

凯氏定氮仪测定宠物食品中的挥发性盐基氮含量-食品与饲料国标对比

一、前言

挥发性盐基氮是评价宠物食品新鲜度与卫生安全的核心指标，其含量直接反映蛋白质类原料在加工、储存过程中因微生物或酶解作用产生的腐败产物（如氨、三甲胺等）。通过凯氏定氮仪测定挥发性盐基氮含量，可精准量化此类有害物质，为质量管控提供科学依据。

本方案分别参照《GB 5009.228-2016 食品安全国家标准 食品中挥发性盐基氮的测定》和《GB/T 32141-2015 饲料中挥发性盐基氮的测定》两种国标，使用凯氏定氮仪测定宠物食品中的挥发性盐基氮含量。通过双国标对比测试，揭示国标方法差异对测试结果的影响，从方法学层面为企业构建差异化的质控策略提供科学依据。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K9860 全自动凯氏定氮仪、SH420 石墨消解仪、分析天平等。

2.2、试剂

甲基红、溴甲酚绿、硼酸、氢氧化钠、无水硫酸钾、五水合硫酸铜、浓硫酸、氧化镁、高氯酸。

2.3、样品

冻干鳕鱼粒、冻干蛋黄粒和鱼粉。

三、实验方案

3.1、试剂配制

(1) 甲基红溶液 (1g/L)：称取 100mg 甲基红溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100mL。

(2) 溴甲酚绿溶液 (1g/L)：称取 100mg 溴甲酚绿溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100mL。

(3) 甲基红-溴甲酚绿溶液：将甲基红试液与溴甲酚绿试液按照体积比为 1:5 进行混合。

(4) 硼酸溶液 (20g/L) :称取 100g 硼酸，加水溶解后并稀释至 5L。按照 100:1 的比例向 5L 硼酸溶液中加入 50mL 甲基红-溴甲酚绿试液并搅拌均匀。

(5) 氢氧化钠溶液 (40g/L) :称取 200g 氢氧化钠加水溶解后，冷却，并稀释至 5L。

(6) 高氯酸溶液 (0.6mol/L) :量取高氯酸 50mL，加水定容至 1000mL。

3.2、样品称量

称量前，将样品粉碎至粉末状态。

(1) 食品国标：

称取 10g（精确至 0.1mg）的样品于 100mL 离心管中，加入 75mL 的纯水，振摇，使试样在样液中分散均匀，浸渍 30min。随后，将浸渍完成后的样品进行离心（3500 r/min，5min），取 10mL 离心后的上清液转移并至干净的消化管中待测。

(2) 饲料国标：

称取 5g（精确至 0.1mg）的样品于锥形瓶中，加入高氯酸溶液 40mL，振摇 30min，将试样及试样浸提液完全转移至 50mL 容量瓶中，并使用高氯酸溶液定容，摇匀；取 30mL 试样浸提液于 50mL 离心管中，离心（3500 r/min，5min），取 10mL 离心后的上清液转移并至干净的消化管中待测。

3.3、蒸馏与滴定

(1) 食品国标

将盛有样品滤液的消化管加入 1g 氧化镁后，立即放置于凯氏定氮仪上进行检测，定氮仪参数设置如表一：

表一 K9860 全自动凯氏定氮仪试验参数设置

滴定液/ (H ⁺) mol/L	硼酸/mL	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量
------------------------------	-------	---------	--------	----------	------

0.0209	25	0	0	3	80%
--------	----	---	---	---	-----

(2) 饲料国标

将盛有样品滤液的消化管放置于凯氏定氮仪上进行检测，定氮仪参数设置如表二：

表二 K9860 全自动凯氏定氮仪试验参数设置

滴定液/ (H ⁺) mol/L	硼酸/mL	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量
0.0209	25	10	0	3	80%

注：表中氢氧化钠溶液的浓度为 40g/L。

四、测试结果

经上机测试，使用食品和饲料国标测得样品中的挥发性盐基氮含量如表三所示：

表三 样品挥发性盐基氮含量表

样品名称	称样量/g	空白体积 /mL	滴定体积 /mL	挥发性盐基氮含 量/ (mg/100g)	含量均值/ (mg/100g)	精密度 /%
鳕鱼-食品国标	10.1120	0.1417	8.9431	191.0074	186.2595	5.10
	10.0943		8.4909	181.5115		
鳕鱼-饲料国标	4.9703	0.1067	8.8425	257.1369	264.9978	5.93
	5.0016		9.435	272.8587		
蛋黄-食品国标	10.0000	0.1417	0.2581	2.5544	2.4951	4.75
	10.0275		0.253	2.4358		
蛋黄-饲料国标	5.1017	0.1067	0.3191	6.0909	6.0622	0.95
	5.0267		0.3140	6.0334		
鱼粉-食品国标	10.0057	0.1417	3.522	74.1384	73.0017	3.11
	10.0016		3.417	71.8650		
鱼粉-饲料国标	5.0153	0.1067	4.2465	120.7610	121.6773	1.51
	5.0179		4.3115	122.5936		

注：实验结果计算过程中（根据 10mL 滤液的滴定体积进行反推，进而得到全部样品的挥发性盐基氮含量），食品国标方法中所乘的稀释倍数为 7.5，饲料国标所乘稀释倍数则为 5。

五、实验注意事项

1、食品国标中，样品浸提完毕后，通过离心取部分滤液的方式，可有效改善样品蒸馏过程的沸腾上冲问题。另外，相较于取全部滤液，取部分滤液的方式测试结果更准确（全部滤液移取过程，会有部分滤液无法移出）。

2、需要注意的是，饲料国标中规定的氢氧化钠溶液浓度为 40g/L，测试前需提前准备好相应浓度的氢氧化钠溶液。

六、结论

1、实验结果表明，凯氏定氮仪能够有效测定宠物食品中挥发性盐基氮的含量，测试精度均符合《GB 5009.228-2016 食品安全国家标准 食品中挥发性盐基氮的测定》和《GB/T 32141-2015 饲料中挥发性盐基氮的测定》国标的要求。

2、通过使用《GB 5009.228-2016 食品安全国家标准 食品中挥发性盐基氮的测定》和《GB/T 32141-2015 饲料中挥发性盐基氮的测定》两种国标对比发现，由于方法的不同，相同样品下，饲料国标测试结果高于食品国标。

七、参考标准

[1] 《GB 5009.228-2016 食品安全国家标准 食品中挥发性盐基氮的测定》

[2] 《GB/T 32141-2015 饲料中挥发性盐基氮的测定》