

“食品化学”实验课程中粗蛋白测定实验教学探讨 ——以山东理工大学食品科学与工程专业为例

宋越冬, 李宏军, 马成业, 张东亮, 杨青青

(山东理工大学 农业工程与食品科学学院, 山东 淄博 255049)

摘要: 以“食品化学”实验课课程中粗蛋白的测定实验课为例, 就样品消化过程、半微量凯氏定氮法蒸馏过程及微量滴定过程中容易出现的问题进行分析, 在以增强学生动手能力为目标, 保证学生安全为前提, 对实验操作的细节做必要规范, 使得学生在规定时间内顺利完成实验, 以期培养高素质的人才打下必要的实验操作基础。

关键词: 粗蛋白测定; 消化; 半微量凯氏定氮法; 实验教学

中图分类号: G642.0

文献标志码: A

doi: 10.16693/j.cnki.1671-9646(X).2020.11.073

Discussion Experimental Teaching of Food Chemistry Experimental for Determination of Crude Proteins: Taking Food Science and Engineering Major for Shandong University of Technology as an Example

SONG Yuedong, LI Hongjun, MA Chengye, ZHANG Dongliang, YANG Qingqing

(School of Agriculture Engineering and Food Science, Shandong University of Technology, Zibo, Shandong 255049, China)

Abstract: The determination of crude proteins was taken as an example for the experimental course of Food Chemistry, the problems in experimental acid digestion, semi-trace Kjeldahl distillation and microtitration were analyze, and necessary specifications were made for the details of experimental operation on the premise of enhancing students' operational ability and ensuring students' safety, so that the experiment could be finished within the allotted time. It was hoped that these measures can lay the necessary foundation of experimental operation for training high quality professionals.

Key words: crude protein determination; acid digestion; semi-trace Kjeldahl; experiment teaching

“食品化学”是食品科学与工程专业最主要的专业基础课,也是骨干课程之一^[1]。该课程主要从化学和分子水平角度讲述与食品有关的化学知识,包括碳水化合物、脂类、蛋白质和维生素等相关知识,是一门理论联系实际较强的课程^[2]。该课程在山东理工大学开设时间是第3学期,总课时为56个,其中理论课40个、实验课16个。实验课由5个实验构成,粗蛋白的测定为最后一个实验,教学课时为6个。6个课时的实验,是山东理工大学食品科学与工程专业本科阶段单个实验课时最长的实验,足见实验的难度和重要性。实验的主要内容有4个部分组成,分别是样品烘干、消化、蒸馏和滴定,4个部分相对独立又相辅相成,缺一不可,如果一个步骤出现失误,则会影响整个实验的准确性。由于是刚接触专业实验,学生的操作基础相对薄弱,加之实验操作的复杂性和危险性,使得实验中问题频出,导致一些不

必要的误差甚至是错误结论。为了降低学生实验中操作失误问题、提高教学质量,需要实验指导对实验课的教学方式不断进行探讨,对实验步骤进行合理规划,对课时进行科学分配,并对实验操作细节进行规范,对容易出现的失误要提前防范,从而让学生养成科学实验态度和严谨的实验观,为培养高素质应用型人才奠定必要的实验操作基础。

1 科学分配 合理规划 做好充分的准备

实验采用半微量凯氏定氮法^[3]测食品中总蛋白的含量,实验内容较多,时间上要做到合理分配才能完成教学目标。在山东理工大学食品科学与工程专业,实验的分配方案为:第1次实验为样品的消化,课时数为2课时(样品烘干部分由实验指导教师在开课之前提前做完);等样品消化之后进行第2次实验,做蒸馏和滴定,课时数为4课时。显然,2个课

收稿日期: 2020-07-16

基金项目: 山东理工大学校级教学项目(119229)。

作者简介: 宋越冬(1968—),女,硕士,实验师,研究方向为天然产物开发与利用。

时消化是不能完成的,实际开设实验的方法是消化的后半程由实验指导教师完成,这样就可以把更多的时间分配给蒸馏和滴定部分。

实验指导教师在第1次开课之前,需要做好充分的准备。准备工作具体为样品烘干部分准备40个小铝盒,洗涤干净后烘干,然后将要测试的样品称量后在烘箱里烘干至恒质量,放入干燥器内备用;消化部分要准备好实验用的50 mL消化管(每批次23只,共8批次),消化管要提前洗涤干净并烘干,催化剂要磨细并按照比例混合好;蒸馏部分需提前准备好滴定用的150 mL的三角瓶(每批次200个,共8批次),充分洗涤干净并烘干,半微量凯氏定氮装置5套并按照要求提前组装好,蒸馏烧瓶内要放置好防止爆沸的玻璃珠,装入总体积2/3的自来水并加入稀硫酸和甲基红指示剂,并确保在一次实验内,蒸馏烧瓶中的液体保持红色;滴定部分中每批次准备好体积为1 mL的微量滴定管5只,提前洗涤干净并装配好置于实验台。除此之外,实验需要的试剂量较大,包括硼酸溶液、盐酸溶液、氢氧化钠溶液和指示剂等,实验指导教师需提前配制并分瓶备用。总之,实验准备工作量较大,需要提前做好准备,方可以使得实验顺利进行。

