

## 应用凯氏定氮仪测定羊肉中挥发性盐基氮

摘要：应用凯氏定氮仪测定羊肉中挥发性盐基氮，通过与半微量定氮法对比及精密度实验，结果表明该全自动定氮仪能简便、快速、准确地测定肉中的挥发性盐基氮。

关键词：凯氏定氮仪；挥发性盐基氮；羊肉；检测方法

Abstract: TVB-N of mutton was analysed by the kjeldahl analyzer, through compared with kjeldahl and studied the precision, accuracy and inaccuracy of the automatic azotometer. As a result of test, a simple, fast and accurate analysis method is confirmed for determination of TVB-N.

Key words: Kjeldahl analyzer; TVB-N; mutton ; testing method

挥发性盐基氮(TVB- N) 能有效地反映肉的新鲜度, 新鲜肉、次鲜肉、变质肉之间挥发性盐基氮的差异非常明显, 并与感官变化一致, 是评定肉的新鲜度变化的客观指标。目前, 通常采用半微量定氮法测定肉中的挥发性盐基氮, 但该方法有操作过程繁琐、费时的缺点, 其次在加样蒸馏时, 碱的作用会使反应室内样液剧烈沸腾而发泡, 带有氧化镁颗粒的泡沫往往会污染反应室顶部使其难以清洗。自动定氮仪具有自动加液、蒸馏、吸收等功能, 操作简单、省时快速、结果准确, 被广泛应用于各类食品和饲料等的蛋白质测定, 但应用在肉中测挥发性盐基氮的报导较少, 且尚无标准的测定方法。本研究应用凯氏定氮仪测定羊肉中挥发性盐基氮含量, 对测定处理条件进行探讨, 从而建立适合于批量肉样品的挥发性盐基氮测定的一种快速而准确的检测方法。

### 1 材料与方法

#### 1.1 材料与仪器

材料: 羊后腿瘦肉。

主要仪器为: 凯氏定氮仪: 济南海能仪器股份有限公司; AAR2140 万分之一电子天平: 美国奥豪斯公司; 微量滴定管。

试剂: 均为分析纯。

#### 1.2 方法

##### 1.2.1 盐酸标准溶液的配制<sup>[1]</sup>

量取38%的浓盐酸9 mL于容量瓶中, 以蒸馏水稀释定容至1000 mL。此溶液约为0.1 mol/L, 再进一步稀释至0.010 mol/L, 标定后浓度精确到0.0001 mol/L。标定方法: 取3 g~5 g 无水碳酸钠, 置于5 cm 扁形称量瓶中, 270 °C~300 °C灼烧至恒重的工作基准试剂无水碳酸钠0.02 g, 溶于50 mL 蒸馏水中, 加10 滴溴甲酚绿- 甲基红指示液, 用配制好的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸2 min, 冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白实验。记录耗

酸毫升数(V)。两次标定结果平均值作为盐酸液的摩尔浓度,若两次滴定结果误差超过0.2%,需重新标定。

$$C=m/[(V_1-V_2)\times 0.0530]$$

式中: C—盐酸标准溶液浓度, mol/L;

m—无水碳酸钠的质量的准确数值, g;

V<sub>1</sub>—消耗盐酸溶液的体积, mL;

V<sub>2</sub>—空白实验盐酸溶液的体积数值, mL;

0.0530—碳酸钠的毫摩尔质量, g/mmol。

### 1.2.2 硼酸吸收液的配制

凯氏定氮仪使用含溴甲酚绿和甲基红指示剂的1%的硼酸溶液。称取100 g 硼酸溶于10 L 蒸馏水中,添加1 g/L 的溴甲酚绿乙醇溶液100 mL和1g/L 甲基红乙醇液70 mL<sup>[2-3]</sup>。

### 1.3 样品处理

将样品除去脂肪、骨及腱后,切碎搅匀,称取约10.0 g,置于锥形瓶中,加100 mL 水,不时振摇,浸渍30 min 后过滤,滤液置冰箱备用<sup>[4]</sup>。

### 1.4 凯氏定氮仪操作方法

#### 1.4.1 设定条件

启动凯氏定氮仪,进入手动模式,预热蒸气发生器5 min~10 min,之后添加硼酸吸收液(弃去前面的吸收液,直到开始流出正常酒红色接收液为止)。选择硼酸吸收液体积为30 mL,调节接收液体积,确定蒸馏时间为5 min,碱桶空着,按[选择]键设定加碱时间为0 s。

