



GAODENG XUEXIAO LIANGSHI GONGCHENG ZHUANYE JIAOCAI

• 高等学校粮食工程专业教材 •

粮油及其制品检验

INSPECTION OF GRAINS & OILS AND PRODUCTS

主编 翟爱华 王长远



中国轻工业出版社

全国百佳图书出版单位

高等学校粮食工程专业教材

粮油及其制品检验

主编 翟爱华 王长远



 中国轻工业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

粮油及其制品检验/翟爱华, 王长远主编. —北京: 中国轻工业出版社, 2014. 8

高等学校粮食工程专业教材

ISBN 978-7-5019-9462-5

I. ①粮… II. ①翟… ②王… III. ①粮食—食品检验—高等学校—教材 ②食用油—食品检验—高等学校—教材 IV. ①TS210.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 228383 号

责任编辑: 苏 杨 策划编辑: 马 妍 责任终审: 唐是雯
封面设计: 锋尚设计 版式设计: 锋尚设计 责任校对: 吴大鹏
责任监印: 张 可

出版发行: 中国轻工业出版社 (北京东长安街 6 号, 邮编: 100740)

印 刷: 三河市万龙印装有限公司

经 销: 各地新华书店

版 次: 2014 年 8 月第 1 版第 1 次印刷

开 本: 787 × 1092 1/16 印张: 17.75

字 数: 407 千字

书 号: ISBN 978-7-5019-9462-5 定价: 45.00 元

邮购电话: 010-65241695 传真: 65128352

发行电话: 010-85119835 85119793 传真: 85113293

网 址: <http://www.chlip.com.cn>

Email: club@chlip.com.cn

如发现图书残缺请直接与我社邮购联系调换

130576J1X101ZBW

本书编审委员会

主 编 翟爱华（黑龙江八一农垦大学）

王长远（黑龙江八一农垦大学）

副主编 王宪青（黑龙江八一农垦大学）

尤春玲（黑龙江农垦科技职业学院）

参编人员 （按姓氏笔画排序）

王洪江（黑龙江八一农垦大学）

刘远洋（黑龙江八一农垦大学）

李 丹（黑龙江八一农垦大学）

张洪微（黑龙江八一农垦大学）

周 睿（黑龙江八一农垦大学）

主 审 张东杰（黑龙江八一农垦大学）

前 言

“粮油及其制品检验”是高等院校粮食工程专业和食品科学与工程专业（粮油加工方向）主干课程之一。本书是为了适应国家对粮食由关注质量转变到注重品质的调整需要，为高校教学及粮食、油脂和仓储企业培养高级检测人员而编写的，内容涉及油脂、谷物等产品的品质检测。

本书将传统检验方法与新型检验方法有机结合，系统地阐述了水稻、小麦、玉米、大豆等生产原料的质量检验、加工品质分析、成品粮油检验和部分成品粮的食用品质检验，同时还涉及原粮储藏品质检验、包装材料性能检测等。书中对近年来国内外采用质构仪法测定小麦粉、大米的新方法做了较为全面的阐述及分析；对现代检测技术，如核磁共振技术、近红外光谱技术、X射线衍射技术、差示扫描量热技术方法进行了介绍与分析；对大米食味值的测定方法也进行了说明，同时对小麦粉流变学特性做了较详尽的介绍。

本课程是一门应用性较强的技术科学，要求学习者熟练掌握实验的操作方法并对检测结果的准确性进行判定，只有在实际操作方面达到相应的学时数，才能在熟练的操作过程中将理论知识与分析检测过程中遇见的各种问题相结合进行分析，进而解决问题。

本书由翟爱华、王长远主编，王宪青、尤春玲副主编，张东杰教授主审。编写分工为：翟爱华编写第六章；王长远编写第七章、第八章；王宪青编写第三章；尤春玲编写第九章第一节；张洪微编写第一章第一节、第二节、第三节；刘远洋编写第二章第一节、第二节、第三节、第五节、第六节、第八节；周睿编写第二章第四节、第七节，第四章；李丹编写第一章第四节，第五章；王洪江编写第九章第二节。

