

卫生防疫技术操作规程

第一册



广东省卫生厅卫生防疫局技术资料室

1964

前 言

根据本省卫生防疫事业的发展 and 檢驗工作在卫生防疫中的重要性，各級卫生防疫站迫切需要掌握更多的有关这方面的資料和統一操作方法，为此，我局特編写《卫生防疫技术操作規程》，將陸續分册出版，供內部参考。

第一册为我局劳动卫生与职业病防治研究所編撰，內容是食品卫生理化檢驗方法。本册主要取材于卫生部卫生防疫司編印的《食品卫生檢驗方法（初稿）》，同时对該书各种分析原理作了补充，并結合我局工作經驗作了增註。根据本省特点，另加插了食品中常見毒物鑑定，其中还包括有近年我国常用农药及剧毒物質的动物毒性試驗。

由于我們工作經驗少，編写時間匆促，因此在內容上还欠充实和統一，錯誤之处恐難避免，誠懇希望同志們給予批評指正。

編 者

1964年12月

目 录

总则	(1)
第一章 一般成分檢驗法	(5)
第一节 比重	(5)
第二节 水分	(7)
第三节 灰分	(10)
第四节 蛋白质	(10)
第五节 脂肪	(14)
第六节 糖	(16)
第二章 防腐剂	(26)
第一节 苯甲酸	(26)
第二节 亚硫酸	(29)
第三节 硼酸	(32)
第四节 对羟基苯甲酸丁酯	(34)
第五节 水杨酸	(36)
第六节 乙萘酚	(37)
第三章 人工甜味剂	(38)
第一节 糖精	(38)
第二节 环己基氨基磺酸钠	(40)
第三节 甘精	(41)
第四节 P-4000	(42)
第四章 着色剂	(43)
第五章 微量金属	(53)
第一节 有机质消化	(53)
第二节 砷	(54)
第三节 铅	(57)
第四节 铜	(63)
第五节 锡	(64)
第六章 谷物及谷物制品	(70)
第一节 谷类	(70)
第二节 代乳品	(88)

第七章 乳及乳制品	(95)
第一节 鲜乳	(95)
第二节 全脂乳粉	(103)
第三节 加糖全脂乳粉	(106)
第四节 淡炼乳	(108)
第五节 甜炼乳	(109)
第六节 奶油	(109)
第八章 肉及肉制品	(112)
第一节 鲜肉及冷冻肉	(112)
第二节 咸肉	(114)
第三节 灌肠及腊肠	(118)
第九章 鲜鱼及咸鱼	(119)
第一节 鲜鱼	(119)
第二节 咸鱼	(120)
第十章 蛋及蛋制品	(121)
第一节 鲜蛋	(121)
第二节 干蛋黄干全蛋及全蛋片	(122)
第三节 冰蛋	(124)
第十一章 酒	(126)
第一节 蒸馏酒	(126)
第二节 发酵酒	(132)
第三节 配制酒	(133)
第十二章 冷飲类	(135)
第一节 汽水及果汁	(135)
第二节 冰淇淋及冰棒	(138)
第十三章 罐頭	(140)
第一节 罐頭一般檢驗	(140)
第二节 肉禽水产类罐頭	(143)
第三节 水果蔬菜罐頭	(144)
第十四章 食用油脂	(145)
第十五章 調味料	(154)
第一节 酱油	(154)
第二节 醋	(157)

第三节	食盐	(158)
第四节	調味粉	(162)
第五节	糖	(164)
第六节	碱	(167)
第十六章	食品中常見毒物鑑定	(169)
第一节	氯化物、黃磷	(169)
第二节	生物碱、甙类	(172)
第三节	汞、錫、砷	(180)
第四节	魚类毒素	(186)
一	金鎗魚	(186)
二	河豚魚	(188)
第五节	常見农药	(189)
一	乐果	(190)
二	一六〇五	(193)
三	一〇五九	(196)
四	馬拉松(四〇四九)	(197)
五	敌敌畏、敌百虫	(199)
六	二二三	(201)
七	六六六	(206)
八	西力生、賽力散	(208)
九	安妥	(209)
十	磷化鋅	(210)
第六节	劇毒物质的动物毒性試驗	(211)
附录:		
	各类食品的判定参考标准	(213)
	銅量換算鹽量表	(220)
	酒精比重換算表	(224)
	标准溶液的配制及标定	(235)
	常用原子量表	(239)
	常用酸硷浓度表	(240)

