

凯氏定氮仪测定糟类中的氮含量

一、前言

糟类是食物原料经发酵工艺或在发酵工艺过程中保留的残渣，常见于酿酒的酒糟以及其他发酵类食品。糟中含有多种微量元素，以及赖氨酸、蛋氨酸等多种氨基酸。某些糟类的发酵液中含有较多的挥发性盐基氮，因此具有更刺鼻的味道。本方案基于《GB5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》，给出了利用凯氏定氮法测定其氮含量的方法。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1100 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（3g K_2SO_4 、0.2g $CuSO_4$ ），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

三、实验方法

3.1、样品制备

对于固体样品，准确称取样品 1.0g（精确至 0.1mg）左右；对于液体样品，使用减量法准确称取样品 2.0g 左右（精确至 0.1mg）后加入消化管（固体样品可使用称量纸包裹，一并放入消化管），加入混合催化剂（3g 硫酸钾，0.2g 硫酸铜），加入硫酸 10mL。

3.2、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	200°C	15min
2	420°C	90min
3	冷却	30min

3.3、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	30mL	5min	100%	-	0.1081mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取糟类样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 糟类样品氮含量测试结果

样品	称样量/g	空白体积/ml	滴定体积/ml	氮含量/%	均值/%	RSD
糟发酵液	2.1057	0.0773	2.4879	0.173	0.174	0.97%
	2.0855		2.4948	0.175		
	2.1210		2.5156	0.174		
	2.0568		2.4065	0.171		
糟	1.0262		3.0138	0.433	0.435	0.61%
	1.0176		3.0005	0.435		
	1.0242		3.0146	0.434		
	1.0015		2.9827	0.439		

4.2、结论

本次测试的糟发酵液样品的氮含量为 0.174%，RSD 为 0.97%；糟类固体样品的氮含量为 0.435%，RSD 为 0.61%，结果平行性良好。

参考文献

[1] GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定[s]