



KDN-BZ 定氮仪蒸馏器

(智能型)

操作说明书



一 概述

蛋白质是谷物、食品、饲料及其它农副产品的重要组成部分，也是重要的营养物质。

蛋白质是复杂的含氮有机化合物，主要由各种氨基酸构成。迅速准确的测定蛋白质的含量，在食品、农副产品和饲料的加工、国际贸易及现代农作物育种等行业都显得十分重要。

蛋白质的测定方法，目前仍以 1883 年凯达尔氏 (Kiedahl) 发明的定氮法为基础，它根据各种蛋白质皆有固定比数的氮这一事实，通过对氮的测定而推算出蛋白质含量，此法所得的含氮量除了确实属于蛋白质组成成分的氮以外，还包括非蛋白质组成的其它有机及无机态氮，所以换算所得的蛋白质含量称为粗蛋白含量，一般蛋白质中的含量为 16%，换算后即每 6.25g 蛋白质中含有 1g 氮，因此 6.25 称为换算系数 K，但是不同的农副产品及其制品的实际含氮量是有区别的，所以不同的农产品必须采用不同的换算系数，如花生、大豆、蚕豆、大麦、小麦、燕麦、黑麦等含氮量为 17.6%，求得 $K=5.70$ ，荞麦、葵花籽、亚麻籽、蓖麻籽等换算系数则为 $K=5.50$ ，玉米、菜籽为 6.00，水稻为 5.95，上述以外的其它农产品的换算系数均采用 6.25，尽管如此，目前世界上还没有能直接分离测定含蛋白质的含量的可行方法，故迄今为止，无论在国内外凯氏定氮法仍然是测定蛋白质含量的经典方法，所得结果准确、稳定是其特点，但是测定时间较长，一般一份样品至少需要 8 小时才能得出结果。

KDN-BZ 是我公司基于经典的凯氏定氮原理，吸收国内外同类检测设备的长处研制生产的智能型定氮仪蒸馏器，该仪器的电加热管蒸汽发生器是采用纯净水作介质逐个蒸馏的方式，具有结构紧凑、使用寿命长、操作简便、测定速度快、测定结果准确、重现性能好等特点。

二 工作原理

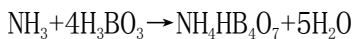
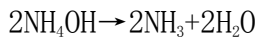
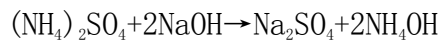
KDN 蛋白质测定仪是由电加热消化装置和蒸馏装置二大部分组成，蒸馏装置



采用了电热蒸汽发生器，利用电加热管的热能使纯净水产生蒸汽完成蒸馏工作，每次蒸馏结束后纯净水自动补充，蒸馏工作依次循环。

样品中含氮有机物经浓硫酸加热消化，然后有机物炭化成碳，碳将硫酸还原为 SO_2 ，本身则变为 CO_2 ， SO_2 使 N 还原为 NH_3 ，本身则氧化为 S_2O_3 ，而消化过程中生成的 H_2 ，又加快了 NH_3 的形成，在反应过程中生成的 H_2O 和 S_2O_3 溢出，而 NH_3 则与 H_2SO_4 在溶液中结合成 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ，加入 NaOH 并蒸馏，使 NH_3 溢出，用 H_3BO_3 吸收后，用已知摩尔浓度的盐酸滴定，测出样品全氮含量，乘以氮与蛋白质的换算系数，即为粗蛋白质的含量。

