

# 乳粉中蛋白质含量的测定

## ——杜马斯燃烧法与凯氏定氮法的比对研究

### 一、前言

蛋白质含量是乳粉产品质量控制的核心指标，其准确、高效的测定对生产企业至关重要。近年来，随着检测技术的飞速发展和食品中蛋白质含量测定国标的不断更新，杜马斯定氮法（燃烧法）作为一种先进的检测技术，因其高效、环保的特性，将逐步成为现代乳粉生产企业质量控制的理想选择。本应用方案旨在为乳粉生产企业提供一套基于杜马斯燃烧法的蛋白质测定完整解决方案。

2025年3月27日发布，并于同年9月16日实施的《GB 5009.5-2025 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》中，杜马斯定氮法被正式确立为第三法，与作为第一法（仲裁法）的凯氏定氮法具有同等的法律地位和数据可靠性。大量比对实验数据证实，两种方法的测定结果具有高度的相关性，无显著差异。这意味着，杜马斯定氮仪提供的测试数据科学、准确、可信，完全可用于企业的质量控制、产品标签标识及合规性判断。

与传统的凯氏定氮法相比，杜马斯定氮法在技术上有其革命性的优势：它无需任何危险化学品试剂（如浓硫酸、氢氧化钠），从根本上杜绝了化学废液的处理难题，操作更加安全环保；它无需复杂的消解、蒸馏等前处理步骤，极大地简化了工作流程；其高度的自动化特性支持大批量样品连续自动检测、无人值守，将单样检测时间从数小时缩短至3-5分钟，大批量测试效率极高。这些特点使得杜马斯定氮法尤其适用于生产型企业对检测效率、操作安全及成本控制有高要求的应用场景。

为便于用户能够直接上手测试，无需进行繁琐的方法摸索，本方案还提供了覆盖各类乳粉和水解蛋白产品的即用型测试参数，包括精确的取样量建议和优化的仪器方法，确保用户能够快速、顺利地获得准确可靠的测定结果。

## 二、仪器与试剂

### 2.1 仪器

仪器：D200 杜马斯定氮仪、K1160 全自动凯氏定氮仪、SH520 自动消解仪、十万分之一分析天平；

### 2.2 试剂

试剂：氧气（纯度 > 99.999 %）、二氧化碳气（纯度 > 99.999 %）、线状氧化铜、线状铜、铂催化剂、刚玉球、再生剂、银丝、L-天冬氨酸标准品（纯度 > 99 %）、混合催化剂（4g，五水硫酸铜：硫酸钾 =1:9）、浓硫酸、氢氧化钠溶液（400g/L）、硼酸溶液（20g/L）、硫酸标准滴定溶液（ $[c(1/2H_2SO_4)] = 0.1 \text{ mol/L}$ ）；

### 2.3 样品

样品：脱脂乳粉、脱蓝乳粉、成品、水解乳清蛋白粉、水解蛋黄粉等。

## 三、杜马斯定氮法及凯氏定氮法测试方案

### 3.1 杜马斯燃烧法

#### 3.1.1 样品称量

样品称量使用的是十万分之一的天平，以 mg 为单位进行称量。

称取 100~200mg 乳粉样品，精确至 0.01mg，将样品包裹在锡箔纸中，并将锡箔纸团成紧密的样品球，放入样品盒中备用。

注：乳粉的具体取样量可以参考表一 D200 杜马斯定氮仪方法参数设置，即根据乳粉大约的蛋白质含量选择最优的乳粉取样量。

### 3.1.2 上机测试

将样品置于样品盘中，根据样品重量选择相应方法，开始测试。测试方法参数如表一：

表一 D200 杜马斯定氮仪方法参数设置

方法名称	100mg 水解蛋白产品 (P%≥50%)	100mg 脱脂乳粉 (25%≤P%<50%)	200mg 成品乳粉 (10%≤P%<25%)	200mg 脱蓝乳粉 (10%≤P%<25%)
通氧时间	90s	90s	90s	100s
氧气流量	150 mL/min	150 mL/min	180 mL/min	300 mL/min
断氧阈值	0%	0%	0%	0%
自动归零	130s	130s	130s	130s
峰值预期	130s	130s	130s	130s
积分重启延时	0s	0s	0s	0s
蛋白质系数	不同乳粉的蛋白质换算系数不一，这里暂时统一为 6.25			

