

凯氏定氮仪测定葡萄糖、麦芽糖中的氮含量

一、前言

葡萄糖是自然界中分布最广且最重要的一种单糖，在生物学领域、医药领域和食品领域都有着极为广泛的应用。在食品级葡萄糖的生产过程中，需要用到食品级酸或酶（蛋白质，即有机含氮物质）对淀粉进行水解，因此氮含量是反应葡萄糖提纯度的重要指标之一。本方案基于《GB 5009.5-2016 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葡萄糖及其二聚体麦芽糖中氮含量的方法。

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（硫酸铜 0.4g、硫酸钾 6g），0.02mol/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 2g 左右（精确至 0.1mg）后加入消化管，无氮称量纸可包裹样品，一并转移至消化管，加入硫酸铜 0.4g、硫酸钾 6g，加入硫酸 20ml。

3.2、消解

消解程序参见下表：

阶段	消解温度/℃	保温时间/min
1	150	30
2	220	15
3	300	30
4	360	15
5	420	120
6	冷却	30

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

蒸馏时间	蒸汽流量	碱液	硫酸浓度	硼酸	稀释水	蛋白系数
5min	100%	50mL	0.0213mol/L	20mL	40mL	-

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的葡萄糖、麦芽糖样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如下表所示：

样品	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氮含量/ppm	均值/ppm
麦芽糖	2.0770	0.4314	0.5884	22.548	19.678
	2.0749		0.5569	18.044	
	2.0787		0.5599	18.441	
葡萄糖 1	2.0367		0.5650	19.568	21.771
	2.0484		0.5884	22.863	
	2.0596		0.5894	22.883	
葡萄糖 2	2.0660		0.5548	17.818	16.610
	2.0036		0.5314	14.891	
	2.0091		0.5467	17.121	

4.2、结论

本次测试的麦芽糖和葡萄糖样品的氮含量为 19.678ppm、21.771ppm、16.610ppm，均满足优级品扣除硫酸灰分、氯化物后纯度高于 99.5%的要求。

4.3、注意事项

葡萄糖、麦芽糖含有大量的羟基，因此应保证消解前期样品的碳化、脱水过程时间足够，防止温度升高后消解体系暴沸。

参考文献

[1] GB 5009.5-2016 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定 [s]

[2] GB/T 20880-2018 食用葡萄糖 [s]