

GB/T 14489.2—2008

油料中氮换算成蛋白质的平均系数为:大豆,5.71;芝麻,5.30;葵花籽,5.30;花生,5.46;其他,6.25。

11 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果允许误差为:

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%。

GB/T 14489.2—2008

ICS 67.200
B 33

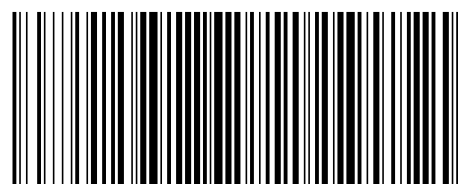


中华人民共和国国家标准

GB/T 14489.2—2008
代替 GB/T 14489.2—1993

粮油检验 植物油料粗蛋白质的测定

Inspection of grain and oils—Determination of crude protein in oilseeds



GB/T 14489.2—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-35586

定价: 10.00 元

2008-11-04 发布

2009-01-20 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

集瓶内,然后停止蒸馏。

注: 8.1.2.1 和 8.1.2.2 蒸馏法测定结果相近,可任选一种。

8.1.3 滴定

用 8.1.2.1 或 8.1.2.2 法蒸馏后的吸收液立即用盐酸标准溶液滴定,以溶液由蓝绿色变成灰红色为终点。

8.1.4 蒸馏、滴定操作步骤的检查

准确称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)硫酸铵(5.8),代替试样,按 8.1.2 或 8.1.3 进行操作,测得的硫酸铵含氮量应为 21.19%±0.2%,否则应检查加碱、蒸馏和滴定各步骤是否正确。

8.2 仪器法

8.2.1 试样的消煮

称取 0.5 g~1 g 试样(含氮量 5 mg~80 mg)准确至 0.000 2 g,放入消化管中,加 2 片消化片(仪器自备)或 6.4 g 混合催化剂,12 mL 硫酸,于 420 °C 下的消煮炉上消化至消化液呈透明的蓝绿色,然后再继续加热,至少 0.5 h~1 h,取出冷却后加入 30 mL 蒸馏水。

8.2.2 蒸馏

采用全自动定氮仪(6.11)时,按仪器本身常量程序进行测定。

采用半自动定氮仪(6.11)时,将带消化液的管子插在蒸馏装置上,用 25 mL 硼酸溶液(5.4)为吸收液,加入 2 滴混合指示剂(5.5),蒸馏装置(6.11)的冷凝管末端要浸入装有吸收液的收集瓶内,然后向消煮管中加入 50 mL 氢氧化钠溶液(5.3)进行蒸馏。蒸馏时间以吸收液体积达到 100 mL 时为宜。降下收集瓶,用蒸馏水冲洗冷凝管末端,洗液均需流入收集瓶内。

8.2.3 滴定

用盐酸标准溶液滴定吸收液,以溶液由蓝绿色变成灰红色为终点。

8.2.4 蒸馏、滴定操作步骤的检查同 8.1.4。

9 空白试验

称取约 0.5 g 蔗糖代替试样,人工法按 8.1 操作步骤进行空白测定,仪器法按 8.2 操作步骤进行空白测定。

消耗盐酸标准溶液的体积不得超过 0.2 mL。

10 结果计算

试样中粗蛋白质的含量(以质量分数计)按式(1)计算。

X = (V1 - V0) × c × 0.014 0 × f / (m × V/V') × 100(1)

式中:

- X——粗蛋白质的含量(以质量分数计),%;
V1——滴定试样时所需标准酸溶液体积,单位为毫升(mL);
V0——滴定空白时所需标准酸溶液体积,单位为毫升(mL);
c——所用盐酸标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
m——试样质量,单位为克(g);
V——试样分解液总体积,单位为毫升(mL);
V'——试样分解液蒸馏用体积,单位为毫升(mL);
0.014 0——与盐酸标准溶液相当的、以克表示的氮的质量(g);
f——氮换算成蛋白质的平均系数。

中华人民共和国
国家标准
粮油检验 植物油料粗蛋白质的测定
GB/T 14489.2—2008

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2009 年 1 月第一版 2009 年 1 月第一次印刷
书号: 155066·1-35586 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

