与肉、乳及蛋制品加工理论教材配套使用。

由于编者水平有限,书中难免存在错误或不足之处,敬请各位专家、学者及同学批评指正,不胜感激。

编 者

2016 年 11 月

目 录

第一部分 肉制品加工实验

实验一 原料肉品质测定	(1)
实验二 肉与肉制品理化成分测定(香肠类制品除外)	(6)
实验三 腌腊肉制品的制作	(13)
(一)广式腊肉的制作	(13)
(二)南京板鸭的制作	(15)
实验四 熏烧焙烤肉制品的制作	(18)
(一)烤鸡的制作	(18)
(二)广东叉烧肉的制作	(20)
实验五 酱卤肉制品的制作	(23)
(一)酱牛肉的制作	(23)
(二)镇江肴肉的制作	(25)
(三)南京盐水鸭的制作	(27)
(四)东坡肉的制作	(29)
实验六 中式肠类制品的制作	(31)
(一)哈尔滨风干肠的制作	(31)
(二)广式香肠的制作	(33)
(三)川式腊肠的制作	(35)
实验七 西式肉制品的制作	(37)
(一)法兰克福香肠的制作	(37)
(二)慕尼黑白肠的制作	(39)
(三)培根的制作	(42)
(四)松仁小肚的制作	(44)
实验八 油炸肉制品的制作	(46)
(一)炸鸡块的制作	(46)
(二)炸肉丸的制作	(47)
(三)金丝牛肉的制作	(49)
实验九 干肉制品的制作	(51)
(一)肉松的制作	(51)

(二)猪肉脯的制作·····	(53)
(三)五香牛肉干的制作·····	(55)
参考文献·····	(58)

第二部分 乳制品实验

实验一 原料乳的品质检验·····	(59)
实验二 乳成分的测定·····	(64)
实验三 巴氏杀菌乳的制作·····	(68)
实验四 酸乳的制作·····	(70)
实验五 乳酸菌饮料的制作·····	(73)
实验六 乳粉的制作·····	(76)
实验七 干酪的制作·····	(79)
实验八 冰激凌的制作·····	(84)
参考文献·····	(87)

第三部分 蛋品实验

实验一 鲜蛋的验收及质量评价·····	(88)
实验二 蛋的理化性质检测·····	(91)
实验三 咸蛋的制作·····	(93)
实验四 皮蛋的制作·····	(95)
实验五 虎皮蛋罐头和卤蛋的制作·····	(97)
(一)虎皮蛋罐头的制作·····	(97)
(二)卤蛋的制作·····	(98)
实验六 糟蛋的制作·····	(99)
实验七 蛋黄酱和色拉酱的制作·····	(101)
实验八 蛋粉的制作·····	(103)
实验九 蛋松的制作·····	(105)
实验十 蛋液的制作·····	(107)
实验十一 冰蛋的制作·····	(109)
实验十二 蛋液中生物活性物质的提取·····	(111)
(一)卵磷脂·····	(111)
(二)溶菌酶·····	(112)
参考文献·····	(114)
附录一 “畜产品加工”教学相关数字化资源·····	(115)
附录二 畜产品图片·····	(119)

第一部分 肉制品加工实验

实验一 原料肉品质测定

1 肉色测定

1.1 比色板法测肌肉颜色

比色板法属主观评定法。用标准肉色谱比色板与肉样对照,对肉样进行评分。目前,国际上有美制、日制、澳大利亚制、加拿大制等不同色谱标准板。

1.1.1 取样部位

通常为眼肉横切面。如果要测定全胴体肉色,那么需加测腰大肌、臀中肌、半膜肌和半腱肌四项。

①宰后 1~2h 肌肉样本。②宰后 24h 眼肌中段(0~4℃保存)测冷却肉样本。③宰后肉样充分熟化的特定时间。上述三种处理时间中②为最基本的通用时间。

待测肉样(即冷却肉),在 0~4℃冰箱中保存到宰后 24h。将肉样切开,新鲜切面上覆盖透氧薄膜,在 0~4℃条件下静置 1h,使表面色素充分氧化。肉样厚度不得少于 1.5cm。

1.1.2 仪器

(1)美制 NPPC 比色板(1991 版)。上有 5 个眼肌横切面的肉色分值级别从浅到深排列,用于肉色定量评估。1 分=灰白色(异常肉色),2 分=轻度灰白(倾向异常肉色),3 分=正常鲜红色,4 分=稍深红色(属于正常肉色),5 分=暗紫色(异常肉色)。

