

KDN-04、08、12、16(sx) 定氮消化炉操作说明书

序

我公司是国家粮食局粮油检测仪器的专业生产单位。三十多年来始终致力于“飞穗牌”粮油品质化验仪器、设备的开发和生产。主要产品：1、采用物理方法检测的仪器设备：如面筋测定仪、降落数值测定仪、白度测定仪、锤式旋风磨、验粉筛、筛选器等；2、采用化学方法检测的仪器设备：如各种定氮仪、粗脂肪测定仪、粗纤维测定仪、黄曲霉毒素测定仪等。广泛适用于粮油检验、食品和饲料检验、技术监督、检验检疫、农业科研、医药卫生、院校科研等单位。为使我国粮油检测设备逐步向国际标准化、自动化方向发展，我公司将不断研制新产品，配套生产各类检测仪器。为粮油品质检验工作服务。

我公司将以诚信为本，为广大用户提供优质的产品和优良的服务。

公司宗旨：**质量第一、用户至上。**

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作为粗蛋白含量，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，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。

我公司依据经典的凯氏定氮原理，吸收国内外同类检测设备的优点研制生产的 KDN-A、B、C、AA 蛋白质测定仪（定氮仪），主要由电加热消化炉和蒸馏器二大部分组成，KDN-04、08、12、16(sx) 数显定氮消化炉是在原调压控温的基础上改进设计生产的消化炉，一次可同时消化 4、8、12、16 个样品，具有显示清晰直观、控温便捷、精确、外型美观等特点，且耗时少、消化彻底，有害气体能有效回收、合理排放。

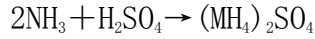
二 工作原理

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。消化装置采用电加热井式炉结构，温度由数显自动恒温控制表控制，温度均匀，消化彻底。

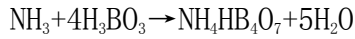
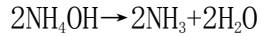
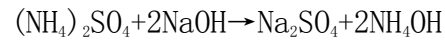
样品中含氮有机物经浓硫酸加热消化，然后有机物炭化成碳，碳将硫酸还原为 SO_2 ，本身则变为 CO_2 ， SO_2 使 N 还原为 NH_3 ，本身则氧化 S_2O_3 ，而消化过程中生成的 H_2 ，又加快了 NH_3 的形成，在反应过程中生成的 H_2O 和 S_2O_3 溢出，而 NH_3 则与 H_2SO_4 在溶液中结合成 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ，加入 NaOH 并蒸馏，使 NH_3 溢出，用 H_3BO_3 吸收后，用已知摩尔浓度的盐酸滴定，测出样品全氮含量，乘以氮与蛋白质的换算系数，即为粗蛋白质的含量。

消化过程主要反应如下：





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
测定数量	一次同时消化样品个数：4、8、12、16
测定时间	每批同时消化样品时间 45min
工作电源	AC220±10V 50Hz
额定功率	1.2、2.4、3.6、4.8KW
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	4 孔：605mm×210mm×180mm 8 孔：665mm×305mm×230mm 12 孔：685mm×375mm×230mm 16 孔：705mm×465mm×240mm
整机重量	4 孔：15kg 8 孔：24.5kg 12 孔：31kg 16 孔：39.5kg