总 则

一、名称：本資料为“食品卫生理化檢驗方法”，为收集了解食品质量情况，供各級卫生部門参考。

二、内容：本資料分为“正文”与“附录”两部分，正文包括十六章，記載食品一般成分檢驗法，防腐劑，人工甜味剂，着色剂，微量金属，谷物及谷物制品，乳及乳制品，肉及肉制品，鮮魚及咸魚，蛋及蛋制品，酒，冷飲类，罐頭，食用油脂及調味品食品中常見毒物鑑定等檢驗法，“附录”記載有关标准溶液的配制及标定，参考用表及数据等。

三、采用的名詞：采用已有統一規定和現时适用的。

四、采用的标准及单位，

(1) 温度：以摄氏 $^{\circ}\text{C}$ 計算。

常温系 $15\sim 25^{\circ}\text{C}$ ，微温系 $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ 。

比重以 $15.65/15.65^{\circ}\text{C}$ 表示时，系由 60°F 換算。

(2) 度量衡：常用的符号与名称对照如下：

mm—毫米， cm—厘米，

ml—毫升， l—升，

μg —微克， mg—毫克，

g—克， kg—公斤。

(3) 液体的滴：以蒸馏水在 15°C 时自标准滴管流下的一滴为标准。（标准滴管指流出口的外直径为3mm，内直径为0.6mm）通常以每毫升相当于20滴計算。

(4) 溶液：未指明用何种溶剂配制时，均系指用蒸馏水配成的水溶液。試驗用水均应用蒸馏水，特殊需要的如无氨蒸馏水应另行註明。

(5) 溶液的配制：常用有容量百分比溶液(%V/V)，即指溶液100毫升中含有溶质若干毫升；或重量容量百分比(%W/V)，即指溶液100毫升中含有溶质若干克。

溶液前或后标记的1:1，或1:4，系指液体溶质1ml加溶剂1ml或4ml而成的溶液。

(6) 檢驗結果表示方法，一般以重量百分比(%W/W)，容量百分比(%V/V)，

重或容量百分比(%W/V)等表示,如微量金属等含量微的则以 mg/kg (固体样品)或 mg/L (液体样品)表示,均相当于百万分之几(ppm)。

五、檢驗有关要求:

(1) 平行样品:一般定量測定应同时作平行样品两份。

(2) 称重天平:一般称量在 2g 以下者,均应用万分之一分析天秤称重,在 2g 以上者可用千分之一天秤称重。

(3) 溶液的精密吸取,均为用吸管吸取,滴定溶液的讀数必須讀至小数第二位。一般均要求有 4 位有效数字。

(4) 配制溶液的試剂,需用二級品或三級品(化学試剂或实验室試剂);配制标准溶液的試剂必需用一級品或二級品。(保証試剂或分析試剂)

六、方法的选择:

本資料选定的檢驗方法,系根据各食品主管部門原已訂有的檢驗方法,大部分地区卫生防疫站实际采用的方法和基层卫生防疫站的实际条件可能进行的簡易檢驗方法,并已在实际工作中应用认为切实可行,准确可靠,确能达到食品标准的判定要求或于食品卫生管理上具有一定参考价值者。有的項目列入了两个或两个以上的方法,但一般应以第一法为标准,第二法为輔助,增註法系我所实验室常用者,其余供作参考,于提供檢驗結果数据时,应注明所采用的方法,以資校正。

七、項目的选择:

