

中华人民共和国国家标准

# 淀粉及其衍生物氮含量 测定方法

GB 12091—89

Method for determination of nitrogen content  
in starches and derived products

本标准参照采用国际标准ISO 3188—1978《淀粉及其衍生物氮含量测定滴定法》和ISO 5378—1978《淀粉及其衍生物氮含量测定分光光度法》。

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了凯氏滴定法测定淀粉及其衍生物的氮含量的方法，适用于氮含量大于0.01% (m/m) 的淀粉及其衍生物样品；规定了分光光度法测定淀粉及其衍生物的氮含量的方法，适用于氮含量小于0.025% (m/m) 的淀粉及其衍生物样品。

## 2 术语

氮含量：淀粉及其衍生物样品中水解产生的游离氨基酸和含氮化合物的氮含量。以样品氮重量对样品原重量的重量百分比来表示。

## 第一篇 凯氏滴定法

## 3 原理

在催化剂存在下，用硫酸裂解淀粉及其衍生物，然后碱化反应产物，并进行蒸馏使氨释放。同时用硼酸溶液收集，再用已标定的硫酸溶液滴定，得到硫酸体积耗用数即能转化成氮含量。

## 4 试剂

在测定过程中，只可使用分析纯的试剂和蒸馏水，或至少纯度相当的水。

- 4.1 浓硫酸：96% (m/m)、 $\rho_{20}$ 为1.84g/mL。
- 4.2 氢氧化钠溶液：40% (m/m)、 $\rho_{20}$ 为1.43g/mL。
- 4.3 硼酸溶液：20g/L。
- 4.4 催化剂：由97g硫酸钾和3g无水硫酸铜组成。
- 4.5 硫酸：约0.02mol/L或0.1mol/L的标准溶液。
- 4.6 指示剂：由二份在50% (V/V) 乙醇溶液中的中性甲基红、冷饱和溶液与一份在50% (V/V) 乙醇溶液中浓度为0.25g/L亚甲蓝溶液混合而成。配制之后贮入棕色玻璃瓶内。

## 5 仪器

普通实验室仪器，特别需要的有：

- 5.1 凯氏烧瓶：容量一般为500~800mL之间。
- 5.2 消化架：能使凯氏烧瓶以倾斜位置加热，并且仅使液面以下的瓶壁受热。
- 5.3 排气装置：能使凯氏烧瓶内溶液在消化时，有害气体不弥漫在室内。

国家技术监督局1989-12-29批准

1990-08-01实施

**5.4** 凯氏定氮蒸馏装置：由抽空蒸馏瓶、蒸气容入管、冷凝管、小漏斗、300mL锥形烧瓶、1 000mL圆底烧瓶组成。

**5.5** 滴定管：0.05mL刻度的25mL或0.01mL刻度的10mL酸式滴定管。

**5.6** 研钵。

**5.7** 筛子：筛眼孔径为0.6mm。

**5.8** 分析天平。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品的准备

所测样品应充分混合，放在密封干燥的容器内。对葡萄糖浆，在混合前应先除去表层约5mm。对块状样品必须研磨（5.6），使之全部过筛（5.7），不留下剩余样品。

### 6.2 样品量

称取至多为10g样品（6.1），精确至0.001g，然后倒入干燥凯氏烧瓶（5.1）内，注意不要将样品沾在瓶颈内壁上。

对粘状或糊状样品，则可用一个小玻璃盛器或不产生氮的铝片纸或塑料上称重，或氮含量已知的盛器。盛品留在瓶内，如盛器产生氮的话，应做空白测定（6.6）后折算。

### 6.3 裂解

加入催化剂（4.4）10g，并用量筒加入体积为4倍样品重量计算的毫升浓硫酸（4.1）。

轻轻摆动烧瓶，混合瓶内样品，直至团块消失，样品完全湿透，加入防沸物（如玻璃珠）。烧瓶放到消化架（5.2）上，装上排气装置（5.3），开始加热裂解。

小心加热液体，使之逐渐沸腾，待液体澄清后继续加热1h。

### 6.4 蒸馏和滴定

将烧瓶内液体冷却，通过漏斗定量移入定氮蒸馏装置（5.4）的蒸馏瓶，并用水冲洗几次，直至蒸馏瓶内溶液总体积约200mL。注意蒸馏器应预先蒸馏，将氨洗净。

调节定氮蒸馏装置（5.4）的冷凝管下端，使之恰好碰到300mL锥形烧瓶的底部，该瓶内已有硼酸溶液（4.3）25~50mL和2~3滴指示剂（4.6）。

再通过漏斗加入100~150mL的氢氧化钠溶液（4.2），使裂解后溶液碱化。注意漏斗颈部不能被排空，保证有液封。

打开冷凝管的冷凝水，开始蒸馏。在此过程中，保证产生的蒸汽量恒定。用20~30min收集到锥形瓶内液体约有200mL时，即可停止蒸馏。

降下锥形瓶，使冷凝管离开液面，让多余冷凝水再滴入瓶内，再用水漂洗冷凝管末端，水也滴入瓶内。保证释放氨定量进入锥形瓶，瓶内液体已呈绿色。

用10或25mL的滴定管（5.5）和已标定的硫酸溶液（4.5）滴定瓶内液体，直至颜色变为紫红色，读下耗用硫酸标准溶液的毫升数。

### 6.5 测定次数

对同一样品（6.1）进行二次测定。

### 6.6 空白测定

用试剂作空白测定，如样品盛器含氮，则应将盛器进行空白测定。

## 7 结果的表示

### 7.1 计算方法

淀粉及其衍生物的氮含量是以样品氮重量对样品原重量的重量百分比表示，为