

催化剂与浓硫酸组成比例 对凯氏定氮消化时间的影响*

王 雅

(兰州理工大学生命科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050)

摘 要: 催化剂与浓硫酸组成比例不同对凯氏定氮消化时间有很大的影响。本文以不同资料报道的催化剂与浓硫酸比例作对比试验, 结果表明: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; K_2SO_4 ; 浓 H_2SO_4 为 2.50g; 0.10g; 4.00ml 时, 所需消化时间最短。

关键词: 催化剂; 浓硫酸; 比例; 凯氏定氮; 消化时间

中图分类号: TO333.2

蛋白质含量的测定是食品分析的一项重要内容。近年来, 人们发展了许多测定蛋白质的方法, 如双缩脲法、Folin-酚法、改良的简易 Folin-酚考马斯亮蓝法、紫外吸收法、染料结合法、水杨酸比色法等, 但就方法的准确度、精密性、应用程度、成本、试验效果及对环境的污染而言, 国际经典测定方法—凯氏定氮法为首选, 该法也是相关专业学生必须掌握的经典试验方法之一。现在尽管有很多先进的自动或半自动凯氏定氮仪, 但这些仪器不仅价格昂贵, 且需专门试剂, 目前尚难普及, 对大批量的学生试验更不适合。经典的凯氏定氮法试样消化阶段必须有定氮催化剂与浓硫酸(比重 1.84, 无氮)参与, 催化剂一般用五水硫酸铜和硫酸钾。其中浓硫酸与样品中有机质作用, 夺取其中的水分, 使其氧化分解转化为二氧化碳、水和氨, 氨与硫酸结合生成硫酸铵; 硫酸钾可以提高溶液的沸点而加快有机物分解, 它与浓硫酸作用生成硫酸氢钾可以提高反应温度, 但硫酸钾加入量不能太大, 否则消化体系温度过高又会引起已生成的铵盐发生热分解而造成损失; 硫酸铜不但可以起到催化剂的作用还可以指示消化终点的到达。但由于催化剂与浓硫酸组成比例不合适, 一方面导致消化时间过长, 降低了分析化验人员的工作效率, 也使教学试验不能在规定的时间内完成凯氏定氮的整个过程; 另一方面, 过量的催化剂与浓硫酸造成资源浪费及环境污染。因此, 选择合适的催化剂与浓硫酸比例对凯氏法测定蛋白质有很重要作用。

本试验对经典的凯氏定氮法进行了研究, 以不同资料报道的催化剂与浓硫酸比例作对比试验, 选择出它们的最佳比例, 使消化时间大大降低, 提高了凯氏定氮的速度。试验证明, 该最佳比例对蛋白质含量高或者含量低的样品都能完全消化, 这对于提高分析化验人员的工作效率和学生教学试验及环境保护都有很大的益处。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

电子天平(AB104-N)、电热恒温鼓风干燥箱(GZX-9030MBE)、控温电炉(北京市永光明医疗仪器厂 1000W 220V)、凯氏烧瓶

1.2 试剂

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (分析纯 天津市化学试剂一厂)、 K_2SO_4 (分析纯 莱阳化工实验厂)、浓 H_2SO_4 (分析纯 莱阳市新兴化工有限公司)

2 实验方法

2.1 消化

称取 0.2000g 和 0.5000g 发酵马铃薯渣(蛋白质含量大于 10%)置于干燥的 100ml 凯氏烧瓶中, 加数粒玻璃珠, 按表 1 和表 2 分别添加 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、 K_2SO_4 、浓 H_2SO_4 , 摇匀后, 在凯氏烧瓶中加一小漏斗于通风橱内进行消化, 先用小火, 然后加大

火力。

2.2 方法

以 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、 K_2SO_4 和浓 H_2SO_4 的用量

为主要考虑因素,以不同资料报道的催化剂与浓硫酸比例作对比试验,结果见表 1、表 2。

表 1 消化时间对比试验一

方法	试样重(g)	K_2SO_4 (g)	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (g)	H_2SO_4 (ml)	消化时间(min)
1	0.2000	10.00	0.50	20.00	30.00
2	0.2000	3.00	0.20	20.00	45.00
3	0.2000	2.50	0.13	6.00	25.00
4	0.2000	2.50	0.10	4.00	12.00

表 2 消化时间对比试验二

方法	试样重(g)	K_2SO_4 (g)	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (g)	H_2SO_4 (ml)	消化时间(min)
1	0.5000	10.00	0.50	20.00	162.5
2	0.5000	3.00	0.20	20.00	115.00
3	0.5000	2.50	0.13	6.00	92.50
4	0.5000	2.50	0.10	4.00	30.00

由表 1 可知,样品用方法 4(兰州理工大学 Z162102 项目,已发表)进行消化,消化时间仅为方法 1(大连轻工业学院等主编,1994)和方法 3(北京农业大学主编,1979)的 1/2 多,是方法 2 的约 1/4(宁正祥,1998)。由表 2 可知,样品用方法 4 进行消化,消化时间仅为方法 1 的 1/5 多,方法 2 的约 1/4,方法 3 的 1/3。

由此可得,方法 4 所用催化剂与浓硫酸比例较合适,用此比例作消化试验,一方面可大大缩短整个凯氏定氮过程的试验时间,另一方面试剂用量的减少,可降低试验成本,也降低了对环境的污染。这样不仅能使学生课堂试验能在规定的时间内完成,也适合批量样品中蛋白质含量的消化测定,有很高的

应用价值。

参考文献:

- [1] 王雅. 蛋白质测定实验的研究[J]. 实验室研究与探索, 2005, (4): 58-59
- [2] 刘玉兰, 李珊, 刘坤. 食品中蛋白质含量测定方法的改进和应用[J]. 青岛医学院学报, 1999, (2): 123-124
- [3] 陆晓滨, 李敬龙, 董见磊等. 提高凯氏定氮法蛋白质测定速度的研究[J]. 中国调味品, 2003, (1): 37-39
- [4] 北京农业大学主编. 家畜饲养实验指导[M]. 北京: 农业出版社, 1979
- [5] 宁正祥. 食品成分分析手册[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1998

(上接第 112 页)起好主导和促进作用,启发学生的创造思维。

第五,由于该课程概念抽象、理论性比较强、学生难以理解,所以本课程的教学形式主要以课堂讲授为主,讨论和自学为辅,并配以辅导教师进行答疑和上习题课,以及时解决学生在学习中遇到的疑难问题。

如果把公式推导及定理证明过程也在屏幕上显示出来,教师只是看着屏幕讲,学生就只是在看证明,而不会使自己的思维跟着老师的思路把证明过程过一遍。这样,上课所学的东西不会在学生脑子里留下多少印象,到学期结束,学生对课程只是似是而非,有些大概印象,掌握不了多少课程的实质。因此,离散数学的教学,应以板书讲解为主,课件演示

为辅。

参考文献:

- [1] 方世昌. 离散数学(第二版)(M). 西安电子科技大学出版社, 1996.
- [2] 王捍贫. 数理逻辑, 离散数学第一分册(M). 北京大学出版社, 1997.
- [3] 耿素云. 集合论与图论, 离散数学第二分册(M). 北京大学出版社, 1998.
- [4] 屈婉玲. 代数结构与组合数学, 离散数学第三分册(M). 北京大学出版社, 1998.
- [5] 中国计算机科学与技术学科教程 2002 研究小组. 中国计算机科学与技术学科教程 2002(M). 清华大学出版社, 2002.
- [6] 赵致琢. 关于计算机科学与技术认知问题的研究简报(I, II). 计算机研究与发展(J), 2001, 38(I), 1~15.