#### 1.4.2 操作方法

准确吸取10.0mL 样品滤液于消化管内,再加10mL氧化镁悬液(10 g/L),迅速将消化管放入仪器中。按[启动]键开始模式运行样品。首先运行空白样品,进行空白检测(空白体积值不得高于0.2 mL)。蒸馏结束后,取下接收液瓶,用标准盐酸滴定至紫红色。

### 1.5 结果计算

用本方法所测试样中的挥发性盐基氮的含量按下式进行计算,计算结果保留三位有效数字。

$$X=\frac{(V_1-V_2)\times C\times 14}{m\times 10/100}\times 100$$

式中: X—样品中挥发性盐基氮的含量, mg/100g;

V<sub>1</sub>—测定用样液消耗盐酸或硫酸标准溶液体积, mL;

V<sub>2</sub>—试剂空白消耗盐酸标准溶液体积, mL;

C—盐酸标准溶液的实际浓度, mol/L;

14—与1.00 mL 盐酸标准滴定溶液

[C(HCl)=1.000mol/L]相当氮的质量, mg;

m—样品质量, g。

## 2 结果与分析

### 2.1 精密度试验及方法对比实验

取同一样品,用凯氏定氮仪和半微量定氮法分别进行8次平行测定,考察凯氏定氮仪测定方法的精密度以及与半微量定氮法的分析结果是否具有同一性。KDY-9820 凯氏定氮仪测方法按本文所述方法进行测定,半微量定氮法按GB/T5009.44- 2003进行测定,结果见表1。

表 1 精密度及方法对比实验测定结果

Table 1 The precision of sample determination by two methods  
mg/100 g

测定方法 Analysis method	测定次数 Analysis times							
	1	2	3	4	5	6	7	8
自动定氮仪法 Automatic azotometer	6.88	6.92	6.86	6.86	6.83	6.87	6.85	6.89
半微量定氮法 Kieldahl	6.93	6.83	6.87	6.89	6.88	6.86	6.87	6.81

### 2.2 结果分析

对表1 结果用SAS9.0 统计软件[5]进行方差分析,结果见表2。

表 2 模型的显著性分析表

Table 2 Significance analysis of model

方差来源 Source	自由度 df	平方和 Sum of squares	均方和 Mean square	F 值 F Value	P 值 Pr>F
模型 Model	8	0.004 1	0.000 512 50	0.34	0.921 8
平行实验 Parauel experiment	7	0.004 075	0.000 582 14	0.39	0.881 9
两种方法对比 Comparison	1	0.000 025	0.000 025	0.02	0.900 8
误差 Error	7	0.010 475	0.001 496 43		
总和 Correted total	15	0.014 575 00			

由表2 可知,模型的F 值为0.34,P 值0.9218,小于0.05水平上的F值,由此可知两组数据间无显著性差异。由方差分析结果可知,凯氏定氮仪法平行实验,各测定值之间差异的F 值为0.39,P值0.8819,小于0.05水平上的F 值,平行实验所测各数值间无显著差异,说明本方法有较好的重现性和精密度。凯氏定氮仪法和半微量定氮法两种方法之间差异的F 值为0.02,P值0.9008,小于0.05水平上的F 值,两种方法测定结果差异不显著,KDY-9820 凯氏定氮仪和半微量定氮法测定挥发性盐基氮含量,其结果具有同一性。

### 3 讨论

- 1) 硼酸吸收液中加入指示剂一定要准确,否则将影响滴定终点,造成空白值不规律。
- 2) 由于肉类食品挥发性盐基氮含量一般较低,取样量应适当增加,测定时取10 mL 样品滤液氧化镁混悬液10 mL,实际应用时测定结果较好。
- 3) 测定中的蒸馏时间要一致,这将影响到总的水蒸气的大小,决定空白值的大小。

### 4 结论

依据本文方法运用凯氏定氮仪对羊肉中挥发性盐基氮进行测定,具有较高的精密度和准确度,而且平行性性较好,具有使用安全、可靠、操作简单、省时省力、清洗方便等特点,适用于大批量样品的测定。

### 参考文献:

- [1] GB/T 601- 2002 化学试剂标准滴定溶液的制备[S].北京: 中国标准出版社, 2003
- [2] 姬勇.KJELTE2300 全自动定氮仪测定羊肉中的挥发性盐基氮[J].石河子大学学报: 自然科学版, 2005,23(5):538- 540
- [3] 骆和东,冷建荣,王文伟.自动凯氏定氮仪快速测定鱿鱼干的挥发性盐基氮[J].海峡预防医学杂志,2003, 9(3):48- 49
- [4] GB/T5009.44- 2003 肉与肉制品卫生标准的分析方法[S].北京:中国标准出版社, 2004
- [5] 赵思明.食品科学与工程中的计算机应用[M].北京:化学工业出版社,2005:46- 54