(2)美制 NPPC 比色板(1994 版)。该板用于目测半膜肌、半腱肌肉色定性评估,适用于生产流水线。该板上有 PSE(苍白松软脱水肉)、RSE(红色松软脱水肉)、RFN(红色坚挺不脱水肉—理想肉)、DFD(暗紫坚硬干燥肉)四个标准肌肉色样板,供检验员将猪肉对号入座分档归类。

1.1.3 操作

(1)将实验室内光照强度调至 750lx 以上(用自然漫射光或荧光灯)。

(2)用比色板(1991 版)对照眼肌样本给出肉色分值。分值的精确度可判断到 0.5 分。

(3)用比色板(1994 版)对照腿肌肉样给出定性评估。

比色板方法简单易行,省事省力,经济实惠,但是容易出错。有两点技术要领不容忽视:其一,检测人员要回避了解被测样本的品种和生产厂家背景,以免产生感情分值偏差。其二,比色板评分的结果如果用一般统计方法计算样本平均数和标准差很容易将劣质肉(5分的DFD和1分的PSE)平均成3分的优质肉,故肉色评分应表达成5个肉色级别的样本分布概率。

1.2 光学测定法测肌肉颜色

利用物理学手段对肉样进行客观的光学度量,对肉面反射的波长和色彩等参数进行定量。较常用的为国际标准照明委员会(CIE)建立的可见光谱的颜色空间标准,即CIE $L^*a^*b^*$ 色空间。 L^* 值表示颜色的亮度值,数值越大表示颜色越亮,数值越小表示颜色越暗; a^* 值表示颜色的红绿值,数值越大表示颜色越红,反之越绿; b^* 值表示颜色的黄蓝值,数值越大颜色越黄,反之越蓝。

1.2.1 取样部位

同比色板法。

1.2.2 仪器

色差计(爱色丽 X-rite, SP62):测量孔径 8mm、光源 A、标准视角 10° 。

1.2.3 操作

(1)接通电源,按电源开关。

(2)校正仪器,包括一次白校正和一次黑校正度数。校正过程如下:按向上跳位键或向下跳位键加亮校正。按进入键进入校正模式;对准目标窗口于白标准;将仪器头压低,保持此测量姿势直到屏幕显示白校正完成,显示成功;将目标窗口对准黑筒,将仪器头压低,保持此测量姿势直到两次读数完成,屏幕显示黑校正完成。

(3)测定:按跳位键返回品检键,按进入键进入测量模式。测量参数的设定根据所需参数按跳位键进行调节。测量步骤如下:将仪器目标窗口对准测量样品;将仪器头压低,保持此测量姿势直到读数完成;释放仪器头,测量数据显示于屏幕。

先将仪器预热 30min,色差计用校正板标准化,然后将镜头垂直置于肉面上,镜口紧扣肉面(不能漏光),按下摄像按钮,色度参数即自动记录。

由于肉面颜色随位置而异,故每个肉面按每 15cm^2 重复 4 次的频率不断改变位置重复度量,最后取平均数。

(4)测量完成关掉电源开关。擦拭与样品接触的表面,做好清洁工作。

1.2.4 记录

参数的表示方式为亮度(L^*)、红度(a^*)、黄度(b^*),以上参数对评定肉质有重要参考意义。PSE 肉的 L^* 值高,而 a^* 值低;DFD 反之。

2 肉保水性的测定

2.1 原理

肉的保水性是指当肌肉受到外力作用时(例如,加压、切碎、加热、冷冻、融冻、储存、加工等),保持其原有水分或添加水分的能力。测定保水性使用最广泛的方法是压力法,即施加一定的重量或压力以测定被压出的水量;或按压出水湿面积与肉样面积之比以表示肌肉系水力。我国现行应用的系水力测定方法是用 35kg 重量压力法度量肉样的失水率,失水力愈高,系水力愈低,反之则相反。

2.2 仪器与材料

钢环允许膨胀压力计、取样器、分析天平、纱布、滤纸、书写用硬质塑料板。

2.3 测定方法

(1)选第 1~2 腰椎处背最长肌,切取 1.0cm 厚的薄片,再用直径为 2.523cm 的圆形取样器(圆面积为 5.0cm²)切取中心部肉样。

(2)将切取的肉样用分析天平称重,然后将肉样置于两层纱布间,上、下各垫 18 层滤纸(中性滤纸)。滤纸外各垫一块书写用硬质塑料板。然后放置于改装的钢环允许膨胀压力计上,匀速摇动摇把加压至 35kg,并在 35kg 下保持 5min,撤去压力后立即称量肉样重。

