

凯氏定氮仪测定甘油中的蛋白质含量

一、前言

甘油，即丙三醇，是一种无色无臭、具有甜味的粘性液体。甘油的应用领域非常广泛，在食品行业，甘油是常用的甜味剂；在医药行业，甘油经常作为药物配方中的保湿剂。根据《GB/T 13206 甘油》，甘油优等品中的杂质含量应小于 0.5%，氮含量应小于 0.05%。本方案给出了利用凯氏定氮法测定其蛋白质含量的方法。

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

采用减量法，准确称取样品 4g 左右（精确至 0.1mg）后加入消化管，加入混合催化剂（3g 硫酸钾，0.2g 硫酸铜），加入硫酸 25mL。

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	150℃	30min
2	220℃	10min
3	300℃	30min
4	360℃	10min
5	420℃	150min
6	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	70mL	5min	100%	-	0.01081mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的甘油样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 甘油氮含量测试结果

样品	称样量/g	空白体积/ml	滴定体积/ml	氮含量/%	均值/%
优级品甘油	3.8566	0.3225	0.8871	0.0022	0.0025
	3.7385		0.9662	0.0026	
	3.8015		0.9505	0.0025	
	3.9048		1.0527	0.0028	

4.2、结论

本次测试的甘油样品的氮含量为 0.0025%，符合《GB/T 13206 甘油》中对优级品甘油中氮含量限值的规定。

参考文献

[1] GB/T 13206 甘油[s]