本資料各种食品檢驗包括有感官檢查,理化指标,新鲜度指标及有害物质指标檢查等項目,其中有的是反映食品的卫生质量,有的是表示食品的营养质量。应根据食品种类,具体情况和要求选择檢驗項目,各种食品的感官檢查,应予以重要的地位,特别是某些食品的理化分析尚不足以完全判定其卫生质量时,感官檢查尤应重視。

八、采样要求:

采样时应注意样品的代表性。

(1) 外地調入的食品:应結合运貨单,兽医医生証明,商品檢驗机关或卫生部門的化驗报告单,了解起运日期,来源地点,数量,品质,及包裝形式等情况。如在工厂、仓库或商店采样时,应了解食品的批数,制造日期,厂方化驗記錄及現場卫生狀況。同时应注意食品的运输、保管的条件,及外表的包裝情况,包裝容器是否完整等。

(2) 按食品的形态与种类,从各部分采取样品:

①液体、半流体食品:如鮮乳、植物油等大瓶盛裝或罐裝者,应先行充分攪匀后再采样。

②谷物、面粉及固体食品：应自每件食品的上中下三层各部分，分别采取部分样品混合。

③咸鱼，肉类，罐头等食品：分别由多少单位样品中采取不同部位的样品混合。

(3) 检查食品腐败程度或污染有害物质时，可只采取样品的腐败部分，污染部分或可疑部分。

(4) 记录采样单位，地址，日期，时间，样品号数，食品重量及包装，采取样品的条件，及检验目的。

九、采样数量：

一般应为检验需用量的三倍，其中一份作常规检查，一份供作必要的复验，另一份作留存备验。主要食品采样数量及采样规划如下（供参考）：

1. 谷类及其制品：自正批件中取样10%，每袋中用探子由上中下三层取样150g，（正批的16吨以下取500g，16~50吨取1000g，50~100吨取2000g，100吨以上每16吨采取350g），将取得的样品放平滑桌面上，用斜面木板条充分混合，铺成方形，按四分法取其对角线的对称两三角形，再混合后按上法分取，直至样品剩400~500g为止，一般不超过2kg。

2. 鲜乳：每次取样最少为250ml，如采取数桶乳的混合样品时，应先估计每桶乳的重量，一般每公斤可采取0.2~1.0ml。

3. 乳粉：用箱或桶包装者，应开启总数的1%，自容器四角及中心各采取样品一杆，放置盘中搅匀，采取量约为总量的0.1%；瓶装及桶装的样品，按批号分开，自不同部位采取总数的0.1%，尾数超过500件者，应加抽一件。

4. 奶油：从工厂发出奶油或在商店取样时，从各批奶油中每20份取一份，再从选出的份数中取出1~2份；当数量在1000份以上时，则每50份取一份，再从选出的份数中取出2~3份。

5. 食用油脂：固体脂肪取样量不超过600g，混合后取平均样品的半量。液体油类16吨以内者取1kg，16~50吨取2kg，50~200吨取5kg，200~1000吨取20kg，1000吨以上取50kg，最后混匀取平均样品200~300g。

6. 酒：一般检验应不少于1000ml，只进行特殊分析的（如铅），采取样品200ml，瓶装者应不少于2瓶。

7. 罐头：自同一种类同一批的每箱样品中采取总数的1/30，但不少于10罐，如发现损坏者，应再增加采样数量，由此选2~3罐。

十、检验结果的评价：

食品的性质十分复杂，理化检验结果必须与食品卫生学调查，微生物，寄生

虫等檢驗結果結合起来，进行綜合評價。

食品根据品质的不同，参照規定标准，可分以下三类：

1. 可供食用的食品：完全符合規定标准的全部要求。或若干項目略差于标准規定，而新鮮度，有害物質等指标符合要求时可供食用。

2. 条件可食食品：具有某些不适用于直接食用的缺陷，但加以一定条件处理后，仍可食用或作加工复制品处理后可以食用的食品。

3. 不可食用食品：具有非常明显的腐敗变质象征，污染較多的机械性杂质，多量的有害金属；及发现病原微生物，有害寄生虫和带有不允許的食用着色剂，甜味剂，防腐剂等食品。