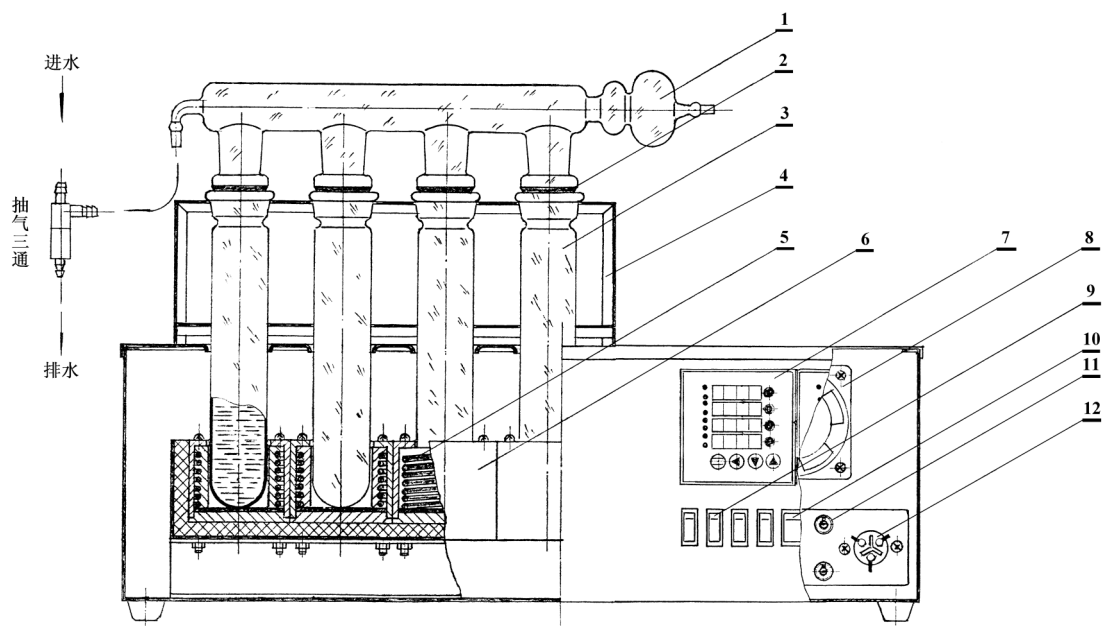
四 装箱清单

当您开箱时，请核点装箱单

- | | |
|---------|-----------------|
| 1、定氮消化炉 | 壹台（主件） |
| 2、消化管 | 4、8、12、16 根（附件） |
| 3、排气管 | 1、2、3、4 根（附件） |

4、抽气三通	1、2、 3、 4个 (附件)
5、优质管 ($\phi 6 \times \phi 11$) 4孔	1.5米 (附件)
($\phi 6 \times \phi 11$) 8孔	3米 (附件)
($\phi 6 \times \phi 11$) 12孔	4.5米 (附件)
($\phi 6 \times \phi 11$) 16孔	6米 (附件)
6、消化管架	壹套 (附件)
7、冷却架	壹套 (附件)
8、备用保险丝 (2A)	伍个 (备件)
(16孔 10A)	肆个 (备件)
9、电源插头线	壹根 (备件)
10、产品合格证	壹张
11、操作说明书	壹本

五 结构图



- | | | |
|----------|-------|---------|
| 1、排气管 | 5、电热丝 | 9、开 关 |
| 2、排气管密封圈 | 6、炉 芯 | 10、电源开关 |
| 3、消化管 | 7、温控表 | 11、保险丝 |
| 4、消化架 | 8、风 扇 | 12、电源插座 |

六 操作方法

1、仪器、用具：

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

2、试剂：

- (一) 硫酸 (GB625)：化学纯，含量 98%，无氮，比重 1.84。
- (二) 氢氧化钠 (GB629)：化学纯，400gNaOH 溶于 1000ml 蒸馏水中 (40%)。
- (三) 硼酸 (GB628)：分析纯，2gH₃BO₃ 溶于 100ml 蒸馏水中 (2%)。
- (四) 盐酸 (GB622)：分析纯，0.1N。
- (五) 催化剂：硒片 (定氮高效催化剂) 或硒+无水硫酸钠 (1：1000)
- (六) 指示剂：甲基红 (溶于乙醇配成 0.1% 乙醇溶液；溴甲酚绿溶于乙醇配成 0.5% 乙醇溶液，二种溶液等体积临时混合备用)。

3、样品制备：

- (一) 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。
- (二) 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：

- (一) 称取经粉碎且通过 40~60 目的试样 0.5~1g (视含氮量而定)，精确到 0.0002，干净无损地移入已洗净且烘干的消化管 (3) 中，加催化剂一片和 10ml 硫酸。
- (二) 将消化管 (3) 分别放入消化架 (4) 各个孔内，然后置于消化炉上。
- (三) 连接抽气三通 (如结构图所示)，打开进水阀 (自来水龙头)。
- (四) 接通电源开关 (10)，在加热初始阶段须注意观察，防止试样因急速沸腾而飞溅，温度设定应略低于正常值，如设定在 400 度。
- (五) 温度设置：
 - (1) 04、12、16 孔消化炉用一只温控表控制，04 中的四只电炉由温控表上

的 CH1、CH2、CH3、CH4 四路分别控制。12 孔中的电炉分三组，每组四只，由开关 A、B、C 及温控表上的 CH1、CH2、CH3 分别控制，CH4 显示的常温。16 孔中的电炉分成四组，由开关 A、B、C、D 及温控表上的 CH1、CH2、CH3、CH4 分别控制。

(2) 08 孔消化炉的八个电炉由八只开关 (A1~A4、B1~B4) 及二只温控表上的 CH1~CH4 分别控制。

(3) 消化炉出厂调试检验时，一般温度都已经设定在 400℃，用户可根据不同的环境、不同样品的需要修改℃参数。如需要设定 04、08 中的一只或 12、16 中的一组电炉的温度可按相对应的温控仪的 CH1~CH4 三秒，进入通道菜单项 (二级菜单) 出现 SP (1~4) 参数。例如：按 CH1 三秒后，仪表的第一项 (第一条显示窗) 显示 SP1，第二条显示窗显示温度值 400 (出厂时设定的值)。按△、▽键可减少或增加温度值，然后按 SET 键七次，使仪表的四条显示窗同时显温度值，至此，第一只或第一组电炉的温度值设定完成。设定第二组的温度时，按 CH2 三秒后，仪表还在第一条显示窗显示，但显示的是 SP2，还在第二条显示窗显示温度值 400，此时，按△、▽键就可修改温度值，然后按 SET 键七次，使四个显示窗同时显示温度值，至此，第二只或第二组电炉的温度参数设定完成，其余依次类推。