2 合理调整 正确引导 培养学生团队合作能力

在山东理工大学食品科学与工程专业,实验课采取的2人一小组的方式进行。但是由于实验的特殊性,在开课之前实验指导教师要跟各班班长协调好,对每批次的人数和性别做必要限制,规定每组人数由2人调整为4人,每组男生2人。之所以这样调整,主要是实验的蒸馏部分时间长、温度高,操作需要至少3个人的相互配合,而多数女生在做这个实验时候,由于惧怕心理不敢操作,常常导致实验无法进行。然而这种硬性的规定有时没法执行,因为食品科学与工程专业女生较多,这时需要让班长协调,确保每一小组有一个男生,以便实验正常开设。上课时候,实验指导教师要就这一安排做必要的解释,倡导男生发扬奉献精神,在实验中多付出,女生也要做好辅助工作,发挥团队合作精神等。通过这些必要的安排,既能确保实验顺利开设,又能有效增强学生团队合作能力,事实证明是可取的。

3 关键步骤 亲自示范 以确保学生人身安全

消化和蒸馏是整个实验的重点部分,也是难点,对学生操作技术要求较高,实验也有一定的危险性,这就要求实验指导教师要熟悉操作,并就实验过程中可能出现的问题提前叮嘱学生,关键步骤要亲自示范,避免不必要事故的发生。

消化部分在讲解原理时候,教师要就操作过程

中可能出现的问题提醒学生。具体为样品称量后放进消化管之前,要在消化管内放2~3粒干燥玻璃珠,然后催化剂,强调催化剂和样品要混合均匀并示范振荡手法;浓硫酸的加入,一定要注意安全,5 mL浓硫酸要均匀地把实验样品全部浸润,避免只加在消化管的一侧;消化开始阶段,强调升温一定要均匀缓慢,防止升温过快导致试样溢出;步骤在通风橱内进行,强调不可以随意打开通风橱,避免有毒气体及浓硫酸对人体的伤害。

蒸馏部分是实验的重点和难点,也是问题出现最多的环节,需要实验指导教师对每个细节都要反复强调。实验第一步消化液定容,强调虽然已经消化完成,但是消化液中含有浓硫酸,定容时候注意戴手套,避免出现消化液抛洒到实验台及身体的情况;介绍半微量凯氏定氮装置时候,重点跟学生强调用于封闭反应室的磨口玻璃塞不用时要放置在实验台中间的隔板上,避免掉落地上打碎,因为一旦打碎整套装置就作废;用于加热的可调节电炉或者可调温加热套,档位设定好后尽量不要再变换火力,避免由于火力变化导致烧瓶内蒸汽压力不稳出现回吸或者爆沸发生;要严格按照实验操作步骤进行蒸馏,特别要注意不要把蒸馏装置的进气口和出气口同时密封,这是最重要的一点,不然蒸馏烧瓶内沸水会把烧瓶塞给顶开,带有硫酸的沸水会喷到外边,后果不可想象,关于这点任课教师一定要反复强调,并在实验过程中时刻盯着各个小组,坚决杜绝此类情况发生。

蒸馏操作,每个小组指导教师都要示范一次。示范消化液的移取、反应室样品加入规范、接收瓶接收方法、反应完全后废液从反应室排出、反应室的洗涤、蒸馏烧瓶进气口和排气口的开关顺序及开关方法;强调试剂加入到反应室时学生之间的合作跟配合的重要性;强调在测定过程中,不同样品之间要留有不少于3 min的间隔,以便于反应内室和外室气压平衡,避免出现反应外室气压低于反应内室气压导致反应液外溢。教师示范结束后,让学生自己操作一个试样,确认所有操作无误后,方可以由学生自己操作后续的其他试样。这是整个实验最容易出现事故的步骤,需要指导教师绷紧神经,提防事故的发生。

滴定部分一般由女生完成。滴定部分的重点是怎样把盐酸溶液加入到1 mL微量滴定管内,要避免有气泡堵在U型管中,教师要亲自示范试剂加入方法,强调注意液面不能低于最大值,示范终点的判断标准,以便学生操作。

