

国产凯氏定氮仪测定食品中蛋白质的研究

王玉贤*, 强 洪

(首都师范大学化学系, 北京 100037)

摘 要: 探讨了国产 KDY-9810 型凯氏定氮仪及 KXL-1010 控温消解炉, 代替国标 GB/T5009.5-2003 方法中传统定氮装置测定蛋白质含量, 比较国标法与用国产的 KDY-9810 型凯氏定氮仪结果, 表明 KDY-9810 型凯氏定氮仪用于粮食中蛋白质的测定具有消解速度快, 操作简单、方便、准确度高, 设备价格低, 易于推广等优点。

关键词: 粮食; 消解; 蛋白质; 凯氏定氮仪

蛋白质是生命的物质基础, 是构成人体及动植物细胞组织重要成分, 食品中蛋白质的含量不仅表示食品的质量, 也关系着人体健康, 因此对蛋白质含量的测定尤为重要。食品中蛋白质测定方法常有凯氏定氮法^[1]、酚试剂法、双缩尿法^[2, 3]及光度法^[4]等, 但都存在着操作繁琐、费时等不足, 一般文献报道利用全自动凯氏定氮仪测定食品中蛋白质^[5]均采用进口仪器, 由于价格昂贵不适用于一般实验室使用。目前国产凯氏定氮仪及其配套的控温消解炉, 主要用于环境分析污水中的全氮的测定, 本文利用国产凯氏定氮仪进行粮食中蛋白质测定。表明 KXL-1010 型消解装置消解时间短, 并可同时消解十几个样品, KDY-9810 型凯氏定氮仪定量蒸馏、吸收, 省去了国标法的烦琐操作步骤, 自动化程度较高, 并且设备价格低易于推广。本文利用 KDY-9810 型凯氏定氮仪及消解装置, 对粮食中的蛋白质含量进行了测定, 与国标法比较, 获得较为满意的结果。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

KDY-9810 型凯氏定氮仪、KXL-1010 型消煮炉、消煮管(北京市通润源机电技术有限公司); 酸式滴定管 10 mL; 锥形瓶 150 mL; 小麦面粉、大米、大豆、红小豆均为超市购买。

K_2SO_4 、 $CuSO_4$ 、 H_2SO_4 、2% H_3BO_3 、35% NaOH 溶液、0.0250 mol/L H_2SO_4 溶液、混合指示剂: 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时混合。(所有试剂均为分析纯, 所用试剂均为不含氮的蒸馏水配制。)

1.2 操作步骤

国产凯氏定氮仪法: 精称 0.3 g 左右粮食样品于干燥的消煮管中, 加入 1.5 g $CuSO_4$ 、4.5 g K_2SO_4 、20 mL 浓 H_2SO_4 摇匀, 调节消解温度至 400 °C 待反应液呈蓝绿色澄清透明后, 继续加热 20 min 后取下冷却至室温。

将装有 20 mL H_3BO_3 溶液的锥形瓶置于凯氏定氮仪的吸收架上, 将消煮管直接卡于凯氏定氮仪上, 加碱至液体呈棕褐色 蒸馏至待凯氏定氮仪发出信号, 用 H_2SO_4 标准溶液滴定, 按上述方法考察试剂空白。

1.3 国标法

按照 GB/T5009.5-2003 方法测定^[6]。

2 结果与讨论

2.1 国产凯氏定氮仪法条件的研究

2.1.1 反应原理 两种方法均为将含氮的有机化合物样品经过浓 H_2SO_4 和催化剂一同加热消解, 使蛋白质分解, 分解的氨与 H_2SO_4 结合生成 $(NH_4)_2SO_4$ 。然后碱化蒸馏使氨游离, 氨经 H_3BO_3 吸收后用 H_2SO_4 标准溶液滴定, 根据酸的消耗量乘以换算系数, 即为蛋白质的含量^[7]。

2.1.2 样品用量与催化剂用量的选择 当称量样

* 作者简介: 王玉贤 (1963 -), 女; 高级实验师; E-mail wangyx1015@sohu.com.

品量 0.2~1.0 g 时, 消解、吸收效果最好, 当称样量大于 1 g 时则消解、吸收效果不佳。CuSO₄ 试剂用量分别称取 0.2、0.5、1.0、1.5、2.0 g 实验测定证明 1.5 g, 测定值符合要求。

2.1.3 消解时间及消解温度 设置不同的消解时间及相应的温度, 加热到 400 ℃ 20 min 的测定值与国标法测定值接近。实验结果见表 1。

表 1 不同时间的消解结果

时间 t/min	10	20	30	40
蛋白质含量(g/100 g)	9.58	11.52	11.62	11.78

2.2 测定结果

2.2.1 准确度的测定 取蛋白质含量不同的 4 种样品, 进行加标(硫酸氨)回收实验, 结果见表 2。硫酸氨的回收率在 99.0% 以上, 表明国产 KDY-9810 型凯氏定氮仪满足食品中蛋白质定量测定。

表 2 回收率试验

序号	样品含氮量 /mg	加标量 /mg	测得值 /mg	回收率 /%
面粉	7.22	53.70	60.60	99.47
大米	7.07	46.60	53.63	99.93
大豆	16.47	42.10	58.35	99.62
红小豆	13.02	49.93	62.89	99.90

2.2.2 方法比较 用 KDY-9810 型凯氏定氮仪与国标法中传统的定氮装置分别测定 4 种样品蛋白质含量(表 3), 结果表明, 测定结果无显著性差异 $P=0.95$ 时, 对应的 t 值(小于 2.31)符合要求。

表 3 对比实验结果

样品	蛋白质含量(g/100 g)		相对误差/%
	仪器法	国标法	
面粉	11.52	11.56	0.35
大米	7.86	7.85	0.13
大豆	35.89	35.78	0.31
红小豆	22.67	22.72	0.22

2.2.3 精密度的测定 取蛋白质含量不同的 4 种样品, 每一种样品平行测定 5 次, 测定结果的相对平均偏差(RSD)均小于 1.5%, 则表明国产 KDY-9810 型凯氏定氮仪的精密度良好。

本方法相对平均偏差(RSD)均小于 1.5%, 回收率在 99.0% 以上, 表明准确度、精密度均较高, 体系简单、操作方便, 且消化、蒸馏设备简单, 耗时短、价格低, 易于推广, 适用于一般实验室粮食中的蛋白质含量的测定。

参考文献

- [1] 杨燕强, 赵发宝. 粮油食品科技, 2007, 15(5): 59
- [2] 杨玉芳. 明胶科学与技术, 2007, 27(2): 98
- [3] 钱 锋, 张晓非, 郝艳茹. 数理医药学杂志, 2007, 20(3): 406
- [4] 李和生, 王鸿飞, 徐霄晴. 分析试验室, 2006, 25(7): 79
- [5] 蒋江虹等. 光谱仪器与分析, 2006, Z1: 258
- [6] 食品卫生检测方法 理化部分(一). 北京: 中国标准出版社, 2003
- [7] 武汉大学. 分析化学(第四版). 北京: 高等教育出版社, 2001