

## 凯氏定氮仪测定赖氨酸盐酸盐的氮含量

### 一、前言

赖氨酸盐酸盐为白色粉末，无臭或稍带特异臭。易溶于水，不溶于乙醇和乙醚。吸湿性强。比较稳定，但高温易结块，着色。酸性条件下稳定，碱性条件下遇还原糖易分解，与维生素 C 或维生素 K3 共存时易着色。赖氨酸是人体必需氨基酸之一，优良的食品强化剂。用于饮品、大米、面粉、罐头等食品中，可以提高蛋白质的利用率，从而大大强化食品的营养，起到促进生长发育、增加食欲、减少疾病、增强体质的作用，用于罐头中，有除臭保鲜的作用。我国规定可用于加工面条的面粉、饼干和面包，使用量为 1~2g/kg。本实验参照《GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》使用凯氏定氮法对赖氨酸盐酸盐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（6gK<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、0.4gCuSO<sub>4</sub>），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

### 三、实验方法

#### 3.1、样品制备

称取混合均匀的样品 0.16g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂 6.4g（6gK<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、0.4gCuSO<sub>4</sub>），沿消化管壁加入浓硫酸 12mL。

#### 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  | 420℃ | 90min |
| 2  | 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 | 50mL | 50mL | 5min | 100% | 6.25 | 0.1000mol/L |

## 四、结果与讨论

### 4.1、实验结果

实验选取的赖氨酸盐酸盐样品经消解、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   |
|--------|---------|---------|---------|-------|
| 赖氨酸盐酸盐 | 0.1672g | 15.291% | 15.310% | 0.11% |
|        | 0.1623g | 15.325% |         |       |
|        | 0.1643g | 15.314% |         |       |

### 4.2、结论

本次测试的赖氨酸盐酸盐的氮含量为 15.310%、RSD 值为 0.11%，结果平行性良好。

## 五、注意事项

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 |

#### 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].