本书编写过程中参考引用了相关院校、科研院所的参考资料和个人发表的论文，在此深表感谢。

由于编者水平有限，书中难免有不妥之处，恳请读者批评指正。

编者

2014年1月

目 录

第一章 粮油化学成分的检测	1
第一节 粮食中蛋白质的检测方法	1
一、食品中蛋白质检测方法概述	1
二、粮食中粗蛋白含量的检测	2
三、蛋白氮及非蛋白氮含量的检测	8
四、水溶性蛋白质含量的检测	12
五、氮溶解指数测定	14
第二节 粮油中油脂的检测方法	15
一、油脂检测方法概述	15
二、粗脂肪含量的检测	15
三、全脂肪含量的检测	17
四、淀粉中总脂肪含量的检测	18
第三节 粮油中淀粉的检测方法	19
一、淀粉检测方法概述	19
二、粮油种子粗淀粉含量的检测	20
三、破损淀粉含量的检测	24
四、抗消化淀粉含量的检测	27
第四节 粮食中纤维素含量的检测方法	29
一、纤维素检测方法概述	29
二、粮食粗纤维素含量的检测	29
三、粮食膳食纤维含量的检测	33
参考文献	35
第二章 粮油物理品质的检测	37
第一节 粮油纯粮率的检测	37
一、与纯粮率相关的概念	37
二、杂质的检测	39
三、不完善粒的检测	41
四、纯粮率的计算	42
第二节 稻谷质量的检测	42
一、出糙率的检测	42
二、整精米率的检测	44
三、黄粒米的检测	45

四、糙米裂纹的检测	46
五、稻谷垩白粒率、垩白度的检测	47
六、稻谷粒型长宽比的检测	48
第三节 米类加工精度的检测	49
一、概述	49
二、大米加工精度的检测	49
三、小米和高粱米加工精度的检测	52
第四节 米类碎米含量的检测	53
一、概述	53
二、米类中碎米含量指标	53
三、大米中碎米含量的检测	53
第五节 粮食容重的检测	54
一、概述	54
二、检测方法	57
第六节 小麦粉加工精度的检测	58
一、小麦粉加工精度的概念	59
二、检测方法	59
第七节 粉类粗细度的检测	61
一、概述	61
二、检测方法	62
第八节 面筋含量的检测	63
一、概述	63
二、湿面筋检测方法	65
三、干面筋测定方法	67
参考文献	68
第三章 植物油脂品质的检测	69
第一节 植物油脂物理品质的检测	69
一、概述	69
二、透明度、气味、滋味的检测	69
三、色泽的检测	71
四、折光指数的检测	73
五、油脂中不溶性杂质含量的检测	75
六、油脂加热试验	76
七、油脂冷冻试验	77
八、油脂烟点测定	77
第二节 植物油脂化学品质的检测	79
一、油脂中水分及挥发物含量的检测	79
二、油脂酸值的检测	81

三、油脂碘值的检测	82
四、油脂中含皂量的检测	85
五、油脂中不皂化物含量的检测	86
六、油脂过氧化值的检测	88
七、油脂中溶剂残留的检测	90
八、油脂中磷脂含量的检测	91
参考文献	95
第四章 粮油储藏品质评价	96
第一节 粮油储藏品质判定方法	96
一、相关概念	97
二、储存品质控制指标	97
三、储存品质控制指标的使用与储存的判定	98
第二节 粮油储藏品质检测方法	99
一、发芽率与发芽势的检测	99
二、粮食新与陈的试验	102
三、粮食脂肪酸值的检测	103
四、粮食酸度的检测	104
五、粮食黏度的检测	107
六、种子生活力的检测	115
七、油脂醛定性反应	118
参考文献	119
第五章 面团品质评价	120
一、小麦粉粉质特性的测定	120
二、面团拉伸性能的测定	126
三、面团吹泡示功仪特性的测定	130
四、质构仪法测定面团特性	134
参考文献	138
第六章 粮食食用品质评价	139
第一节 大米蒸煮品质评价	139
一、大米蒸煮特性的检测	139
二、稻米糊化特性的检测	141
三、大米碱消度和胶稠度的检测	141
四、稻米中直链淀粉含量的检测	145
五、大米食用品质的检测（大米食味计法）	147
六、米饭食味品质的检测（米饭食味计法）	148
七、米饭硬度和黏度的检测（米饭硬度、黏度计法）	151