注：表一中的 P 表示为蛋白质 (Protein)。

## 3.2 凯氏定氮法

### 3.2.1 取样

称取固体样品 0.2~0.5g 左右，精确至 0.1mg，使用称量纸包裹样品，一同放入消化管中。最后向样品空白消化管及样品消化管中均加入一片定氮片和 10mL 浓硫酸。

注：为保证样品及样品空白消解内容的一致性，需要向样品空白消化管中加入一张称量纸，随样品一起消解。

### 3.2.2 样品消解

使用 SH520 自动消解仪对样品进行消解，消解程序参见表二：

表二 消解程序

阶段	温度梯度/°C	保温时间/min
1	420	90
2	冷却	-

注：消解完成后，溶液呈现澄清透明的蓝绿色。

### 3.2.3 蒸馏

待消解程序完成、消化管冷却并无酸雾后，上凯氏定氮仪检测。定氮仪参数设置如表三：

表三 K1160 全自动凯氏定氮仪试验参数设置

滴定酸 (H <sup>+</sup> ) mol/L	硼酸/mL	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量%
0.1027	20	40	50	5	100

## 四、实验结果

4.1 D200 杜马斯定氮仪测试乳粉样品中的蛋白质含量如表四所示：

表四 D200 杜马斯定氮仪测试乳粉样品中的蛋白质含量

样品名称	称样量/mg	蛋白质含量/(g/100g)	平均值/(g/100g)	精密度/%
脱脂乳粉	100.25	33.24	33.24	0.15
	100.19	33.19		
	100.04	33.31		
	100.51	33.23		
脱蓝乳粉	199.73	12.09	12.06	0.21
	200.19	12.03		
	200.27	12.07		
	200.01	12.04		
成品 1	199.99	19.81	19.84	0.35
	199.85	19.94		
	200.03	19.79		
	200.06	19.83		
成品 2	200.36	21.74	21.78	0.17
	200.01	21.83		
	200.18	21.79		
	200.31	21.75		
成品 3	199.95	22.66	22.56	0.43
	200.00	22.54		
	200.20	22.44		
	200.08	22.62		

样品名称	称样量/mg	蛋白质含量/(g/100g)	平均值/(g/100g)	精密度/%
水解乳清蛋白粉	100.09	76.36	76.33	0.14
	100.08	76.42		
	100.14	76.18		
	99.98	76.36		
水解蛋黄粉	99.91	85.39	85.24	0.19
	100.03	85.04		
	99.90	85.19		
	100.01	85.36		

4.2 K1160 全自动凯氏定氮仪测定乳粉样品中的蛋白质含量如表五所示:

表五 K1160 全自动凯氏定氮仪测定乳粉样品中的蛋白质含量

样品名称	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	蛋白质含量/(g/100g)	平均值/(g/100g)	精密度/%
脱脂乳粉	0.3003	0.0498	11.1243	33.14	33.00	0.82
	0.3007		11.0878	32.99		
	0.2998		11.0161	32.87		
脱蓝乳粉	0.5004		6.7547	12.04	12.08	0.68
	0.5010		6.8086	12.12		
	0.5002		6.7680	12.07		
成品 1	0.4996		11.0671	19.82	19.82	0.20
	0.5016		11.1243	19.84		
	0.5008		11.0845	19.80		
成品 2	0.4996		12.0938	21.66	21.69	0.20
	0.5004	12.1377	21.71			
	0.5012	12.1444	21.68			
成品 3	0.5000	12.5234	22.42	22.43	0.11	
	0.4996	12.5200	22.43			
	0.5005	12.5499	22.44			

