

饲料粗蛋白测定应注意的四个关键环节

范桂芝

云南省昭通市畜牧兽医技术推广站, 云南昭通 657000

蛋白质是动物新陈代谢、生长繁殖等生理活动必不可少的一种营养物质,是动物重要的营养源之一,对于体组织、器官和细胞的形成、修补、增生,胎儿的形成,以及酶类和激素功能的实现都是不可缺少的;其作用是其他营养物质不可替代的;其成本占饲料成本的 45%左右。粗蛋白是饲料营养成分中的一个主要营养指标,也是评价饲料营养价值的重要指标之一,是饲料中含氮物质的总称,包括纯蛋白质和氮化物(非蛋白质含氮物质,如氨基酸、尿素等)。因此,饲料粗蛋白测定在饲料检测中占据了非常重要的位置。目前生产中常用的检测饲料粗蛋白的方法有国标法、凯氏定氮法、强碱直接蒸馏法、双氧水法、双缩脲法等。其中,在使用国标法测定饲料粗蛋白时,由于操作方法和实验仪器的原因,样本经消化、蒸馏、滴定诸道工序,易产生误差。本文以 GB/T6432-1994 为准,总结在多年的饲料粗蛋白检测操作实践中积累的经验,参阅相关资料,提出了饲料粗蛋白测定应注意的四个关键环节,供大家参考。

1 样品称取

饲料粗蛋白测定的称样与其他项目测定称样有所不同,其他项目测定可直接称样,而粗蛋白测定的称样由于凯氏定氮管(即消化管)较长,只能采取减量称样法。

即首先要天平托盘上放一称样皿,再将需要取的样品放入称样皿中,然后将天平除零后采用减量法取样。

1.1 取样过程注重细节

为保证称样准确,在取样过程中要注意细节。例如,取出样品时应该让样品紧贴样品勺,避免取出的样品洒落。每称完一个样品后,都应该用定量滤纸擦拭干净取样勺,以免影响下一个样品取样。

取样时应使用干燥的消化管,潮湿的消化管容易弄潮取样勺,既可能带出刚放入的样品,又可能影响下一次样品取样,导致取样不准确。另外,取样时最好使用比较轻巧的长把取样勺将样品直接送到消化管底部。最后,取出的样品放入消化管时,尽可能不沾管壁,以免造成样品消化不完全。

1.2 试样用量要准确

试样的用量可根据具体情况而定,标准中规定为 0.5~1.0 g。该用量是针对浓缩料、配合饲料、鱼粉、豆粕等蛋白含量较高的样品而定的,但对于蛋白含量比较低的样品,如稻谷、玉米等可适当增加到 2~3 g,否则,滴定时盐酸的消耗量只有 1~2 mL,会增加读数和测定的误差。

2 样液消化

2.1 催化剂的选择

样品消化前需加入硫酸铜-硫酸钾(或硫酸钠)混合催化剂,其目的是提高消化温度。除硫酸铜外,常用的催化剂还有汞、氧化汞、硒粉、还原铁或上述物质的混合物。催化剂的选择要根据样品的特性而定,对于一般的配合饲料样品、浓缩饲料样品等的消化,用硫酸铜作催化剂(在蒸馏氨时可作为碱性反应的指示剂),使用强热源即可;对于难消化物质

收稿日期:2014-02-20

范桂芝,女,1965年生,大专,畜牧师。

的样品,硫酸铜催化效果不如汞,测得粗蛋白质含量偏低;对于富含脂肪或消化过程中易发泡的样品,可在消化前添加少量氧化剂,如过氧化氢。添加氧化剂可帮助有机质消化,一般不用高锰酸钾和次氯酸作氧化剂,因为氧化性较强的氧化剂会使氨氧化为氮气而损失。