2.4 计算

按下式计算失水率:

$$\text{失水率}(\%) = \frac{\text{压前肉样重} - \text{压后肉样重}}{\text{压前肉样重}} \times 100$$

以上所述测定保水性方法属于物理学方法,此外还有汁液损失法和离心法。

3 汁液损失(drip loss)的测定

3.1 原理

在不施加任何外力的标准条件下,保存肉样一定时间(24h 或 48h),以测定肉样的汁液损失。这是一种操作简便、测值可靠和适于在现场应用的方法。

3.2 仪器与材料

冰箱、天平、聚乙烯薄膜食品袋。

3.3 取样部位

取第 3~6 腰椎处背最长肌,将试样修整为长×宽×高为 5cm×3cm×2.5cm 的肉片。

3.4 测定时间

猪被屠宰后 2h 剥离背最长肌,切取试样并称重,置冰箱 4℃ 条件下保存 24h。

3.5 测定方法与计算

将修整好的试样称重(W_1),放置于充气的塑料袋中。用细铁丝钩住肉样一端,保持肉样竖直向下,不接触食品袋,扎紧袋口,悬吊于冰箱冷藏层,保存 24h,取出肉样,用洁净滤纸轻轻拭去肉样表层汁液后称重(W_2),按下式计算汁液损失:

$$\text{汁液损失}(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100$$

3.6 判定

汁液损失与肌肉保水力呈负相关,即汁液损失愈大,肌肉保水力愈差,汁液损失愈少,肌肉保水力愈好。测定结果可按同期对比排序法评定优劣。在一般情况下,汁液损失不超过 3%,可作为参考值。

4 嫩度的测定

嫩度评定方法可分主观评定和客观评定两类。

4.1 主观评定

主观评定依靠人们的咀嚼运动和舌与颊对肌肉的软、硬与嚼碎容易性的综合感觉。人在咀嚼肉样时,牙齿对肉样的作用不外乎剪切、撕裂、切割和磨碎,而肉样对这些动作的反作用力和最终结果(肉样残渣在口腔中的剩余量及黏着性)要刺激感觉器官的感觉性,通过神经纤维传到大脑,形成综合的感觉判断,然后通过评分方法加以表达和分类。

感觉评定的优点是比较接近正常食用条件下对嫩度的评定;缺点是完全凭主观感觉而失去客观可比性。做好主观评定的关键是培训人员。

评定嫩度可按咀嚼次数(达到正常吞咽程度时),结缔组织的嫩度,对牙、舌、颊的柔软度,剩余残渣等项目进行评分。

4.2 客观评定

4.2.1 原理

通过用质构仪测定剪切肉样时剪切力的大小来客观地表示肌肉的嫩度。从力学角度看,剪切是指物料受到两个大小相等、方向相反、但作用线靠得很近的两个力的作用时,其结果使物料受力处的两个截面产生相对错动。当剪切力达到一定程度时,物料被剪断。大量试验表明,剪切力值(shear value)与主观评定法之间的相关系数达 0.60~0.85,平均为 0.75,这表明该仪器可以对嫩度进行良好估计。

4.2.2 仪器

质构仪(TA-XT2i)、圆形钻孔取样器(直径为 1.27cm)、电热恒温水浴锅、热电偶测温仪。

4.2.3 实验步骤

(1)取样品,切成 $6\text{cm} \times 3\text{cm} \times 3\text{cm}$ 大小,剔除肉表面的筋、腱、膜及脂肪,置于真空包装袋中。

(2)置于 80°C 水浴加热到中心温度 70°C (中心温度用穿刺热电偶测温仪测定),然后室温冷却。

(3)放在 $0\sim 4^{\circ}\text{C}$ 条件下过夜。

(4)用直径为 1.27cm 的空心取样器顺着肌纤维的方向取下肉柱,孔样长度不少于 2.5cm ,取样位置应距离样品边缘不少于 5mm ,两个取样的边缘间距不少于 5mm ,剔除有明显缺陷的孔样,测定样品数量不少于 3 个。

(5)用质构仪(TA-XT2i)测定每个肉柱的剪切力值,将孔样置于仪器的刀槽上,使肌纤维与刀口走向垂直。启动仪器剪切肉样,测得刀具切割这一用力过程中的最大剪切力值(峰值)为孔样剪切力的测定值。重复测定 6 次以上,同一肉块上的所有肉柱的均值为该肉块的剪切力值。

