

凯氏定氮仪测定珍珠粉中的氮含量

一、前言

珍珠粉是由珍珠经研磨或酶解后制成的乳白色粉末，可用作化妆品或药品的原料。珍珠粉的主要成分为碳酸钙、碳酸镁，占比达 91%，此外还有少量的氧化硅和磷酸钙等；除此之外，珍珠粉中含有多种氨基酸，其中包括 7 种人体必需的氨基酸。通过测定珍珠粉的氮含量，可对其药用性、品质进行分类。本方案基于《GB5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》，给出了利用凯氏定氮法测定其氮含量的方法。

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

准确称取样品 0.5g 左右（精确至 0.1mg）后加入消化管（可使用称量纸包裹，一并放入消化管），加入混合催化剂（3g 硫酸钾，0.2g 硫酸铜），加入硫酸 10mL。

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°C	10min
2	300°C	10min
3	420°C	90min
4	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	30mL	5min	100%	-	0.1123mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的珍珠粉样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 珍珠粉氮含量测试结果

样品	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氮含量/%	均值/%	RSD
珍珠粉	0.5065	0.0794	0.8417	0.237	0.236	0.46%
	0.5022		0.8276	0.234		
	0.5037		0.8355	0.236		
	0.5058		0.8399	0.236		

4.2、结论

本次测试的珍珠粉样品的氮含量为 0.236%， RSD 为 0.46%，结果平行性良好，。

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]