八、米饭硬度和黏度的检测（质构仪法）	151
九、大米食用品质感官评价	152
第二节 小麦粉食用品质的评价	159
一、小麦粉烘焙及蒸煮品质的检测	159
二、面包坚实度的检测（质构仪法）	168
第三节 面条食用品质的评价	169
一、挂面	169
二、花色挂面	171
三、手工面	171
第四节 玉米食用品质的检测	172
参考文献	173
第七章 粮食酶活力的检测	175
第一节 粮食中 α -淀粉酶活力的检测	175
一、比色法（直接法）	175
二、降落值测定法（间接法）	178
第二节 粮食中过氧化氢酶活力的检测	181
一、过氧化氢酶活力定义	181
二、高锰酸钾滴定法	182
三、碘量法	183
四、氧电极法	184
第三节 粮食中脂肪酶活力的检测	184
第四节 粮食中蛋白酶活力的检测	186
一、比色法	186
二、定氮法	187
第五节 大豆制品中尿素酶活力的检测	189
参考文献	191
第八章 现代检测技术在粮食品质检测中的应用	192
第一节 核磁共振技术在粮食品质检测中的应用	192
一、定义	192
二、原理	192
三、核磁共振波谱仪	193
四、常规的 NMR 实验类型	195
五、检测操作规程（Varian Mercury plus 400M 型 NMR 仪）	196
六、核磁共振波谱解析	197
第二节 X 射线衍射技术在粮食品质检测中的应用	199
一、定义	199
二、原理	199

三、X 射线衍射仪	200
四、样品制备和测试	202
五、物相定性分析方法	203
第三节 差示扫描量热技术在粮食品质检测中的应用	205
一、定义	205
二、原理	205
三、差示扫描量热仪	206
四、图谱解析	208
参考文献	208
第九章 粮油食品包装检测	210
第一节 纸和纸板食品包装材料检测	210
一、纸和纸板包装物理性能要求	210
二、纸和纸容器包装卫生安全要求	217
三、纸和纸类包装材料物理性能检测	219
四、纸和纸类包装材料卫生检测	232
第二节 塑料食品包装材料检测	237
一、塑料包装物理性能要求	237
二、塑料包装卫生性能要求	237
三、塑料包装材料物理性能检测	239
四、塑料包装材料卫生性能检测	259
参考文献	269

第一章 粮油化学成分的检测

粮油的化学成分主要包括蛋白质、脂肪、淀粉等营养物质，主要存在于胚乳或子叶中，含量较高，是决定粮油品质的重要指标；此外粮食中还含有少量的矿物质、维生素、酶及色素等物质，这些成分主要存在于粮食的表皮或胚芽部位，是粮食加工品质或加工等级和储藏品质的重要指标。因此，掌握粮油中化学成分的测定方法及测定过程中的一些注意事项，学会分析问题，学习实验中常见的关键技术是本章的主要目标。

第一节 粮食中蛋白质的检测方法

一、食品中蛋白质检测方法概述

(一) 粮食中蛋白质的组成及含量

蛋白质是复杂的含氮有机物，主要由碳、氢、氧、氮四种元素组成。蛋白质组成的最大特点是含有氮元素，这是蛋白质与其他有机化合物的最大区别。有些蛋白质还含有微量的硫、磷、铁等元素，这些元素按一定结构组成氨基酸。氨基酸是蛋白质的基本组成单位。构成蛋白质的氨基酸有 20 多种，氨基酸组成的数量和排列顺序不同，使人体中蛋白质达 10 万种以上。它们的结构、功能千差万别，形成了生命的多样性和复杂性。人和动物只能从食品中得到蛋白质及其分解产物，来构成自身的蛋白质，所以蛋白质是人的重要营养物质，也是食品中重要的营养指标。

食品种类很多，蛋白质在各类食品中的种类与含量分布是不均匀的。表 1-1 中列出了一些食品中蛋白质的含量。从中我们可以看出，一般动物性食品蛋白质含量高于植物性食品，而且动物组织以肌肉内脏含量较多于其他部分，植物蛋白主要分布在植物种子中，豆类食品含蛋白质最高。