4.2.4 测定仪器参数设置

测定参数(Parameters)设置如下:

测前速(Pre-test Speed): 2.0mm/s ;

测中速(Test Speed): 1.0mm/s ;

测后速(Post-test Speed): 5.0mm/s ;

下压距离(Distance): 23.0mm ;

负载类型(Trigger Type): Auto-40g;

探头(Probe)类型: HDP/BSW;

数据获得率(Data Acquisition Rate): 200PPS(Point Per Second)。

使用 Texture Expert V1.0 软件进行分析。实验探头采用 HDP/BSW BLADE SET WITH GUILLOTINE,设置测定模式与类型(Test Mode and Option)、测定压缩时的力(Measure Force in Compression)。数据处理完成后恢复初位(Return to Start)。

4.2.5 计算

记录所有的测定数据,取各个孔样剪切力的测定值的平均值扣除空载运行最大剪切力,计算肉样的嫩度值。肉样嫩度的计算公式如下:

$$X = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + \cdots + X_n}{n} + X_0$$

式中: X ——肉样的嫩度, N;

$X_1, \dots, X_n$ ——有效孔样的最大剪切力, N;

X_0 ——空载运行最大剪切力, N;

n ——有效孔样数量。

记录数据时应仔细填写所取肉样种类、取样部位及检测数据;同一肉样,有效孔样的测定值允许的相对偏差应 $\leq 15\%$ 。



二维码 1-1
肉品质检验
(PPT)

实验二 肉与肉制品理化成分测定(香肠类制品除外)

1 水分含量测定

1.1 原理

样品与沙和乙醇充分混合,混合物在水浴上预干,然后在 $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下烘干至恒重,测其质量的损失。

1.2 仪器与设备

绞肉机:孔径不超过 4mm。

玻璃或金属称量瓶:直径至少为 60mm,高约 30mm。

细玻璃棒:末端扁平,略长于称量瓶直径。

1.3 试剂

所用试剂均为分析纯,所用水为蒸馏水或相当纯度的水。

沙粒:粒径应为 12~60 目。用自来水洗沙后,再用 6mol/L 盐酸煮沸 30min,并不断搅拌,倾去酸液,再用 6mol/L 盐酸重复这一操作,直至煮沸后的酸液不再变黄。用蒸馏水洗沙,至氯离子试验为阴性。于 $150 \sim 160^{\circ}\text{C}$ 条件下将沙烘干,储存于密封瓶内备用。

试剂:95%乙醇。

1.4 操作方法与步骤

1.4.1 样品前处理

取有代表性的试样至少 200g,将样品于绞肉机中绞至少两次,使其均质化,充分混匀。绞碎的样品保存在密封的容器中。储存期间必须防止样品变质和成分变化,处理好的样品需在 24h 内进行分析。

1.4.2 器皿前处理

将盛有沙(沙重为样品的 3~4 倍)和玻璃棒的称量瓶置于 $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中,瓶盖斜支于瓶边,加热 30min,盖上瓶盖后取出,置于干燥器中,冷却至室温,精确称量至 0.001g,并重复干燥至恒重。

1.4.3 干燥

精确称取试样 5~10g 于上述干燥至恒重的称量瓶中。根据试样的量加入乙醇 5~10

mL,用玻璃棒混合后,将称量瓶及内含物置于水浴上,瓶盖斜支于瓶边。为了避免颗粒溅出,调节水浴温度在 60~80℃,并不断搅拌,蒸干乙醇。将称量瓶及内含物移入干燥箱中烘 2h,取出,放入干燥器中冷却至室温,精确称重,再放入干燥箱中烘干 1h,直至连续两次称重结果之差不超过 0.1%。

1.5 结果计算

用下式计算样品的水分含量:

$$X(\%) = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

式中: X ——样品中的水分含量, %;

m_1 ——称量瓶、玻璃棒和沙的质量, g;

m_2 ——干燥前试样、称量瓶、玻璃棒和沙的质量, g;

m_3 ——干燥后试样、称量瓶、玻璃棒和沙的质量, g。

当分析结果符合允许差的要求时,取两次测定的算术平均值作为结果,精确到 0.1%。

允许差:由同一分析者同时或相继进行的两次测定的结果之差不得超过 0.5%。

2 蛋白质含量的测定(凯氏定氮法)

