

自动定氮仪测试技术在食品中蛋白质测定的综述评价

张继红

(广州市食品工业卫生检测站 广州 510410)

摘要 : 凯氏定氮法是测定食品中蛋白质含量的一种普遍使用的常规分析法, 目前国内多采用凯氏定氮法, 而国际上多采用自动定氮仪进行凯氏定氮法, 本文着重对自动定氮仪测定技术的综述评价。

关键词 : 凯氏定氮法; 测量精密度; 测量准确度; 测量不确定度。

目前我国多采用凯氏定氮法检测蛋白质, 此法由人工操作, 比较费时, 检测结果的准确性容易受人为因素影响。现国际上普遍采用自动定氮仪检测蛋白质。同凯氏法相比自动定氮仪具有自动、省时、准确的优点。凯氏定氮法与自动定氮法的原理一样, 不同之处在于前者使用经典凯氏定氮烧瓶及定氮蒸馏装置进行样品消化和蒸馏, 手工滴定计算结果; 而后者利用消化器和氮含量测定自动仪器独立进行计算。为了更好的推广此技术, 更好与国际接轨, 本文对此检测技术的精密度、准确度、不确定度进行了综合的考查和评价。

1 检测方法

1.1 凯氏定氮法: 按 GB/T 5009.5-2003 规定执行。
1.2 自动定氮仪检测法: 采用福斯特卡托 (FOSS TECATOR) 公司提供的基尔特克 (KJELTEC) 凯氏系统进行自动定氮。仪器型号 2300 型自动定氮仪。

2 结果与分析

2.1 与凯氏定氮法的检测结果的比较

采用凯氏定氮法及自动定氮仪对燕麦粉、猪肉松进行多次重复检测, 结果表明, 前后两法检测结果基本一致, 精密度均达到国标 GB/T 5009.5-2003 要求, 检测结果绝对差值均超过算术平均值的 10%, 如表 1。

2.2 自动定氮仪的准确度

2.2.1 氮的损失

称取 0.2~0.5g 硫酸亚铁铵 [(NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O] 和 0.67g 蔗糖于消化管中, 按样品准备步骤加入所有试剂进行消化蒸馏、滴定计算氮回收率。如表 2, 其回收率在 99% 以上。

收稿日期: 2004-3-20

作者简介: 广州市食品工业卫生检测站站长

表 1 燕麦粉蛋白质含量的测定

检测方法	检样量(g)	换算系数	0.1147mol/L 盐酸 (ml)	结果
凯氏定氮法	1.5090	5.83	14.60	8.68%
	1.5075		14.70	8.75%
	1.5020		14.50	8.66%
	1.5079		14.70	8.74%
平均值	蛋白质含量为 8.71%			
自动定氮仪	1.0335	5.83	10.0038	8.69%
	1.0681		10.4585	8.79%
	1.0522		10.1543	8.67%
	1.0864		10.6546	8.73%
平均值	蛋白质含量为 8.72%			

表 2 氮损失的测定

检测次数	硫酸亚铁铵 (g)	HC1 (0.1099mol/L, ml)	N%	回收率 (%)
1	0.3735	18.7014	7.075	99.02
2	0.3915	19.5915	7.080	99.09
3	0.4860	24.3172	7.090	99.23
回收率平均值为 99.11%				

备注: (NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O 含氮量为 7.145%

2.2.2 自动蒸馏滴定效率

称取 (NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O 0.3~0.5g 蒸馏滴定, 如表 3, 回收率达到 99.5% 以上。

表 3 自动蒸馏滴定效率

检测次数	硫酸亚铁铵 (g)	HC1 (0.1099mol/L, ml)	回收率 (%)
1	0.5016	23.2181	99.74
2	0.5024	23.2926	99.90
3	0.5043	23.3161	99.63
回收率平均值为 99.76%			