第一章 一般成分檢驗法

第一节 比 重

比重系指一物质的重量与同体积同温度純水重量的比值，用 Sp.gr. 表示。各物质在一定温度均有一定比重，純度变更比重即随同改变，所以测定比重可以作为区别或检查物质純杂程度的参考。比重通常指在 25°C 时即 Sp.gr._{25}^{25} ，或在 15.56°C 测定即 $\text{Sp.gr.}_{15.55}^{15.56}$ ，测定液体的比重有下面三种方法：

一、比重瓶法：如要求精确度高或仅有少量样品可选用此法。所用仪器可分为比重管，比重瓶及附溫度計的比重瓶三种，普通多用10、25或50ml的比重瓶。

1. 仪器：如图1：A为比重瓶，B为瓶上的支管，上有标綫，C为支管上的小蓋，D为附溫度計比重瓶蓋。

2. 操作步骤：

取洁淨干燥精密称定重量的比重瓶，充滿样品后，置 25°C 的水浴中浸漬30分钟，使內容物的温度达到 25°C ，盖上附溫度計的瓶蓋，并用細濾紙条吸去支管标綫上的样品，蓋好小帽，取出，用濾紙將比重瓶外擦干，置天平室內30分钟后称重，然后将样品傾去，洗淨比重瓶，充滿水，再按上法測得同一温度的水重。

計算：

$$\text{比重： } \text{Sp.gr.}_t^t = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0}$$

W_0 ——比重瓶空瓶重量 g 数。

W_1 ——比重瓶及水的重量 g 数。

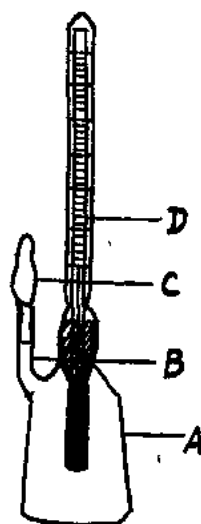


图 1

W_2 ——比重瓶及样品的重量 g 数。

增注：1.测定时注意瓶内不要有气泡。

2.调节温度时不能低于天平室内温度。否则样品溢出。

3.比重换算波美度公式为 $Be' = 145 - \frac{145}{\text{比重}}$

二、比重秤法：有足量的样品，并要求有较精确的结果时，可采用此法测定比重。

1.原理：一定体积的物体在各种液体中所受的浮力与该液体的密度成正比。

2.仪器：如图 2：韦氏比重秤。由支架 A，秤杆 B，玻璃 C，玻璃圆筒 I、砝码 K 及游码 L 组成。秤杆 B 的右端等分为 10 个刻度，玻璃 C 在空气中重量准确为 15g，内附温度计，温度计上有一道红线或一道较粗的黑线用来表示在此温度玻璃能准确排开 5g 水重。此比重秤为水在该温度时的比重为 1。玻璃圆筒 I 用来盛样品。砝码 K 的重量与玻璃相同，用来在空气中调节比重秤的零点。游码组 L 本身的重量为 5, 0.5, 0.05, 0.005g，在放置比重秤杆时表示重量的比例为 0.1, 0.01, 0.001, 0.0001。如 0.1 的放在秤杆 8 处即表示 0.8, 0.01 放在 9 处表示 0.09, 余类推。

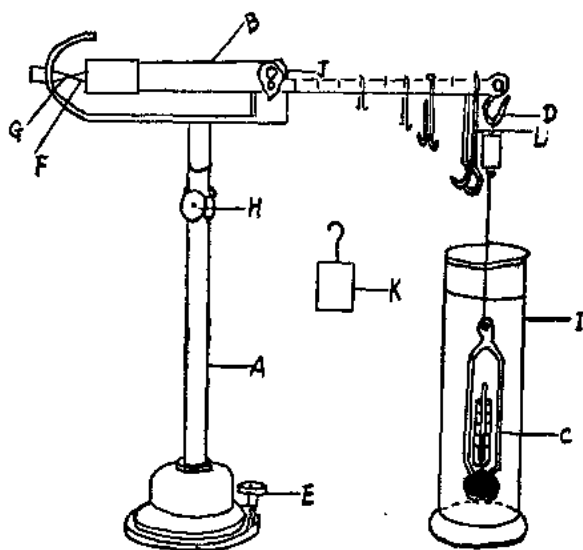


图 2

3. 操作步驟:

測定時, 將支架 A 置于平向桌上, 秤杆 B 架于刀口 J 處, D 鈎處挂上砝碼 K, 調節 H 至高度適宜, 旋轉 E 使 FG 吻合。然後取下 K, 挂上玻璃錘 C, 玻璃圓筒 I 內加入水至八分滿, 使玻璃錘 C 沉于玻璃圓筒 I 內, 調節水溫至所須溫度 (即玻璃錘內溫度計指示溫度), 將 0.1 游碼挂于秤杆 10 處, 再調節 E 使 FG 吻合。然後將玻璃錘取出擦干。玻璃圓筒內水倒掉擦干後加入欲測定樣品, 使玻璃錘浸入圓筒中至與以前相同深度, 調節溫度, 試放 4 種游碼于秤杆上至 FG 吻合, 游碼所表示的總重即為在該溫度時的比重。

注: 1. 放樣品測定時, 可用大小相近的量筒代替。

2. 玻璃錘放入圓筒時。勿使碰及筒的四周及底部。

3. 調節溫度時可于圓筒外放一燒杯, 燒杯內放入適當溫度的水來調節。

三、比重計法: 有大量樣品而不要求十分精確的結果時, 可採用此法, 操作簡便迅速。

1. 儀器: 如图 3: 比重計。上部細管中有刻度標簽示比重數, 下端球形內部裝汞或鉛塊, 沉入樣品中可直接讀出其比重。

2. 操作步驟:

測定時, 先將比重計洗淨擦干, 緩緩沉入欲測的樣品中, 待其靜止後, 再輕輕按下少許, 然後待其上升, 靜止後, 從水平位置觀察其與液面相交處的刻度, 即為樣品的比重。同時測定樣品的溫度。

注: 比重計放入後, 勿使碰及盛器的四周及底部。



图 3

第二节 水分

食品的水分一般是指在于 100°C 左右或在減壓情況下加熱後所失去的物質, 但實際上在此溫度下所失去的是揮發性物質的總量, 而不完全是水。有的食品中如水分含量較多時, 往往容易發生潮解使食品變質, 因此在某些食品中水分的含量都有一定的規定。

水分一般測定的方法為在 $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ 直接加熱, 但有的食品如糖類味精等

在此溫度易分解，則採用減壓低溫加熱，有的食品含較多的揮發性物質，如油脂及香辛料等則採用蒸滷法。

一、直接干燥法：

1. 操作步驟：

(1) 固体样品：可取潔淨鋁制或玻璃制的扁稱量瓶，置于100~105℃烘箱中，瓶蓋斜支于瓶邊，加熱30分鐘，取出蓋好置干燥器內冷卻30分鐘，稱重。將切碎或磨碎的样品2~10g，放入此稱量瓶中，样品厚度約為5mm。加蓋，精密稱重，置100~105℃烘箱中，瓶蓋斜支于瓶邊干燥4小時，取出，放于干燥器內冷卻30分鐘後稱重，然後再放入烘箱，干燥1小時左右，取出，放于干燥器內冷卻稱重。至前後兩次相差不超過2mg，即認為恒重。