4 遵循原则 循序渐进 给学生提供足够练习机会

实验在课时分配上,侧重于蒸馏和滴定,计划

课时为4个。在实验的准备阶段,实验指导教师提供给学生的样品不少于3个,样品种类要包括谷物(如面粉、玉米粉、高粱粉、小米面)、豆类(如大豆粉、豆粕、花生碎、豌豆粉、绿豆面)和脱水果蔬(如脱水茄子、辣椒、苹果),目的是让学生通过该实验加强对不同食材蛋白质含量的感性认识。在实验开始阶段,由于学生不熟悉操作规程,会频频出现失误,比如由于加样的2位学生相互配合欠协调,手忙脚乱,导致产物从加样口泄漏到空中;再比如由于内外压差过大,导致反应室内反应物外溢,实验彻底失败;亦或由于准备工作不够充分,配合不及时,接收瓶未能及时将氨气全部被硼酸吸收;诸如此类的问题导致实验进程缓慢,学生就会焦虑,这时教师就要适当疏导,强调失败是在所难免的,让学生明白熟能生巧,鼓励学生继续练习;当学生终于能完整做完一个试样时,教师要及时表扬,让学生有成就感,继而会更加认真完成后续实验。实验一个试样的测定只需8~10 min即可完成,实验时要求每小组做3个样品和1个空白样,每个样品测试不少于3次重复,测样数最低为12个;在实际实验中,学生测样数一般为20~25个,有的小组甚至会达到40个,主要是实验开始阶段,由于不熟悉操作要点导致失败。这样的实验安排,4个课时时间会被充分利用。而通过实验,学生能熟练掌握蒸馏的操作技术,这样在第5学期食品分析实验——蒸馏法测食品中的水分、索氏提取法测食品中的脂肪时就会得心应手。而微量滴定的练习,也为后续食品分析实验——滴定法测还原糖、食品中总酸的测定等实验打下良好基础。

5 实验结束要做好善后工作 让学生养成良好习惯 避免事故发生

半微量凯氏定氮法测蛋白,实验原理本质是酸碱中和,产物是盐。在该实验结束之时,教师要跟学生强调实验产物的回收问题。剩余的消化液,由于有过量硫酸存在,所以要加适量的氢氧化钠中和成中性再做处理,避免强酸对回收容器的腐蚀;而蒸馏残液,其主要成分是盐,但是由于催化剂有铜离子,所以属于重金属残液,要求学生将残液集中放入重金属回收桶中;滴定残液主要是硼酸盐,可以直接放入普通废液回收桶;实验结束时,蒸馏烧瓶依然处于高温状态,学生只需要断电,避免沸腾的液体溅到瓶外。所有这些步骤,目的只有一个,就是保证安全,避免事故的发生。

6 改革实验报告提交方式 增强学生对实验知识的掌握能力

本科实验教学由实验课堂操作和实验报告2个

部分组成。由于实验操作复杂、规范性强、时间长,为了加深学生对实验的印象,实验报告改为电子提交。实验指导教师在教务系统发布作业,提交作业截止时间为实验结束后的1周,学生从系统提交自己的实验报告。电子版报告跟纸质版报告的区别主要是在实验步骤方面,具体为对于实验步骤,学生除跟纸质版一样有必要的文字叙述,还要提供实验操作关键性的证据,如消化、半微量凯氏定氮操作视频、微量滴定终点的确定图片等,学生也可以提供实验失败的视频或图片,并就失败原因做必要的分析。实践证明,电子版实验报告更能增加学生对实验的感性认知,也有利于发挥学生的创造性;教师也可以从学生提供的图片或视频中发现存在的问题,然后做相应的批改,学生可以同步从平台看到教师的批改,缩短了反馈时间,能加快师生信息交流速度,更有利于学生对实验知识的掌握。

7 结语

安全无小事,实验指导教师要时刻绷紧安全弦。实验采用的微量凯氏定氮法是测定蛋白的国际法,具有其他方法不具有的精确性和应用范围广的特点,但是其危险性较大,易出现爆裂等现象,给实验操作带来了很多不确定性^[4]。消化部分,是将加入了浓硫酸的物料加热到340℃,时间长达4~5 h,实验过程中会产生大量有毒气体,还经常会出现物料漏出消化管的现象;蒸馏部分,要把加入了硫酸的自来水煮沸,学生要用蒸汽进行相关实验操作,时间也长达4课时,可以说这是一个具有一定危险性的实验项目,然而又是一个能较好锻炼学生动手能力、显著提升学生基本操作技能的实验项目。开设该实验,实验指导教师除具备专业知识外,还要具有耐心、细心和责任心,并能就实验中容易出现的问题进行总结,就解决办法进行探讨,才能在实验课开课时候做到有的放矢,使得学生操作更具规范性,杜绝事故发生的可能性。在山东理工大学食品科学与工程专业,该实验的开设从未出现任何事故,也证明了这些教学措施的可取性,希望这些措施能为工科院校实验的开设提供可以借鉴的经验。

参考文献:

- [1] 谢笔钧. 食品化学 [M]. 北京: 科学出版社, 2011: 6.
- [2] 汪东风. 食品化学 [M]. 北京: 化工出版社, 2014: 3.
- [3] 中华人民共和国农业农村部. NY/T 3439—2019 农业生物质原料 粗蛋白测定 [S]. 北京: 中国农业出版社, 2019.
- [4] 谌国莲, 徐小艳. 一种新型半微量凯氏定氮仪在本科实验教学中的开发应用 [J]. 实验室科学, 2018, 21 (6): 171-174, 178. ◇