2.3 自动定氮仪测量的不确定性分析

按照 2300 自动定氮仪提供的方法对鱼粉蛋白质含量重复测量 10 次, 结果见表 4, 得鱼粉平均蛋白质含量为 64%。

如表 5, 根据样品蛋白质百分含量 X% 测量不确定度的数学模型: $U(X\%) = f\{m_{\text{样}}, V(HCl-2), V(HCl-0), C(HCl), M(N)\}$

故相对合成不确定度为：

$$U_c[X\%]/X\% = \frac{U_c[X\%]}{X\%} = \sqrt{\left(\frac{0.012/25}{25}\right)^2 + \left(\frac{0.00025/35}{35}\right)^2 + \sqrt{\left(\frac{0.00022/0.5}{0.5}\right)^2 + \left(\frac{0.00004/14}{14}\right)^2}} = 0.00066$$

合成不确定度为：

$$U_c[X\%] = 0.00066 \times 64.4\% = 0.043\%$$

扩展不确定度： $V = KU_c[X\%]$ ，当 $K=2$ 时，

$V=2 \times 0.043\% = 0.09\%$ ，表示形式为 $(64.4 \pm 0.09)\%$ ，完全在正常范围之内。

表 4 鱼粉蛋白质含量检测结果

检样重量 (g)	转换 系数	HCl (0.1099mol/L, ml)	检测结果 (%)
0.5174		34.5784	64.3123
0.5177		34.8371	64.7559
0.5281		35.1781	64.1021
0.5184		34.3118	64.6934
0.5259	6.25	35.3114	64.6141
0.5165		34.6019	64.4682
0.5212		34.9743	64.5744
0.5183		34.8959	64.7904
0.5064		34.0766	64.7558
0.5202		34.6332	64.0676
平均值	10 次重复检测结果平均值为	64.4%	

表 5 影响计算分量标准不确定度的主要因素

不确定分量	不确定度来源	类型	不确定度值
$U_1[C(HCl)]$	基准物(Na_2CO_3) 摩尔质量	B	0.00025mol/L
$U_2(m)$	Na_2CO_3 称量	A·B	
$U_3[M(N)]$	Na_2CO_3 纯度	A	
$U_4[CV(HCl - 2) / (HCl - 0)]$	消耗盐酸液体积 样品称量	A·B	0.00022g
	氮元素摩尔质量	B	0.00004g
	滴定样品所消耗的盐酸体积数	A	0.012mL

3 讨论

凯氏定氮法检测周期长，样品消化时间需120~180min，甚至更长；而自动定氮仪检测样品消化采用模块式消化炉，一次可消化20个样品，消化温度高，消化时间只需30~60min。蛋白质自动定氮仪通过消化装置控制消化条件，避免因酸大量流失而导致氮的损失，且用酸量只是凯氏定氮法的1/2，大大提高氮的回收率。自动定氮仪检测方法的精密度、准确度、不确定度达到高要求，确保检测结果的准确性和可靠性。

综上分析，采用自动定氮仪对食品、动物饲料中的蛋白质含量测定是快速、准确的检定方法，同时可大大缩短检测周期提高检测效率。参考文献（略）

Advantage of Automatic Nitrogen Determination Apparatus in Protein Determination

Zhang Jihong

(Inspection Station of Food Industry Hygiene of Guangzhou, Guangzhou 510410)

Abstract: At present in our country the kjeldahl is a general analysis method for determining protein. But now many developed countries in the world generally uses the automatic nitrogen determination apparatus to determine protein. This paper simply valued the automatic method by compared to kjeldahl, and studied the precision, accuracy and inaccuracy of automatic method.

Keywords: Kjeldahl; Accuracy; Precision

(上接第142页)

Quercetin in Wine and its Health Functions

Pei Ying, Qiang Hong

(Lee Kum Kee(GZ) Foods Co., Ltd., Guangzhou, 510000)

Abstract: Quercetin is one of flavoids in wine, and it is a potent antioxidant and possesses the inhibition of coronary heart disease and atherosclerosis, free radical scavenging activity, anticancer and anti-inflammatory properties. This paper reviews the concentration of quercetin, conformation, health functions and mechanism.

Keywords: Wine; Quercetin; Health function