(2) 半固体或液体样品：取潔淨的蒸发皿內置精制海砂（將海砂先用6N鹽酸煮沸，用水洗淨後再用6N氫氧化鈉溶液煮沸。用水洗淨，105℃干燥。如無海砂可用石棉或玻璃碎末代替。）約10g及小玻棒一根，放105℃干燥30分鐘，取出，放入干燥器內冷卻30分鐘稱重，然後精密稱取5~10g样品于已恒重的蒸发皿中，用小玻棒攪勻在水浴上蒸干，并隨時攪拌，擦去皿底的水滴，置100~105℃烘箱干燥4小時，自“取出，放于干燥器內……”以下与固体样品操作相同。

計算：

$$\text{水分}\% = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_3} \times 100$$

W_1 ——稱量瓶（或蒸发皿和海砂）加样品重量g數。

W_2 ——稱量瓶（或蒸发皿和海砂）加样品干燥後重量g數

W_3 ——稱量瓶（或蒸发皿和海砂）重量g數

補註：1. 測定含水份多的食物，如蔬菜水菓等，開始應先在60—70℃將大部份水烘去，再增高溫度，至100—105℃烘干，否則菜即粘在稱量皿上可使測定結果產生誤差。

2. 用烘干法測定水分，可用不同溫度不同時間進行干燥，例如糧食可在130℃烘一小時，其結果与105℃一小時一致。

3. 含有泥砂的菜蔬样品，應先用水洗去泥砂，再用蒸餾水沖洗，用紗布將菜上水分抹干，再用电風扇將菜上附着的水分吹去，但不可將菜吹軟（失去菜本身水分）。

4. 半固体或液体食品測定水分也可採用濾紙條代替海砂方法，即：將大張濾紙剪成比稱量并高度低3—5毫米紙條捲成紙捲，直徑比稱量并小10毫米，放入稱量瓶中，將样品一定量均勻滴入濾紙上。干燥稱重。該法适用于对含糖成份多而易粘結样品。

二、減压干燥法:

1. 操作步骤:

与直接干燥法相同,但以真空烘箱代替普通烘箱。将需干燥的样品与称量瓶或皿放入,将烘箱连接水泵或抽气机,抽出烘箱内空气至所需压力(一般为300~400mm水银柱),并同时加热至所需温度(50~60°C)。关上水泵或抽气机上的活塞,停止抽气,使烘箱内保持一定的温度与压力,經一定时间后,打开活塞,使空气缓缓流入,至烘箱的压力恢复正常时再打开烘箱,取出称量瓶置于干燥器中,放置30分钟后称重。并重复以上操作至恒重。

計算:与直接干燥法相同。

三、蒸溜法:

1. 原理:将与水不混合的溶剂(甲苯,二甲苯)加于样品中使水份与之共同蒸出,由水份的容量而求得其百分率。

2. 仪器:如图4:A为250ml三角烧瓶,B为水分接收管,C为冷凝管。水分接收管上有刻度。

3. 试剂:甲苯(或二甲苯)先以水饱和后,分去水层,进行蒸溜,收集溜液备用。

操作步骤:

称取样品适量(估計含水2~5ml)放入250ml干燥烧瓶中,加入新蒸溜的甲苯(或二甲苯)75ml,连接冷凝管与接收管,从冷凝管顶端注入甲苯,装满受器的管部。加热慢慢蒸溜,使每秒钟得溜出液2滴,待大部分水分溜出后,加速蒸溜約每秒钟4滴,当水分全部溜出后(接收管内水的体积不再增加时),从冷凝管顶端加入甲苯冲洗,如冷凝管壁附有水滴,可用附有小橡皮头的铜丝接下,再蒸溜片刻,至接收管上部及冷凝管壁无水滴附着为止,讀取接收管水层的容量。