在蒸馏和吸收过程中主要反应如下：



滴定的过程是盐酸和硼酸氢铵的反应过程。

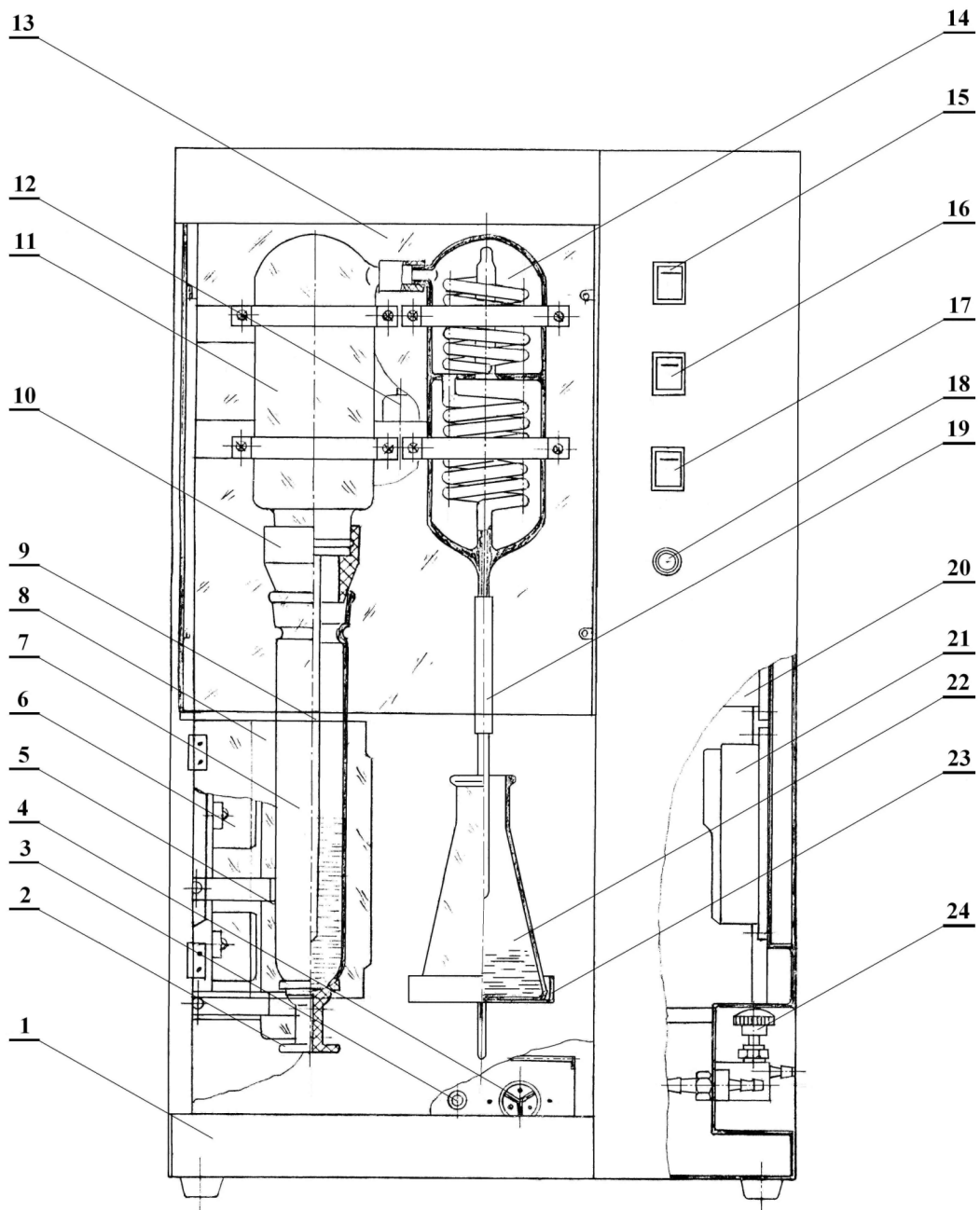


三 技术参数

测定范围	含氮量 0.05%~90%
测定品种	粮食、食品、乳制品、饮料、饲料、药物等其它农副产品
工作电源	AC220±10V 50Hz
功率	800W
蒸馏时间	每个约 7min
回收率	≥99%
测定重复性	平行试验结果符合 GB/T6432-94 规定指标
外形尺寸	400mm×310mm×685mm
整机重量	22kg



