



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

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

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

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。

粮油检验 植物油料粗蛋白质的测定

1 范围

本标准规定了植物油料粗蛋白质测定的术语和定义、原理、试剂、仪器、试样制备、操作步骤和结果计算。

本标准适用于植物油料粗蛋白质的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

粗蛋白质含量 crude protein content

在本标准规定的条件下,测定植物油料中氮的含量,换算得到粗蛋白质含量。

4 原理

在催化剂存在下,用硫酸消化试样中的有机物,使含氮物转化成硫酸铵。再加入强碱并蒸馏使氨逸出,用硼酸吸收氨,用标准酸滴定计算含氮量,乘以相应的蛋白质换算系数计算出粗蛋白质含量。

5 试剂

所有试剂应是无氮化合物,其纯度为分析纯,所用的水应是蒸馏水。

5.1 硫酸:18 mol/L。

5.2 混合催化剂:0.4 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),6 g 硫酸钾或硫酸钠,磨碎混匀。

5.3 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=400 \text{ g/L}$,400 g 氢氧化钠加水溶解并定容至 1 000 mL。

5.4 硼酸溶液: $c(\text{H}_3\text{BO}_3)=20 \text{ g/L}$,20 g 硼酸加水溶解并定容至 1 000 mL。

5.5 混合指示剂:1 份 1 g/L 甲基红乙醇(95%)溶液与 5 份 1 g/L 溴甲酚绿乙醇(95%)溶液均匀混合。

5.6 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$,盐酸标准溶液配制和标定按 GB/T 601 执行。

5.7 蔗糖。

5.8 硫酸铵:干燥。

5.9 硼酸吸收液:10 g/L 硼酸溶液 1 000 mL,加入 1 g/L 溴甲酚绿乙醇(95%)溶液 10 mL,1 g/L 甲基红乙醇溶液 7 mL,400 g/L 氢氧化钠溶液 0.5 mL,混合,置阴凉处,保存期为一个月(全自动程序用)。

5.10 甲基红指示剂:0.1 g 甲基红溶于 100 mL 乙醇(95%)。

6 仪器

实验室常用仪器设备和以下特殊仪器:

- 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

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。

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0.014 0 \times f}{m \times \frac{V'}{V}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X——粗蛋白质的含量(以质量分数计), %;
- V_1 ——滴定试样时所需标准酸溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——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。

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。

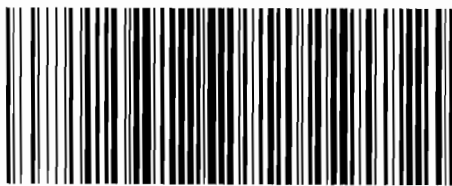
11 重复性

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

版权专有 侵权必究

*

书号：155066·1-35586

定价：10.00 元