表 1-1 部分食品中蛋白质含量 单位: g/100g

食物名称	蛋白质含量	食物名称	蛋白质含量	食物名称	蛋白质含量
猪肉 (肥瘦)	9.5	鸡蛋	14.7	大白菜	1.1
牛肉 (肥瘦)	20.1	黄鱼 (大)	17.6	油菜 (秋)	1.2
羊肉 (肥瘦)	11.1	黄鱼 (小)	16.7	油菜 (春)	2.6
马肉	19.6	带鱼	18.1	菠菜	2.4
驴肉	18.6	鲈鱼	21.4	黄瓜	0.8
兔肉	21.2	鲤鱼	17.3	苹果	0.4
牛乳	3.3	稻米	8.3	桃	0.8
乳粉 (全脂)	26.2	小麦粉 (标准)	9.9	柑橘	0.9
鸡肉	21.5	小米	9.7	鸭梨	0.1
鸭肉	16.5	大豆	36.5	玉米	8.5

（二）蛋白质检测的意义

蛋白质是食品的重要组成部分之一，也是重要的营养物质。衡量食品的营养高低，蛋白质含量是一项重要指标。蛋白质除了保证食品的营养价值外，在决定食品的色、香、味及结构等特征上也起着重要的作用。蛋白质在食品中的含量是相对固定的。测定食品中的蛋白质含量，对于评价食品的营养价值、合理利用食品资源、优化食品配方、评价食品质量均有重要意义。

（三）蛋白质检测的方法

蛋白质是复杂的含氮有机化合物，相对分子质量很大。在蛋白质测定中，利用蛋白质含有氮元素而区别于其他有机化合物的特点，通过测定食品中的总含氮量来计算食品的蛋白质。一般情况下，大多数食品中蛋白质含氮量为 16%，即 1 份氮素相当于 6.25 份蛋白质，此数值（6.25）称为蛋白质系数。不同的蛋白质其氨基酸构成比例及方式不同，故各种不同的蛋白质其含氮量也不同。因此，不同种类食品的蛋白质系数也会有差异，不能都采用 6.25 为蛋白质系数。关于换算系数的采用目前尚无定论。在本教材中如无特殊说明，仍以通用的 6.25 作为蛋白质系数。

凯氏定氮法是通过测出试样中的总氮量再乘以相应的蛋白质系数而求出蛋白质含量的，由于试样中含有少量非蛋白质含氮化合物，故此法的结果称为粗蛋白质含量。此外，双缩脲法、染料结合法、紫外分光光度法、比色法等也常用于蛋白质含量的测定。另外，国外采用红外分析仪，利用波长在 $0.75 \sim 3\mu\text{m}$ 范围内的近红外线具有被食品中蛋白质组分吸收及反射的特性，依据红外线的反射强度与食品中蛋白质含量之间存在的函数关系而建立了近红外光谱快速定量方法。由于此方法简便快速，故多用于生产单位质量控制分析。

二、粮食中粗蛋白含量的检测

（一）常量凯氏定氮法检测蛋白质含量

1. 原理

采用凯氏定氮常量法测定样品中粗蛋白的含量，其原理为样品与硫酸和催化剂一同加热后消化，使蛋白质分解，其中的碳和氢分别被氧化成二氧化碳和水逸出，而有机氮转化成氨后与硫酸结合生成硫酸铵，然后在碱性条件下蒸馏使氨游离，用硼酸吸收后再用硫酸或盐酸标准溶液滴定，根据酸的消耗量乘以换算系数，即得蛋白质含量。以甘氨酸为例，该过程的反应方程式如下。

（1）消化 将试样与浓硫酸和催化剂一同加热消化，使蛋白质分解，其中碳和氢被氧化为二氧化碳和水逸出，而试样中的有机氮转化为氨，并与硫酸结合成硫酸铵，此过程称为消化。

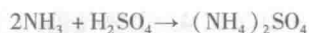
在消化过程中，利用浓硫酸的脱水性，使有机物脱水并炭化为碳、氢、氮，反应式为：



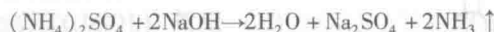
同时浓硫酸又具有氧化性，使炭化后的碳进一步氧化为二氧化碳，硫酸同时被还原成二氧化硫，反应式为：



最后二氧化硫使氮还原为氨，本身则被氧化为三氧化硫，氨随之与硫酸作用生成硫酸铵，留在酸性溶液中：



(2) 蒸馏 在消化完全的试样消化液中加入碱液(浓氢氧化钠)使之碱化,消化液中的氨被游离出来,通过加热蒸馏释放出氨气,反应方程式如下:



(3) 吸收与滴定 蒸馏所释放出来的氨,用弱酸溶液(如硼酸)进行吸收,与氨形成强碱弱酸盐,待吸收完全后,再用盐酸标准溶液滴定。吸收及滴定反应方程式如下:



本测定中滴定指示剂是用按一定比例配成的甲基红-溴甲酚绿混合指示剂。甲基红在 pH4.2~6.3 变色,由红变为黄,终点为橙色;溴甲酚绿在 pH3.8~5.4 变色,由黄变蓝,终点为绿色。当两种指示剂按适当比例混合时,在 pH5 以上呈绿色, pH5 以下为橙红色,在 pH5 时因互补色关系呈紫灰色,故此滴定终点十分明显,易于掌握。

2. 适用范围及特点

凯氏定氮法可适用于所有动物性、植物性食品的蛋白质含量的测定,最低检出量为 0.05mg 氮,相当于 0.3mg 蛋白质。由于样品中常含有核酸、生物碱、含氮类脂、卟啉以及含氮色素等非蛋白质的含氮化合物,故本法测出的结果为粗蛋白质含量。

3. 试剂

- (1) 浓硫酸(密度为 1.8419g/L)。
- (2) 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。
- (3) 硫酸钾(K_2SO_4)。
- (4) 硼酸(H_3BO_3)。
- (5) 氢氧化钠(NaOH)。
- (6) 0.1mol/L 盐酸标准溶液。
- (7) 甲基红指示剂($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$)。
- (8) 溴甲酚绿指示剂($\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$)。
- (9) 亚甲基蓝指示剂($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)。
- (10) 95% 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)。
- (11) 硼酸溶液(20g/L) 称取 20g 硼酸,加水溶解后并稀释至 1000mL。
- (12) 氢氧化钠溶液(400g/L) 称取 40g 氢氧化钠加水溶解后,放冷,并稀释至 100mL。
- (13) 硫酸标准滴定溶液(0.0500mol/L)或盐酸标准滴定溶液(0.0500mol/L)。
- (14) 甲基红乙醇溶液(1g/L) 称取 0.1g 甲基红,溶于 95% 乙醇,用 95% 乙醇稀释至 100mL。
- (15) 亚甲基蓝乙醇溶液(1g/L) 称取 0.1g 亚甲基蓝,溶于 95% 乙醇,用 95% 乙醇稀释至 100mL。
- (16) 溴甲酚绿乙醇溶液(1g/L) 称取 0.1g 溴甲酚绿,溶于 95% 乙醇,用 95% 乙醇稀释至 100mL。
- (17) 混合指示液 2 份甲基红乙醇溶液(14)与 1 份亚甲基蓝乙醇溶液(15)临用时混合,也可用 1 份甲基红乙醇溶液(14)与 5 份溴甲酚绿乙醇溶液(16)临用时混合。

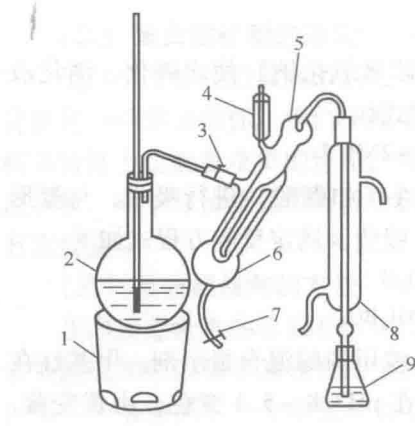


图 1-1 定氮蒸馏装置图

- 1—电炉 2—水蒸气发生器 (2L 烧瓶)
3—螺旋夹 4—小玻璃杯及棒状玻塞
5—反应室 6—反应室外层 7—橡皮管及螺旋夹
8—冷凝管 9—蒸馏液接收瓶

4. 主要仪器

- (1) 凯氏定氮蒸馏装置, 如图 1-1 所示。
- (2) 天平 感量为 1mg。
- (3) 量筒 (10mL)。
- (4) 容量瓶。
- (5) 1mL、2mL、10mL 刻度吸量管。
- (6) 自动凯氏定氮仪。

