

凯氏定氮仪测定玉米皮的水不溶性蛋白质含量

一、前言

玉米皮，是玉米深加工企业生产的一种副产品。即将玉米颗粒经过浸泡后进入淀粉生产过程，后经洗涤、挤水、烘干等工序加工而成。其主要成分是纤维、淀粉、蛋白质等。玉米经过浸泡、破碎后分离出来的玉米表皮，是一种优质的饲料原料。水不溶性蛋白质，指的是不可溶于水的蛋白质，包括脂溶性、盐溶性等蛋白质。本实验参照《GB/T 6432 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法》使用凯氏定氮法对玉米皮中的水不溶性蛋白质含量进行测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH520 电热消解仪，分析天平等

2.2、试剂

硫酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，400g/L 氢氧化钠溶液，混合催化剂（6gK₂SO₄、0.4gCuSO₄），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、粗蛋白质

3.1.1、样品制备

称取样品 0.3g（精确至 0.1mg）左右，加入消化管。加入混合催化剂（6g 硫酸钾，0.4 硫酸铜），加入硫酸 12ml。

3.1.2、消解

将加完样品和试剂的消化管放置于消解仪上，盖好排废罩，设定消解仪参数如表 1 所示：

表 1 消解参数设置

阶段	温度	保温
1	420℃	90min
2	冷却	20min

3.1.3、测试

消解完成后，待消化管冷却至室温后取下备用。检查定氮仪各试剂是否充足，同时做仪器空白，待仪器空白稳定后，可将消解好的样品上机测试。定氮仪参数设置如表 2 所示：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏时间	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	40mL	50mL	5min	100%	6.25	0.1000mol/L

3.2、水不溶性蛋白质

3.2.1、样品制备

称取试样 1g（精确至 0.0002g），于 100mL 烧杯中，加入 50mL 蒸馏水，在磁力搅拌器上搅拌 20min。用中速定量滤纸过滤，将转移用的玻璃棒以及烧杯用蒸馏水冲洗干净，并反复冲洗滤渣 5~6 次，直到水溶性含氮物质冲洗干净为止。将滤渣连同滤纸，放入干燥箱中 103℃ 烘干。

3.2.2、消解

烘干后将滤渣及滤纸放入消化管中，加入混合催化剂：6g 硫酸钾，0.4g 硫酸铜，沿消化管壁加入浓硫酸 20mL。盖好排废罩，设定消解仪参数如表 3 所示：

表 3 消解参数设置

阶段	温度	保温
1	200℃	20min
2	420℃	90min
3	冷却	20min

3.2.3、测试

消解完成后，待样品冷却，上机测试。定氮仪参数设置参见下表。

表 4 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏时间	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	40mL	60mL	5min	100%	6.25	0.1000mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的玉米皮样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 5 所示：

表 5 蛋白质含量测试结果

样品名称	样品重量	氮含量	蛋白质含量	平均值	RSD
玉米皮 (粗蛋白质)	0.5024	3.033%	18.956%	18.964%	0.33%
	0.5069	3.045%	19.031%		
	0.5023	3.025%	18.906%		
玉米皮 (水不溶性蛋白质)	1.0031	1.147%	7.169%	7.088%	1.30%
	1.0101	1.137%	7.106%		
	1.0008	1.118%	6.988%		

4.2、结论

本次测试的玉米皮的粗蛋白质含量为 18.964%、RSD 值为 0.33%，水不溶性蛋白质含量为 7.088%、RSD 值为 1.30%，结果平行性良好。

五、注意事项

5.1、若使用 SH220F 和 SH420F 石墨消解炉消解样品，可按照下表中升温曲线进行消解。

阶段	温度	保温
1	200℃	20min
2	420℃	120min

5.2、水不溶性蛋白质消解时需加入滤纸，因此应加入 20mL 硫酸。

参考文献

[1] GB/T 6432 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法[S].