- 6.1 分析天平:分度值 0.000 1 g。
- 6.2 粉碎机:易清理,适合各种油料,并且在粉碎过程中不会使物料受热,对试样的水分、挥发物及油含量没有影响。
- 6.3 消化炉或电炉。
- 6.4 凯氏烧瓶:250 mL。
- 6.5 凯氏蒸馏装置:常量直接蒸馏式或半微量水蒸气蒸馏式。
- 6.6 容量瓶:100 mL。
- 6.7 消化管:250 mL。
- 6.8 移液管和量筒。
- 6.9 收集瓶:150 mL、250 mL。
- 6.10 滴定管:酸式。
- 6.11 定氮仪:基于凯氏定氮原理的各类型半自动、全自动蛋白质测定仪。

7 试样制备

- 7.1 扦样、分样按 GB 5491 执行。
- 7.2 大豆、花生等大粒油料试样采用机械粉碎,有壳油料应先去壳后再机械粉碎(6.2)。
- 7.3 亚麻籽、油菜籽、大麻籽等小籽粒,以及葵花籽等带壳小籽粒去壳后的油籽仁在分析前可以不粉碎。

8 操作步骤

8.1 人工法

8.1.1 试样消化

称取试样 0.5 g~1 g(含氮量 5 mg~80 mg),准确至 0.000 2 g,无损失地放入凯氏烧瓶(6.4)中,加入 6.4 g 混合催化剂与试样混合均匀,再加入 12 mL 硫酸和 2 粒玻璃珠,充分混匀,保证试样完全被硫酸浸湿。

将上述烧瓶置于通风橱内的电炉上加热。不时旋摇,炭化至泡沫消失,然后加大火力至消化液呈透明的蓝绿色,再继续加热 1 h~2 h。

8.1.2 蒸馏

8.1.2.1 常量蒸馏法

将消化液(8.1.1)冷却,加入 50 mL~100 mL 蒸馏水,摇匀,完全溶解硫酸盐,冷却,加入 2 粒沸石。将盛有 25 mL 硼酸溶液(5.4)和 2 滴混合指示剂(5.5)的收集瓶放在冷凝管下,使冷凝管的下口浸入液面下。

沿烧瓶壁小心注入氢氧化钠溶液(5.3)50 mL,立即与蒸馏装置(6.5)相连,加热蒸馏,使蒸气通过冷凝管进入收集瓶内,直至馏出液体积约为 150 mL,降下收集瓶。使冷凝管下口离开液面,继续蒸馏 1 min,用蒸馏水冲洗冷凝管下口,洗液一并收入吸收瓶中,停止蒸馏。

8.1.2.2 半微量蒸馏法

将试样消化液(8.1.1)冷却,加入 20 mL 蒸馏水,转入 100 mL 容量瓶中,冷却后用水稀释至刻度线,摇匀,作为试样分解液。将半微量蒸馏装置(6.5)的冷凝管末端浸入装有 20 mL 硼酸溶液(5.4)的吸收液和 2 滴混合指示剂(5.5)的收集瓶内。蒸汽发生器(6.5)的水中应加有甲基红指示剂(5.10)数滴,硫酸数滴,在蒸馏过程中保持此液为橙红色,否则需补加硫酸。准确移取试样分解液 10 mL~20 mL 注入蒸馏装置(6.5)的反应室中,用少量蒸馏水冲洗进样入口,塞好入口玻璃塞,再加 10 mL 氢氧化钠溶液(5.3),小心提起玻璃塞使之流入反应室,将玻璃塞塞好,且在入口处加水密封,防止漏气。蒸馏 4 min 降下收集瓶使冷凝管末端离开吸收液面,再蒸馏 1 min,用蒸馏水冲洗冷凝管末端,洗液均流入收

前 言

本标准是对 GB/T 14489.2—1993《油料粗蛋白质的测定法》的修订。

本标准与 GB/T 14489.2—1993 的主要技术差异如下:

- 修改了规范性引用文件;
- 增加并修改了有关术语和定义;
- 修订了试剂和仪器说明;
- 修订了试样制备;
- 增加了半微量法和仪器法;
- 增加了蒸馏步骤的检验;
- 修订了结果计算。

本标准自实施之日起代替 GB/T 14489.2—1993。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:国家粮食储备局无锡科学研究设计院、东海粮油工业(张家港)有限公司。

本标准主要起草人:秦卫国、张春辉、褚丽霞、王岚、王玉明、周人楷。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14489.2—1993。