

## 凯氏定氮仪测定木薯淀粉的氮含量

### 一、前言

木薯淀粉，是木薯经过淀粉提取后脱水干燥而成的粉末。木薯淀粉有原淀粉和各种变性淀粉两大类，广泛应用于食品工业及非食品工业。变性淀粉可根据用户提出的具体要求定制，以适用于特殊用途。本实验参照《GB/T 22427.10 淀粉及其衍生物氮含量测定》使用凯氏定氮法对木薯淀粉中的氮含量进行测定。

### 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（3gK<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、0.2gCuSO<sub>4</sub>），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

### 三、实验方法

#### 3.1、样品制备

称取样品 2g，加入消化管。加入混合催化剂（9.7g 硫酸钾，0.3g 硫酸铜），加入硫酸 30ml。

#### 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℃	60min
2	300℃	30min
3	420℃	90min
4	冷却	20min

### 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	60mL	5min	100%	-	0.1000mol/L

## 四、结果与讨论

### 4.1、实验结果

实验选取的木薯淀粉样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 氮含量测试结果

样品名称	样品重量	氮含量	平均值	RSD
木薯淀粉	2.0091g	0.2501%	0.2503%	0.08%
	2.0040g	0.2504%		
	2.0049g	0.2505%		

### 4.2、结论

本次测试的木薯淀粉的氮含量为 0.2503%、RSD 值为 0.08%，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℃	80min
2	300℃	40min
3	420℃	120min

5.2、由于取样量较多，在升温碳化过程中会出现起泡现象，若泡沫较剧烈可暂时停止加热，待泡沫消去再继续加热。

**参考文献**

- [1] GB/T 22427.10 淀粉及其衍生物氮含量测定[S].