

凯氏定氮仪测定 L-半胱氨酸的氮含量

一、前言

L-半胱氨酸又称半胱氨酸，是一种人体非必需氨基酸。L-半胱氨酸存在于角蛋白中，角蛋白是构成指甲、趾甲、皮肤与毛发的主要蛋白质。L-半胱氨酸能帮助胶原组织产生，能维持皮肤的弹性与肌理。L-半胱氨酸主要应用在化妆品、医药、食品领域。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 L-半胱氨酸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（6gK₂SO₄、0.4gCuSO₄），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 0.2g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂 6.4g（6gK₂SO₄、0.4gCuSO₄），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%	—	0.1000mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的 L-半胱氨酸样品经消解、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
L-半胱氨酸	0.2020g	11.525%	11.544%	0.14%
	0.2068g	11.549%		
	0.2021g	11.557%		

4.2、结论

本次测试的 L-半胱氨酸的氮含量为 11.544%、RSD 值为 0.14%，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] .