五 结构图



- | | | | |
|---------|-----------|---------|-----------------------|
| 1、接料盒 | 7、消化管 | 13、上面板 | 19、接收导出管 |
| 2、消化管托架 | 8、防护罩 | 14、冷凝管 | 20、H ₂ O 泵 |
| 3、保险丝管 | 9、蒸汽导出管 | 15、电源开关 | 21、NaOH 泵 |
| 4、电源插座 | 10、防溅管密封圈 | 16、注水开关 | 22、接收瓶 |



- | | | | |
|--------------|--------|---------|----------|
| 5、蒸汽发生炉 | 11、防溅管 | 17、注碱开关 | 23、接收瓶托架 |
| 6、水位控制开关（上下） | 12、电磁阀 | 18、蒸气开关 | 24、排水阀 |

六 操作方法

1、仪器、用具：

- (1) 分析天平：感量 0.0001g。
- (2) 实验室用样品粉碎机或研钵。
- (3) 酸式滴定管：25ml 或 10ml。
- (4) 标准筛：孔径 0.45mm（40 目）。

2、试剂：

- (1) 硫酸（GB625）：分析纯，含量 98%，无氮，比重 1.84。
- (2) 氢氧化钠（GB629）：分析纯，400gNaOH 溶于 1000ml 蒸馏水中（40%）。
- (3) 硼酸（GB628）：分析纯，2gH₃BO₃ 溶于 100ml 蒸馏水中（2%）。
- (4) 盐酸（GB622）：分析纯，0.05N 盐酸标准溶液。
- (5) 催化剂：硒片（定氮高效催化剂）或硒+无水硫酸钠（1：1000）；
混合催化剂：分析纯，硫酸铜+硫酸钾（1：15）。
- (6) 混合指示剂：① 0.1g 甲基红溶于 75ml95%乙醇中（先在研钵中加乙醇研磨）；0.1g 次甲基兰溶于 80ml95%乙醇中；临用时将以上两液按 2：1 比例混合即成。
② 甲基红 0.1%乙醇溶液，溴甲酚绿 0.5%乙醇溶液，临用时将两溶液等体积混合即成。

3、样品制备：

- (1) 选取具有代表性的样品 200 克，清杂后按四分法缩减取样，粉碎样品至 40 目通过，盛于密闭容器待用。
- (2) 液体试样必须具有代表性，取样后先放在消化管内浓缩至体积三分之一，再加入其它试剂进行消化。

4、操作方法：



(消化操作方法：详见定氮消化炉操作说明书)

(1) 用橡胶管分别把各相应的进出水口连接好，出水管、排水管放入水池内，冷却水接口与自来水龙头连接，纯净水 (H_2O)、氢氧化钠 (NaOH) 输入接口的优质管分别置入各自的容器中 (自备)，同时关闭排水阀 (24)。

(2) 打开自来水龙头，使冷凝管冷却，水量以确保冷凝管冷却为准。

(3) 按电源开关 (15)，开关内指示灯亮向蒸汽发生炉内注入蒸馏水。。开关右侧水泵运转指示灯亮，水泵运转，

4. 待水位到达设定位置 (蒸发炉内中间位置)，加热开关右侧指示灯亮，开启加热开关。(此指示灯亮后，再开启加热开关)

5. 待水位到达设定的最高位置时，注水泵停止注水，同时水泵运转指示灯灭。

6. 蒸汽发生炉内蒸馏水沸腾，仪器右下侧出水管口 ($\Phi 17$ 优质管) 冒出蒸汽后，使将装有 50ml 2% 硼酸并滴入 2~3 滴指示剂的三角烧瓶 (22) 放在接收瓶托架 (23) 上，接收液导出管口浸没在硼酸溶液中。

