

# 凯氏定氮仪测定熊去氧胆酸的残留氮含量

## 1 前言

熊去氧胆酸是无臭、味苦的白色结晶性粉末，易溶于乙醇，微溶于氯仿，几乎不溶于水。其具有免疫调节作用，可改善肝排泄、溶解胆结石、解毒、抑菌、抗炎、抗过敏等。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，分析天平。

### 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，40%氢氧化钠，催化剂片（3gK<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、0.2gCuSO<sub>4</sub>），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

## 3 实验方法

### 3.1 取样

精确称取混匀样品 0.5g 左右（精确至 0.1mg），用称量纸包好放入消化管内，加入 1 片催化剂片（3gK<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、0.2gCuSO<sub>4</sub>），沿消化管壁加入浓硫酸 10mL。

### 3.2 消解

利用石墨消解炉进行消解，将消化管放入石墨炉上，盖上排气罩，连接废气吸收系统，设定消解参数如下表 1：

表 1 消解参数设置

| 阶段 | 温度/℃ | 保持/min |
|----|------|--------|
| 1  | 420  | 90     |

### 3.3 测试

将消化管放置于凯氏定氮仪上，定氮仪参数设置如表 2：

表 2 定氮仪参数设置

| 硼酸   | 稀释水  | 碱液   | 蒸馏量  | 蒸汽流量 | 滴定酸浓度       |
|------|------|------|------|------|-------------|
| 20mL | 50mL | 40mL | 5min | 100% | 0.1144mol/L |

## 4 结果与讨论

### 4.1 实验结果

| 样品名称  | 样品重量 g | 氮含量%   | 平均值%   |
|-------|--------|--------|--------|
| 熊去氧胆酸 | 0.4954 | 0.0072 | 0.0076 |
|       | 0.5124 | 0.0079 |        |
|       | 0.5069 | 0.0077 |        |

## 4.2 结论

测试结果显示本次测试的熊去氧胆酸中残留氮含量为 0.0076% ,且所得结果误差符合《GB 5009.5—2016 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》要求的在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

## 参考文献

- [1] GB 5009.5—2016 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定[S].