样品名称	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	蛋白质含量/(g/100g)	平均值/( g/100g)	精密度/%
水解乳清蛋白粉	0.2009	0.0517	16.8825	75.29	75.45	0.55
	0.2011		16.9154	75.36		
	0.2003		16.9245	75.71		
水解蛋黄粉	0.1996		18.7108	84.01	84.16	0.70
	0.2018		18.9007	83.94		
	0.1983		18.7042	84.54		

注：表四与表五中精密度的计算公式如下：

$$\text{精密度} = \frac{\text{蛋白质含量最大值} - \text{蛋白质含量最小值}}{\text{平行结果的平均值}} \times 100\%$$

#### 4.3 D200 杜马斯定氮仪与 K1160 全自动凯氏定氮仪测定结果比对

两款仪器测试乳粉样品中蛋白质含量的比对如表六所示：

表六 两款仪器测试乳粉样品中蛋白质含量的比对

样品名称	杜马斯定氮法		凯氏定氮法	
	蛋白质含量 (g/100g)	精密度/%	蛋白质含量 (g/100g)	精密度/%
脱脂乳粉	33.24	0.15	33.00	0.82
脱蓝乳粉	12.06	0.21	12.08	0.68
成品 1	19.84	0.35	19.82	0.20
成品 2	21.78	0.17	21.69	0.20
成品 3	22.56	0.43	22.43	0.11
水解乳清蛋白粉	76.33	0.14	75.45	0.55
水解蛋黄粉	85.24	0.19	84.16	0.70

#### 五、注意事项

- 1、使用杜马斯燃烧法测定乳粉中的氮含量时，由于个别乳粉容易吸潮，因此需要快速称取样品质量，并尽量保证称量室内环境稳定。
- 2、使用杜马斯燃烧法测定乳粉中的氮含量时，由于乳粉样品比较松散，为尽量排空样品中的空气，需使用锡箔纸将样品团成紧实的样品球，如过程中发生样品泄露，需重新称取样品。

3、使用凯氏定氮法测定乳粉中的氮含量时，由于成品 135 消解过程中存在样品碎溅的情况，可以在消解程序中增加一个“280°C 20min”的阶段。

## 六、实验结论

1、杜马斯燃烧法测试乳粉中蛋白质含量与凯氏定氮法（仲裁法）测试乳粉中的蛋白质含量结果十分接近，将凯氮的结果与杜马斯的结果相除，得到两者的比例系数 KN/DN 均在 0.987~1.001 的范围内。

2、使用杜马斯燃烧法和凯氏定氮法测得乳粉样品中蛋白质含量结果的精密度均小于 10%，符合《GB 5009.5-2016 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》中对于精密度的要求。且就结果看，杜马斯燃烧法测试乳粉的精密度甚至优于凯氏定氮法的结果精密度。

3、与凯氏定氮法相比，杜马斯燃烧法无需任何危险化学品试剂（如浓硫酸、氢氧化钠），从根本上杜绝了化学废液的处理难题，操作更加安全环保；无需复杂的消解、蒸馏等前处理步骤，极大地简化了工作流程；支持大批量样品连续自动检测、无人值守，将单样检测时间从数小时缩短至 3-5 分钟，大批量测试效率极高。这些特点使得杜马斯定氮法尤其适用于生产型企业对检测效率、操作安全及成本控制有高要求的应用场景。

4、本方案提供相应乳粉的即用型测试参数，包括精确的取样量建议和优化的仪器方法，相关乳企在测试乳粉时可根据预测的蛋白质含量选择相应方法，直接使用杜马斯燃烧法进行样品测试。确保用户能够快速、顺利地获得准确可靠的测定结果。

## 参考文献

[1] GB 5009.5-2025 食品安全国家标准食品中蛋白质的测定 [S].