計算:

$$\text{水分}\% = \frac{V}{W} \times 100$$

V——接收器内水ml数。

W——样品重量g数。

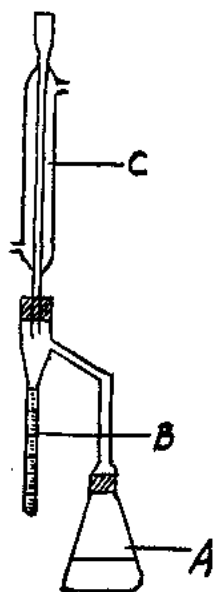


图 4

第三节 灰 分

食品經灼燒后所留的无机物质称为灰分，若食品中灰分过高时，往往表示食物受到污染，影响了质量，因此在某些食品中对灰分的含量有一定的规定。

操作步骤：

取大小适宜的坩埚置高温炉中，在600°C以下灼烧30分钟。冷至200°C以下后，取出放入干燥器中冷却半小时精密称重，然后放入固体样品2~3g或液体5~10g精密称重。（液体须先放水浴上蒸干），先以小火加热使其充分炭化至无烟，然后置高温炉在550~600°C灼烧至为白色灰分，冷却至200°C以下后，取出放入干燥器中冷却半小时精密称重，再重复灼烧称重至前后两次相差不超过0.5mg即认为恒重。

計算：

$$\text{灰分}\% = \frac{W_1 - W_2}{W_3 - W_2} \times 100$$

W_1 ——坩埚加灰分重量g数。

W_2 ——坩埚重量g数。

W_3 ——坩埚加样品重量g数。

注：1.灼烧温度不能超过600°C，否則鉀、鈣、氯等易揮发造成誤差。

2.第一次灼烧后如中間仍有炭粒，可加少許水使已灰化物质散开，而未灰化物质露出表面，蒸干后再灼烧。

3.炭化时若发生膨胀时，可滴加橄欖油数滴防止。或用无灰濾紙做成紙棒不断攪拌，待样品炭化时，將濾紙棒放在坩埚內与样品共炭化后，再行灼烧。

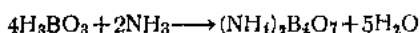
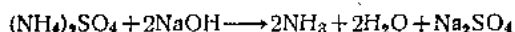
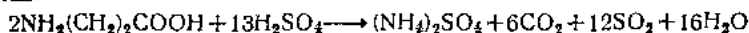
第四节 蛋 白 質

蛋白质在体内有构成新生組織及修補組織的用途及制造体内氧化还原所必須的酶和激素等生命基础物质的作用；如体内糖及脂肪不足时則蛋白质分解代替发生热能，因此食品中蛋白质的多少，不仅表示食品的质量也关系着人体的健康。在含蛋白质的食品中其含量都有一定的規定。

蛋白质是含有一定量氮的有机化合物，食品中含氮物以蛋白质为主，此外还

有其他非蛋白质物质。测定蛋白质的方法很多，但通常用凯氏定氮法测定其中含氮量，再乘以一定的系数得到的蛋白质称为“粗蛋白质”，在一般食品检验中即以此代表蛋白质。

蛋白质经有机质破坏后，其中氮即转化成无机氮，与硫酸结合成硫酸铵，在碱性下蒸馏即挥发，以硼酸吸收，用标准酸溶液滴定之，再乘一定的系数即为蛋白质质量。



一、全量法

1. 试剂:

(1) 40%氢氧化钠溶液。

(2) 混合指示剂: 0.2%甲基红乙醇溶液 1 份与 0.2%溴甲酚绿乙醇溶液 5 份用时混合。

(3) 2%硼酸溶液。

(4) 0.1N 硫酸溶液。

2. 仪器: 如图 5: A 为 500ml 凯氏瓶; B 为定氮蒸馏球, C 为冷凝管, D 为接收瓶(500ml 锥形瓶), E 为漏斗(倒置液用), F 为节流夹。

3. 操作步骤:

精密称取固体样品 0.2~2g, 半固体 2~5g, 液体 10~20ml (约相当氮 30~40mg), 小心移入干燥的 500ml 凯氏烧瓶中, 然后加入硫酸铜 0.5g, 硫酸钾 10g 及硫酸 20ml, 稍摇匀后, 于瓶口放一小漏斗, 将瓶以 45° 的角度斜支于有小圆孔的石棉网上, 小心加热, 待内容物全部炭化, 泡沫完全停止后, 加强火力, 并保持瓶内液体微沸, 至液体呈蓝绿色澄清透明后, 再继续加热半小时, 放冷, 小心加入水 200ml, 再放冷, 连接已准备好的蒸馏装置上, 瓶口塞紧, 冷凝管下端插入接收瓶液面下, 接收瓶内盛有 2% 硼酸溶液 50ml 及混合指示剂 2~3 滴, 放松 F 夹, 通过漏斗 E 倒入 40% 氢氧化钠溶液 70~80ml, 并振荡凯氏瓶 A, 至瓶内容易转为棕污色或产生黑色沉淀, 再倒入水 100ml, 夹紧 F, 加热蒸馏, 至氮被完全蒸出(蒸出潮液约 250ml 即可), 停止加热前, 先将吸收瓶放下少许使液面与冷凝管下端分离, 再蒸馏 1 分钟, 然后停止加热, 并用少量水冲洗冷凝管下端的外部, 以 0.1N 硫酸溶液滴至灰色即为终点。根据消耗的酸量计算蛋白质含量, 同时作一试剂空白试验。

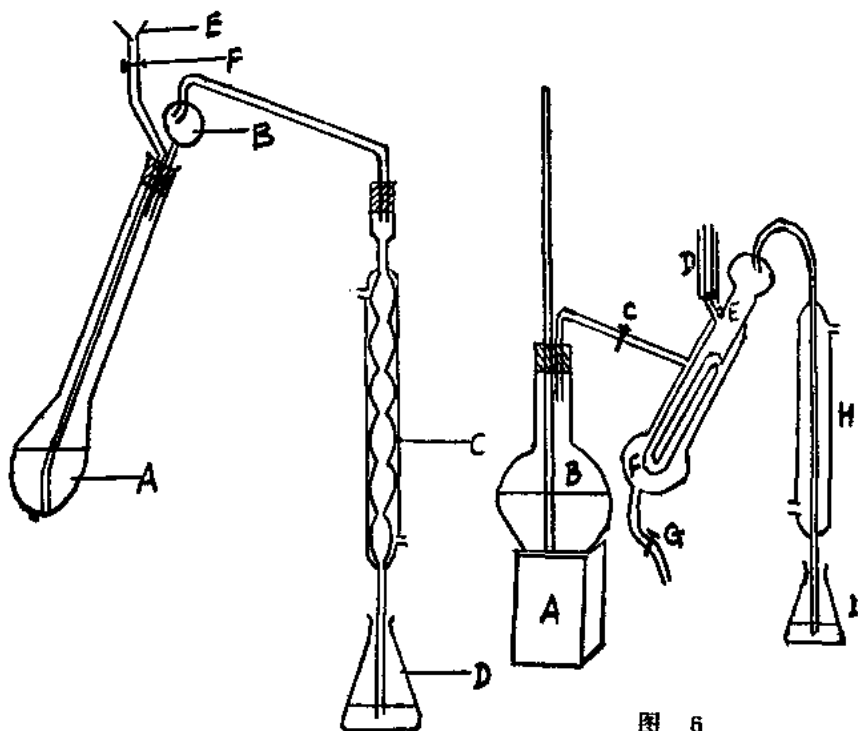


图 6

图 5

二、微量法

1. 试剂:

(1) 0.05N 硫酸溶液, 其余试剂同上

2. 仪器: 如图 6: A 为电炉, B 为水蒸气发生器 (2 升平底烧瓶), C 为螺旋夹, D 为小玻杯及棒状玻璃, E 为反应室, F 为其外层, G 为橡皮管及螺旋夹, H 为冷凝管, I 为蒸馏液接收瓶。

3. 操作步骤:

自“精密称取固体样品……至再继续加热半小时”按全量法操作, 放冷, 小心将瓶内容物移至 100ml 容量瓶中, 并用少量水洗凯氏烧瓶, 洗液并入容量瓶中, 再加水至刻度摇匀。向接收瓶 I 加入 2% 硼酸溶液 10ml 及混合指示剂 2—5