(4) 设定温度低于室温，电炉不加热，仪表只显示室温。例如：04 消化炉只需做 1 个或 2 个样品，只需把其中的三只或二只电炉的温度设定为低于室温即可，其它如 08、12、16 只需关闭相应的开关。

(5) 在设定温度过程中，因误操作，搞乱了温控表出厂时的默认值，使消化炉无法正常工作 (如该升温的不升温，不该升温的升温过高等)，就应该按附录中的提示及表格中的参数，逐一恢复到温控表的出厂默认设置，然后再按(1)~(4)的方法步骤分别设定。

(6) 错误信息

当仪表窗口显示“HH 或 LL”时，请检查传感器接线是否正确。

(6) 保持消化管中液体连续沸腾，沸酸在瓶颈部下冷凝回流，待溶液消煮至无微小碳粒，呈兰绿色时继续消煮 30~40min。

(七) 消化结束将消化架连同消化管、排气管一起移到冷却架（白色），冷却至室温，注意在冷却过程中排气管（1）必须保持吸气状态（切忌将消化管放入水中冷却）。防止废气溢出。

(八) 蒸馏：（详见定氮蒸馏器操作说明书）。

(九) 滴定：用标定的盐酸溶液对吸收氨后的接收液进行滴定，溶液由兰绿色变为灰紫色为终点。

(十) 空白测定：用 0.1g 糖代替样品或不加样品作空白测定。

5、测定结果计算：

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

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---每毫克当量氨的克数；

6.25---氨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 附录：数显温控表的设置

1、一级菜单设置

按功能键（SET 键）3 秒，进入一级菜单，此时“第 1 路显示窗”和“第



2 路显示窗”分别显示参数符号和参数值，可分别按（移位键）、△、▽三键来更改参数值，修改完后按 SET 键保存进入下一个参数；同样方法修改其它参数。

2、 二级菜单设置

各通道参数分别按 CH1、CH2、CH3、CH4 三秒进入相应的通道菜单项，可按 △、▽三键来更改参数值修改完成后按 SET 键保存进入下一个参数；各参数见下表：

序号	提示符	名称	设定范围	说明	出厂值	
一级菜单	0	LOCK	密码锁	0~50	密码锁为 18 时, 允许修改所有参数, 不为 18 时禁止修改所有参数	18
	1	Sn	输入规格	0~4	CU50、Pt100、K、E、J	K
	2	ALP	报警定义	0~6	0: 无报警; 1: 上限报警 2: 下限报警; 3: 上上限报警 4: 下下限报警; 5: 区间外报警 6: 区间内报警	0
	3	t	输出周期	0~120s	设定继电器控制时的动作周期	10s
	4	dp	小数点位置	0~1	0. 无小数点; 1. 有小数点	0
	5	P-SH	设定值上限	P-SL~满量程	此参数限制了设定值的上限	1300
	6	P-SL	设定值下限	量程起点~ P-SH	此参数限制了设定值的下限	0
	7	OPB	副输出方式	0~2	0. 无付输出; 1. RS485 串口通讯 2. 带微机功能	0
二级菜单 各通道对应的参数设定	10	SP+N(1~4)	N 通道控制点设定	范围由 P-SL、P-SH 决定	每一通道控制点温度设定参数	随机
	11	AL+N	报警设定值	范围由 P-SL、P-SH 决定	由 AL-P 参数决定报警方式	随机
	12	SC+N	误差修正值	±20.0	传感器的误差修正值	0
	13	P+N	比例系数	0~100	比例带 = $P \times 2.0^{\circ}\text{C}$ 其决定了系统比例增益的大小, P 越大, 比例的作用越小, 过冲越小, 但太小会增加升温时间 P=0 时, 转为二位式控制	8
	14	I+N	积分时间	0~3000	设定积分时间, 以解除比例控制所发生之残余偏差, 太大会延缓系统达到平衡的时间, 太小会产生波动	240
	15	d+N	微分时间	0~200s	设定微分时间, 以防止输出的波动, 提高控制的稳定性	30
	16	Hy+N	主控回差	0.1~50.0	只有二位式控制时才由意义	1.0
	17	At+N	自整定参数	0~1	0: 关闭自整定 1: 开启自整定	0

八 维护保养

- 1、仪器应放置在通风干燥、牢固的平台上。
- 2、仪器使用处应备有与仪器相应功率的电源插座及配套断电器。
- 3、每次工作完毕必须清洗试管及仪器，经常保持清洁、干燥及完整。

九 为您服务

1、三包服务

1) 自用户购货之日起一年内，当您按照使用说明书要求正常使用本仪器时，机件（非易损件）确因制造不良而损坏或质量达不到规定的技术要求，我公司凭用户购买发票或复印件负责保修、包换、包退；

2) 我公司产品享受终身服务修理。

2、建立用户档案

当您购到设备后，请按下列表格式样要求填写一档案卡寄回我公司技术开发部，便于我们保持联系并向您提供技术服务。

KDN-04、08、12、16 (sx) 定氮消化炉用户档案卡

用户名称					
详细地址					
联系人姓名		电话		邮编	
设备名称					
您的意见					
启用（购买）日期					