7. 在消化冷却后的消化管 (7) 内，加入 10ml 左右蒸馏水稀释样品。下压消化管托盘 (2)，装上并转动消化管，使其上口与防溅管密封圈保持密封，下端与托盘顶紧后推上防护罩 (8)。

8. 按注碱开关 (17)，碱泵启动，注入 50ml 左右氢氧化钠后关闭。(注碱量的多少，必须视蒸馏液颜色变黑为准，如果消化时催化剂用的是硒片则不变色)。

9. 开蒸汽开关，开关右侧指示灯亮，开始蒸馏。

10. 蒸馏 5~7 分钟后 (具体时间可根据接收液是否达到要求而定，一般接收液包括 2% 硼酸溶液在内 150ml 左右)，仪器自动报警，表示一个蒸馏过程结束，将接收瓶托架下移，使接收导出管口离开液面，用纯净水冲洗导出管后，取下接受瓶 (22) 待滴定，关闭蒸汽开关，戴好专用手套取下消化管。

11. 重要提示：(1) 在一个蒸馏过程结束，暂时关闭蒸汽开关后，到做下一个蒸馏的中间过程，间隔时间不宜过长，否则会有大量蒸汽从出水管口冒出。(2) 确需等待较长时间再做下一个蒸馏的，可关闭加热开关

12. 空白测定：用 0.1 克糖代替样品或不加样品作空白测定。

13. 每天做完样品及时排空蒸汽发生炉 (5) 中的水。

5、滴定、计算结果：

用标定的盐酸溶液滴定接收瓶 (22) 内溶液，滴定溶液由绿色变为淡紫色时止，记下消耗的 HCl 的毫升数，按下列式计算蛋白质含量：



$$\text{粗蛋白质 (\%)} = \frac{(V_2 - V_1) \times C \times 0.0140 \times 6.25}{m \times \frac{V'}{V}} \times 100$$

式中：V₂---滴定试样时所需标准酸溶液体积，ml；

V₁---滴定空白时所需标准酸溶液体积，ml；

C---盐酸标准溶液浓度，mol/L

m---试样质量，g；

V---试样分解液总体积，ml；

V' ---试样分解液蒸馏用体积，ml；

0.0140---氮的毫克当量数；

6.25---氮换算成蛋白质的平均系数。

重复性：

每个试样取两个平行样进行测定，以其算术平均值为结果。

当粗蛋白质含量在 25%以上时，允许相对偏差为 1%。

当粗蛋白质含量在 10%~25%之间时，允许相对偏差为 2%。

当粗蛋白质含量在 10%以下时，允许相对偏差为 3%。

结果报告中必须注明氮换算成粗蛋白质的系数，换算系数见下表：

样品名称	换算系数	数据来源
小麦	5.70	GB2905
大麦	5.70	GB2905
酿酒大麦	6.25	TOCT10846
面粉	5.70	GB5009.5
面包	5.70	AOAC14.103
大豆	6.25	GB2905
	5.71	GB5009.5
玉米	6.25	食品常用数据手册
	6.24	GB5009.5



饲料	6. 25	GB6432
肉制品	6. 25	GB5009. 5
乳制品	6. 38	GB5009. 5
牛奶	6. 38	ACAC16. 036
芝麻	5. 30	GB5009. 5
油菜	5. 53	油菜籽综合利用

七 维护保养

- 1、仪器应放置在通风、干燥的平台上。
- 2、仪器所用电源应是 AC220、50Hz、5A 以上且有可靠接地线。
- 3、每次试样蒸馏结束，必须迅速取下消化管，预防消化管液体被倒吸至蒸汽发生器中，腐蚀机件或电热管。
- 4、NaOH 溶液在仪器内容易产生粘团现象，因此每天工作完毕必须认真清洗有关部位，NaOH 外接管要移入纯净水瓶（自备）内抽清几次，待下一次蒸馏时，须先排出 100mlNaOH，以防稀释 NaOH，影响测定结果。用干爽洁布擦净仪器。