5. 操作步骤

(1) 消化 精密称取 0.2 ~ 2.0g 均匀固体试样、2 ~ 5g 均匀半固体试样或吸取 10 ~ 20mL 液体试样 (相当于氮 30 ~ 40mg), 精确至 0.001g, 移入干燥的 100mL、250mL 或 500mL 凯氏烧瓶中, 加入 0.2g 硫酸铜、6g 硫酸钾及 20mL 硫酸, 按图 1-1 安装消化装置, 轻轻摇匀后在瓶口放一小漏斗, 将瓶以 45°角斜支于有小孔的电炉石棉网上。在通风橱内小心加热, 先用慢火待内容物

全部炭化, 泡沫完全停止后, 再加强火力, 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 0.5 ~ 1h。取出放置冷却至室温, 向瓶中小心加水 20mL。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。同时做试剂空白试验。

(2) 测定 按图 1-1 装好定氮蒸馏装置, 向水蒸气发生器内装水至 2/3 处, 加入数粒玻璃珠, 加甲基红乙醇溶液数滴及几毫升硫酸, 以保持水呈酸性, 加热煮沸水蒸气发生器内的水并保持沸腾。

(3) 向接收瓶内加入 10.0mL 硼酸溶液及 1 ~ 2 滴混合指示液, 并使冷凝管的下端插入液面下, 根据试样中氮含量, 准确吸取 2.0 ~ 10.0mL 试样处理液, 由小玻璃杯注入反应室, 以 10mL 水洗涤小玻璃杯并使之流入反应室内, 随后塞紧棒状玻塞。将 10.0mL 氢氧化钠溶液倒入小玻璃杯, 提起玻塞使其缓缓流入反应室, 立即将玻塞盖紧, 并加水于小玻璃杯以防漏气。夹紧螺旋夹, 开始蒸馏。蒸馏 10min 后移动蒸馏液接收瓶, 液面离开冷凝管下端, 再蒸馏 1min。然后用少量水冲洗冷凝管下端外部, 取下蒸馏液接收瓶。以硫酸或盐酸标准滴定溶液滴定至终点, 其中 2 份甲基红乙醇溶液与 1 份亚甲基蓝乙醇溶液指示剂, 颜色由紫红色变成灰色, pH5.4; 1 份甲基红乙醇溶液与 5 份溴甲酚绿乙醇溶液指示剂, 颜色由酒红色变成绿色, pH5.1。同时做试剂空白试验。

6. 结果计算

试样中蛋白质的含量按式 (1-1) 进行计算。

$$X = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 0.0140}{m \times V_3 / 100} \times F \times 100 \quad (1-1)$$

式中 X ——试样中蛋白质的含量, g/100g;

V_1 ——试液消耗硫酸或盐酸标准滴定液的体积, mL;

V_2 ——试剂空白消耗硫酸或盐酸标准滴定液的体积, mL;

V_3 ——吸取消化液的体积, mL;

c ——硫酸或盐酸标准滴定溶液浓度, mol/L;

0.0140——1.0mL 硫酸 [$c(1/2H_2SO_4) = 1.000\text{mol/L}$] 或盐酸 [$c(HCl) = 1.000\text{mol/L}$] 标准滴定溶液相当的氮的质量, g;

m ——试样的质量, g;

F ——氮换算为蛋白质的系数。一般食物为 6.25; 纯乳与纯乳制品为 6.38; 面粉为 5.70; 玉米、高粱为 6.24; 花生为 5.46; 大米为 5.95; 大豆及其粗加工制品为 5.71; 大豆蛋白制品为 6.25; 肉与肉制品为 6.25; 大麦、小米、燕麦、裸麦为 5.83; 芝麻、向日葵为 5.30; 复合配方食品为 6.25。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 蛋白质含量 $\geq 1\text{g}/100\text{g}$ 时, 结果保留 3 位有效数字; 蛋白质含量 $< 1\text{g}/100\text{g}$ 时, 结果保留两位有效数字。

7. 自动凯氏定氮仪法

称取固体试样 0.2 ~ 2g、半固体试样 2 ~ 5g 或液体试样 10 ~ 25g (相当于 30 ~ 40mg 氮), 精确至 0.001g。按照仪器说明书的要求进行检测。

8. 说明及注意事项

(1) 所有的试剂溶液应用不含氮的蒸馏水配制。

(2) 将样品加入凯氏烧瓶中时, 应注意勿使样品粘于烧瓶颈部。放置液体样品时, 需将吸管插至瓶底部再放样品; 如是固体样品, 可将样品卷在纸内, 平插入烧瓶底部, 然后再将烧瓶竖起, 卷纸内的样品即完全放在烧瓶底部。