2.2 催化剂的用量

混合催化剂的用量稍多一点不影响检测结果,但若过多(即硫酸钾的用量过大),会导致消化温度太高。这样,在消化过程中,随着硫酸的分解和水分的蒸发,硫酸钾的浓度将逐渐增大,会加速有机物的分解,生成的硫酸铵会分解出氨而使测定结果偏低。另外,消化液加水后,样液容易凝结成固体,蒸馏时需较长时间溶解,稍不注意,蒸馏不彻底会导致检测结果偏低。

2.3 硫酸的用量

硫酸的用量,要根据样品的取样量来确定,如果取 2~3 g 样,则需 25 mL 硫酸。对于含盐量高的样品,如某些劣质鱼粉、肉骨粉之类,需相应增加硫酸用量,因为 $\text{NaCl} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{HCl} \uparrow$, 加热后 HCl 会挥发。

样品与催化剂混匀后再加入纯硫酸,加硫酸的同时应不断摇晃消化管底部,尽量使样品、催化剂和硫酸充分混溶,以免消化时烧焦未溶样品而影响检测结果。

2.4 消化火力的控制

样液消化时按国标 GB/T6432-1994 仲裁法要求是开始使用小火,待泡沫消失、样液焦化后再升温至 380~410 °C。但笔者通过反复试验发现,小火同样会使样液膨胀沾于消化管壁,因为温度低,形成的蒸汽回流不足以使沾于管壁的样液回流到管底,即使手工振摇消化管也很难将管壁上的样液全部回流到管底,而且这种逐步升温的方法需要时间较长,待样液变蓝绿色需要 2~3 h。而使用国标 GB/T6432-1994 推荐法,一次性设置温度至 420 °C,只需半小时左右即可使样液变蓝绿色,而且样液回流较彻底,偶有个别发生沾壁,手工回流大多能办到。但如果样品用量大,硫酸用量相应增加,样液就多,消化时则需要适当控制温度。通过反复的试验比对发现,一次性设置温度至 400 °C 左右的方法对检测结果并无影响。

在此需特别提醒,无论采用何种方法消化样

液,手工回流时必须注意安全,不能剧烈摇晃,更不能用水冲洗管壁(切忌);摇晃时要将管口朝向无人处,以免烫伤自己或他人。如出现固体物无法回流的,该样品必须重做,否则将会因消化不彻底而不同程度影响检测结果。

3 消化液的蒸馏

蒸馏是将硫酸消化过的样液加入足够的强碱,在加热的情况下生成氨气,同时用足够的硼酸将氨气吸收的过程。蒸馏过程的操作较复杂,特别对于初学者来说应特别注意以下几点。

3.1 空蒸及蒸馏检验

在空蒸前必需先打开冷凝水。空蒸是用空消化管先蒸馏 10 min,目的是清洗管路和检查蒸馏器各管路是否密闭及蒸馏功能是否正常,特别要注意蒸馏管接口是否紧密,否则产生的氨气逸出将直接影响检测结果。必要时需进行蒸馏步骤的检验,即准确称取 0.2 g 硫酸铵代替试样,按蒸馏样液时的步骤进行操作,测得硫酸铵含氮量应为 $21.19\% \pm 0.20\%$,否则应检查加碱、蒸馏和滴定各步骤是否正确。

3.2 蒸馏样液

检查空蒸正常后,打开排废液阀才能插接盛有样液的蒸馏管,否则会发生回吸现象,管内气压会将大量样液压入废液管内,导致该样品检测彻底失败。开始蒸馏的同时必须关闭排废液阀,否则氨气会从废液管逸出,直接影响检测结果。

3.3 调整电流

蒸馏时电流应稳定在 4~5 A,如距此范围不大,通过锅炉加水阀调整即可。

如电流过高,会使样液上冲喷入其他管道,造成样液损失而影响检测结果。可在蒸馏的同时打开锅炉排水阀,待电流降至 4~5 A 后,关闭锅炉排水阀,再通过锅炉加水阀调整电流至 4~5 A。