2.1 原理

在凯氏定氮过程中,样品中的蛋白质和其他有机成分在催化剂作用下被硫酸消化,总有机氮转化成硫酸铵,然后碱化蒸馏,中和消化液使氨游离,并将氨蒸馏至硼酸溶液中形成硼酸铵,用标准酸溶液滴定,测出样品转化后的氮含量。由于非蛋白组分中也含有氮,所以此方法的分析结果为样品中的粗蛋白含量。

2.2 试剂

所有试剂均用不含氨的蒸馏水配制。

(1)硫酸铜:消化过程中加入硫酸铜是为了增加反应速率,硫酸铜起催化剂的作用。

(2)硫酸钾:在消化过程中添加硫酸钾,它可与硫酸反应生成硫酸氢钾,可提高反应温度(纯硫酸沸点 330℃,添加硫酸钾后,沸点可达 400℃),加速反应进程。

(3)浓硫酸。

(4)2%硼酸溶液。

(5)混合指示剂:1份 0.1%甲基红乙醇溶液与 5份 0.1%溴甲酚绿乙醇溶液,临用时混合。也可用 2份 0.1%甲基红乙醇溶液与 1份 0.1%次甲基蓝乙醇溶液,临用时混合。

(6)0.025mol/L 硫酸标准溶液或 0.05mol/L 盐酸标准溶液。

2.3 仪器与设备

凯氏定氮蒸馏装置、分析天平、凯氏烧瓶、酸式滴定管、容量瓶(100mL)、量筒(100mL)、20mL 吸管、托盘天平、10mL 吸管、三角烧瓶。

2.4 操作方法

2.4.1 样品处理

精确称取 0.2~2.0g 固体样品,或 2~5g 半固体样品,或吸取 10~20mL 液体样品(含氮量 5~80mg),精确至 0.0002g。肉及肉制品取样量为 0.8~1.2g,移入干燥的 100mL 或 500mL 定氮瓶中,加入 0.2g 硫酸铜、3g 硫酸钾及 20mL 浓硫酸,稍摇匀后于瓶口放一小漏斗,将瓶以 45°角斜支于有小孔的石棉网上。小心加热,待内容物全部炭化,泡沫完全停止后,加强火力(360~410℃),并保持瓶内液体微沸至液体呈蓝绿色澄清透明后,再继续加热 0.5h。取下放冷,小心加 20mL 水,进一步放冷后,移入 100mL 容量瓶中,并用少量水洗定氮瓶,洗液并入容量瓶中。再加水至刻度,混匀备用。取与处理样品相同量的硫酸铜、硫酸钾、硫酸按同一方法做试剂空白实验。

2.4.2 凯氏定氮蒸馏装置

按如图 1-1 所示安装好凯氏定氮蒸馏装置,在蒸汽发生瓶内装水至约 2/3 处,加甲基红指示液数滴及数毫升硫酸,以保持水呈酸性。加入数粒玻璃珠以防暴沸,加热煮沸蒸汽发生瓶内的水。

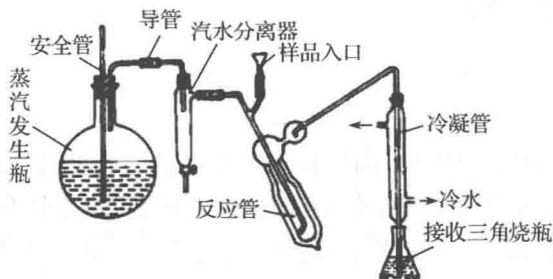


图 1-1 凯氏定氮蒸馏装置

2.4.3 半微量蒸馏

向锥形瓶内加入 2% 硼酸溶液 10mL 及混合指示液 1 滴,并使冷凝管的下端浸入液面下。准确移取样品消化液 10mL 注入蒸馏装置的反应管中,用少量蒸馏水冲洗进样入口,立即将夹子夹紧,再加 10mol/L 氢氧化钠溶液,小心松动夹子使之流入反应管,将夹子夹紧,且在入口处加水密封,防止漏气。蒸馏 5min,降下锥形瓶使冷凝管末端离开吸收液面,再蒸馏 1min,用蒸馏水冲洗冷凝管末端,洗液均流入锥形瓶内,然后停止蒸馏。取下接收瓶,供滴定。

2.4.4 滴定

蒸馏后的吸收液立即用 0.025mol/L 硫酸或 0.05mol/L 盐酸标准溶液(邻苯二甲酸氢钾法标定)滴定,溶液由蓝绿色变成灰色或灰红色为终点。

同时吸取 10mL 空白液按上述方法蒸馏,滴定。