(3) 消化时由于会放出 SO_2 , 因此需将烧瓶放置在通风橱内或通风处进行消化, 或在消化架上进行。消化时不要加强火, 应保持和缓微沸以免黏附在凯氏瓶内壁上的含氮化合物在无硫酸存在的情况下未消化完全而造成氮损失。

(4) 样品中若含脂肪或糖较多时, 消化过程中易产生大量泡沫, 为防止泡沫溢出瓶外, 在开始消化时应用小火加热, 并时时摇动; 或者加入少量辛醇或液体石蜡或硅油消泡剂, 并同时注意控制热源强度。

(5) 当样品消化液不易澄清透明时, 可将凯氏烧瓶冷却, 加入 30% 过氧化氢 2 ~ 3mL, 再继续加热消化。

(6) 若取样量较大, 如干试样超过 5g, 可按每克试样 5mL 的比例增加硫酸用量。

一般消化至透明后, 继续消化 30min 即可, 但对于特别难以氮化的氮化合物样品, 如含赖氨酸、组氨酸、色氨酸、酪氨酸或脯氨酸等, 需适当延长消化时间。有机物分解完全时, 消化液呈蓝色或浅绿色, 但含铁较多时, 呈较深绿色。

9. 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

(二) 微量凯氏定氮法检测蛋白质的含量

1. 原理

同常量凯氏定氮法。

2. 适用范围及特点

微量凯氏定氮法可适用于所有动物性、植物性食品的蛋白质含量的测定。

3. 试剂

0.01mol/L 盐酸标准溶液，其他试剂同常量凯氏定氮法。

4. 主要仪器

凯氏烧瓶（100mL），微量凯氏定氮装置。

5. 操作步骤

（1）试样消化 消化步骤同常量法。将消化完全的消化液冷却后，完全转入 100mL 容量瓶中，加蒸馏水至刻度，摇匀待测。

（2）蒸馏和吸收 蒸馏和吸收是在微量凯氏定氮仪内进行（如图 1-2 所示）。

①仪器的洗涤：仪器安装前，各部件需经一般方法洗涤干净，所用橡皮管、塞需浸在 10% NaOH 溶液中，煮约 10min，水洗、水煮 10min，再水洗数次，最后安装并固定在一铁架台上。

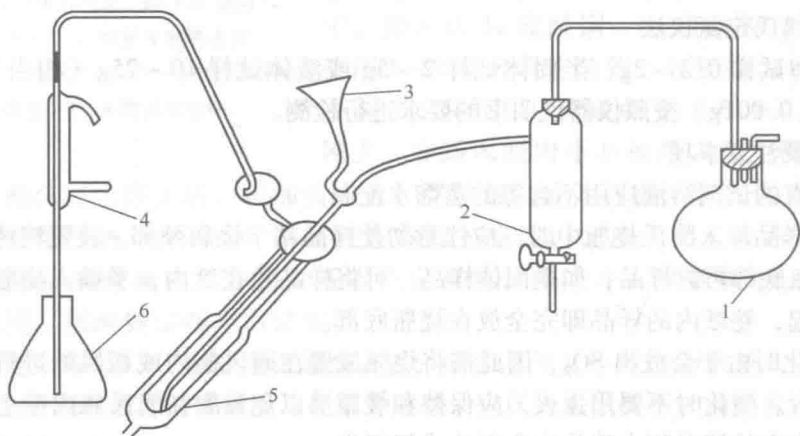


图 1-2 微量凯氏定氮蒸馏装置

1—蒸汽发生器 2—汽水分离器 3—试样入口 4—冷凝管 5—反应室 6—接收瓶

仪器使用前，全部管道需经水蒸气洗涤，以除去管道内可能残留的氨，正在使用的仪器，每次测样前，蒸汽洗涤 5min 即可。较长时间来使用的仪器，重复蒸汽洗涤，不得少于 3 次，并检查仪器是否正常。仔细检查各个连接处，保证不漏气。