如电流过低,会导致蒸馏不彻底而影响检测结果。可在蒸馏的同时关闭锅炉电源开关,观察锅炉进水后再打开锅炉开关,然后通过锅炉加水阀调整电流至 4~5 A。

4 滴 定

滴定是饲料粗蛋白测定操作的最后一步,影响滴定结果的因素主要有以下几个方面。

4.1 标准滴定液的标定

标准滴定液标定的准确性直接影响检测结果,因此滴定液标定必须严格按照国标要求进行。在基准称量准确的基础上,滴定时为减少滴定误差,8 个平行样加热前颜色应一致,加热后盐酸消耗最好不要超过一滴。

4.2 准确读数

滴定读数的准确度也直接影响检测结果的准确度。滴定时读数不准、误读、滴定液洒漏或滴定管中有气泡都将不同程度地影响检测结果。因此滴定前要排出滴定管中所有气泡,并把握好活塞松紧

度,防止滴定液洒漏。

5 小 结

实验室工作是一项科学严谨、耐心细致的工作,一个样品,要得到准确的检测结果,从样品采集、粉碎磨样到最后结果计算都需要处处小心、时时注意。实验室任何项目及指标的测定都有其关键环节,饲料粗蛋白检测也是如此,关键是需要操作者在检测操作实践中一丝不苟、用心体会、认真把握、力求精益求精。只有通过不断的归纳总结,才能逐步提高自身的检测操作技能和工作效率。

中国乳品检测系统将 与 欧盟同步

3 月 22 日至 4 月 1 日,中国国家主席习近平对荷兰、法国、德国、比利时进行国事访问。11 天,84 场活动,中国同四国累计签署 110 多项协议,合计 700 多亿美元。其中中国和荷兰签署的 18 项协议中,有两项涉及乳制品,分别是中荷乳制品框架协议、伊利集团与荷兰瓦赫宁根大学达成的共建食品安全保障体系合作。根据中荷协议,荷兰将派遣专家赴华,在未来几年内帮助中国生奶年产量提高至 400 亿千克。2013 年,中国生奶的总产量为 353.1 亿千克。伊利集团和瓦赫宁根大学达成的共建食品安全保障体系,将率先针对牧场管理等奶源上游的技术进行先期开发。两个项目全部建成后,将实现中国与欧盟乳品检测系统的同步。

浙江省商务研究院院长张汉东认为,这次中荷之间的食品合作,中国老百姓将直接受益。

随着经济的发展和居民生活水平的提高,居民的食品结构不断变化,对奶制品的需求也逐年提高。相对于大量的消费者,中国的乳制品是不够的。增加生奶产量,在一定程度上可以满足中国乳制品消费的需求。

据了解,目前伊利等大型乳企旗下的牧场,管理、设备及技术和国外水平相当。但目前中国一头成年母牛的年平均奶产量为 5.0~5.2 t,荷兰为 7.0~7.5 t,新西兰、澳大利亚为 7.2~7.5 t,美国平均为 8.5 t,以色列平均为 10.0 t。产奶量低是中国奶源供应长期偏紧的原因之一。荷兰以家庭牧场为主导的经营模式值得学习,这也与 2014 年中央一号文件提倡的建设家庭农场、家庭牧场是一致的。

“乳制品除了量的扩张,更要有质的提升。”对于伊利集团和瓦赫宁根大学达成的共建食品安全保障体系合作,张汉东觉得这是一个创新。最近若干年来,食品安全成为中国成长中的烦恼,由于监管不力、企业缺乏自律等各种原因,给中国食品行业敲响了警钟。国人要喝上安全、高质量的奶制品,必须在生产、检验、监督等各个环节进行革新改善。

“欧洲的食品监管,总的来说非常严格。双方携手可以逐步实现中国与欧盟乳品检测系统的同步。”张汉东表示,虽然一个协议并不能改变全局,但可以令中国的食品安全有一点改进。

来源:中国食品报