首先在蒸汽发生器中加约 2/3 体积蒸馏水，加入数滴硫酸使其保持酸性，以避免水中的氨液蒸出而影响结果，并放入少许玻璃珠，以防爆沸。沿小漏斗加入蒸馏水约 10mL 进入反应室，夹紧漏斗橡皮管，立即关闭废液排放管上的开关，使蒸汽进入反应室，反应室内的水迅速沸腾，蒸汽进入冷凝管冷却，在冷凝管下端放置一个锥形瓶接收冷凝水。连续蒸煮 5min，停止加热。冲洗完毕，夹紧蒸汽发生器与收集器之间的连接橡胶管，由于气体冷却压力降低，反应室内废液自动抽到汽水反应室中，打开废液排出口夹子放出废液。如此清洗 2~3 次，仪器即可供测试样使用。

②试样消化液的蒸馏：取洁净的 100mL 锥形瓶一只，加入 4% 硼酸溶液 10mL（或 2% 硼酸溶液 25mL），亚甲基蓝—甲基红指示剂（呈紫红色）2~3 滴，承接在冷凝管下端，并使冷凝管的出口浸没在溶液中。注意：在此操作之前必须先打开汽水分离器下活塞，以

免锥形瓶内液体倒吸。准确吸取消化稀释液 10mL 由小漏斗加入,用少量蒸馏水冲洗小漏斗 3 次。然后用量筒向小漏斗中加入 10mL40% NaOH 溶液,夹紧橡皮管。用 5mL 蒸馏水冲净小漏斗,关闭汽水分离器下活塞,加热蒸汽发生器,进行蒸馏。锥形瓶中的硼酸-指示剂混合液由于吸收了氨,由紫红色变成绿色。自变色起,再蒸馏 10min,移动锥形瓶使瓶内液面离开冷凝臂下口 1cm,并用少量蒸馏水冲洗冷凝管下口,再继续蒸馏 1min,移开锥形瓶,准备滴定。

③滴定:试样和空白蒸馏完毕后,一起进行滴定。用酸式微量滴定管以 0.01mol/L 的标准盐酸溶液进行滴定。待滴至瓶内溶液呈暗灰色时,用蒸馏水将锥形瓶内壁四周淋洗一次。若振摇后又出现绿色,应再小心滴入标准盐酸溶液半滴,振摇观察瓶内溶液颜色变化,暗灰色在 1~2min 内不变,则视为到达滴定终点。若呈粉红色,表明已超越滴定终点,可在已滴定耗用的标准盐酸溶液用量中减去 0.02mL。每组试样的定氮终点颜色必须完全一致。空白对照液接收瓶内的溶液颜色不变或略有变化尚未出现绿色,可以不滴定。记录每次滴定耗用标准盐酸溶液体积,供计算用。

6. 结果计算

同常量凯氏定氮法。

7. 说明及注意事项

- (1) 每次蒸馏试样前需要先检查仪器的气密性并对仪器进行彻底清洗。
- (2) 蒸馏前给水蒸气发生器内装水至 2/3 体积处,加甲基橙指示剂数滴及硫酸数毫升以使其始终保持酸性,这样可以避免水中的氨被蒸出而影响测定结果。
- (3) 在蒸馏过程中,蒸汽供给要均匀充足,蒸馏过程中不得停火断汽,否则将发生倒吸。
- (4) 加碱要足量,操作要迅速;漏斗应采用封闭措施,以免氨由此逸出损失。

(三) 燃烧法检测蛋白质的含量

1. 原理

试样在 900~1200℃ 高温下燃烧,燃烧过程中产生混合气体,其中的碳、硫等干扰气体和盐类被吸收管吸收,氮氧化物被全部还原成氮气,形成的氮气气流通过热导检测仪(TCD)进行检测。本法适用蛋白质含量在 10g/100g 以上的粮食、豆类、乳粉、米粉、蛋白质粉等固体试样的筛选测定。

2. 仪器和设备

(1) 氮/蛋白质分析仪。

(2) 天平 感量为 0.1mg。

3. 分析步骤

按照仪器说明书要求称取 0.1~1.0g 充分混匀的试样(精确至 0.0001g),用锡箔包裹后置于样品盘上。试样进入燃烧反应炉(900~1200℃)后,在高纯氧(≥99.99%)中充分燃烧。燃烧炉中的产物(NO_x)被载气 CO_2 运送至还原炉(800℃)中,经还原生成氮气后检测其含量。

4. 分析结果的表述

试样中蛋白质的含量按式(1-2)进行计算。

$$X = C \times F \quad (1-2)$$