

中华人民共和国国家标准

GB/T 22427.10—2008/ISO 3188:1978
代替 GB/T 12091—1989

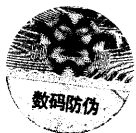
淀粉及其衍生物氮含量测定

Starches and derived products—Determination of nitrogen content

(ISO 3188:1978, Starches and derived products—Determination of nitrogen content by the Kjeldahl method—Titrimetric method, IDT)

2008-10-19 发布

2009-03-01 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

前 言

本标准等同采用 ISO 3188:1978《淀粉及其衍生物氮含量的测定 凯氏滴定法》(英文版),其内容和结构与 ISO 3188:1978 一致,仅做了编辑性修改。

本标准代替 GB/T 12091—1989《淀粉及其衍生物氮含量测定方法》。

本标准 and GB/T 12091—1989 相比主要修改如下:

- 标准名称改为《淀粉及其衍生物氮含量测定》;
- 本标准取消了分光光度计法,以凯式滴定法为测定方法;
- 完善了标准格式,按国际单位制规范了单位;
- 删去脚注;
- 删去正文 6.3 中“任何在 ISO 1871 中提到的适合于控制测定的仪器设备都可使用”;
- 增加了“9 实验报告”。

本标准由中国商业联合会提出并归口。

本标准起草单位:中国商业联合会商业标准中心、江南大学食品学院、中国淀粉工业协会变性淀粉专业委员会、罗盖特(中国)精细化工有限公司、北海宏泉淀粉科技有限公司、苏州高峰精细化工有限公司、云南润凯淀粉有限公司。

本标准主要起草人:顾正彪、洪雁、程力、陈洪兴、顾娟、张旭桢、赖星光、庞艳生、杜银仓、靳晓蕾。

淀粉及其衍生物氮含量测定

1 范围

本标准规定了凯氏滴定法测定淀粉及其衍生物氮含量的方法。

本标准适用于氮含量(质量分数)大于0.01%的淀粉及其衍生物样品。

注意:没有添加过含氮物质的淀粉及其衍生物中,氮基本是以蛋白质和(或)氨基酸的形式存在的。

注:假如所测定产品的氮含量(质量分数)小于0.025%,则按ISO 5378的方法进行测定。

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。

ISO 5378 淀粉及其衍生物 凯氏法测定氮含量 分光光度法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

氮含量 nitrogen content

根据本标准规定方法得到的氮含量。包括淀粉及其衍生物样品中游离氨基酸、水解产生氨基酸的化合物和铵类化合物的氮含量,但不包括硝酸盐和硝酸根中所含的氮。

4 原理

在催化剂作用下,用硫酸消化淀粉及其衍生物,氢氧化钠碱化反应物,并进行蒸馏使氨释放,同时用硼酸溶液吸收后,用已标定的硫酸标准溶液滴定。

5 试剂

应使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

5.1 浓硫酸:96%(质量分数), $\rho_{20}=1.84$ g/mL。

5.2 氢氧化钠溶液: $c=30\%$ (质量分数), $\rho_{20}=1.33$ g/mL。

注:溶液浓度可以大于1.33 g/mL。

5.3 硼酸溶液: $c=20$ g/L。

5.4 混合催化剂:由硫酸钾和无水硫酸铜按照不同的比例混合而成,如由97 g硫酸钾和3 g无水硫酸铜组成。

5.5 硫酸标准溶液: $c=0.01$ mol/L 或 0.05 mol/L。

5.6 指示剂:由两份中性甲基红冷饱和溶液与一份浓度为0.25 g/L的亚甲基蓝溶液混合而成,贮于棕色玻璃瓶内。中性甲基红冷饱和溶液和0.25 g/L的亚甲基蓝溶液均由50%(体积分数)的乙醇配制。

6 仪器

6.1 凯氏烧瓶:容量在500 mL~800 mL之间,瓶颈处可放置一个小漏斗。

6.2 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。

- 6.3 凯氏定氮装置:有一个 200 mL 的漏斗和防溅球管,后者可把凯氏烧瓶和冷凝器相连。
- 6.4 滴定管:0.05 mL 刻度的 25 mL 或 0.01 mL 刻度的 10 mL 酸式滴定管。
- 6.5 研钵或机械磨。
- 6.6 筛子:筛面孔径为 0.6 mm。
- 6.7 分析天平。

7 操作方法

7.1 样品预处理

充分快速地混匀样品。

7.2 取样

根据样品含氮量称取至多 10 g 样品(7.1),精确至 0.001 g,然后倒入干燥的凯氏烧瓶(6.1)内,注意不要将样品沾在瓶颈内壁上。对粘状或糊状样品,则可选择在不产生氮的玻璃盛器、铝片或塑料上称重,亦可使用氮含量已知的盛器称重,如盛器产生氮,应做空白测定(7.6)后折算。

7.3 消化

加入催化剂(5.4)10 g,并用量筒加入适量的浓硫酸(5.1)(加入量=20+4×样品质量,以毫升计),浓硫酸沿瓶颈内壁流下。轻轻摆动烧瓶,混合瓶内样品,直至团块消失,样品完全湿透后加入防沸物(如玻璃珠)以防暴沸,把小漏斗放置于瓶颈处,烧瓶放到消化架(6.2)上开始加热消化。小心加热液体,使之逐渐沸腾,待液体澄清以后继续加热 1 h。如果用气体加热消化设备,保证火苗不超过烧瓶内装有液体的部位,以防氮损失。

7.4 蒸馏和滴定

将烧瓶内液体冷却,定量转入蒸馏瓶中,并用水冲洗几次,小心地加入 50 mL~200 mL 水(根据蒸馏瓶大小决定),混合瓶内物,将烧瓶接上预先除去氮的蒸馏装置。

将硼酸溶液(5.3)25 mL~50 mL 和 3 滴~5 滴指示剂(5.6)加入到 500 mL 锥形瓶中,调节定氮蒸馏装置的冷凝管下端,使之恰好碰到 500 mL 锥形瓶的底部,再通过漏斗加入 150 mL~200 mL 的氢氧化钠溶液(5.2),使消化液碱化。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。瓶中指示剂立刻显示碱性颜色。在此过程中,保证产生的蒸汽量恒定。停止加热,降下锥形瓶,使冷凝管离开液面,让多余冷凝液再滴入瓶内,用水冲洗冷凝管末端,水也滴入瓶内,瓶内液体呈绿色。

用 10 mL 或 25 mL 的滴定管(6.4)和用已标定的硫酸标准溶液(5.5)滴定瓶内液体,直至颜色变为紫红色,读取耗用硫酸标准溶液的毫升数。

7.5 测定次数

应进行平行实验。

7.6 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。

8 结果计算

淀粉及其衍生物的氮含量是以质量分数表示,计算公式见式(1)。

$$X = \frac{1.401 \times c \times (V_1 - V_0)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——样品氮含量,单位为克每百克(g/100 g);
- c——标准硫酸溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V₁——样品测定耗用硫酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白测定耗用硫酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——样品的质量,单位为克(g)。

当平行实验测定所耗用的硫酸标准溶液体积差不超过 0.1 mL 时,取平行实验的算术平均值为结果。否则重复实验。

9 实验报告

实验报告应列出:

——实验方法;

——实验得到的结果;

——进行重复性实验而得到的两种实验结果。

还应列出所有未列出的操作环节以及任何偶然可能影响实验结果的环节。

实验报告应包括完全测试试样必需的所有信息。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
淀 粉 及 其 衍 生 物 氮 含 量 测 定
GB/T 22427.10—2008/ISO 3188:1978

*

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

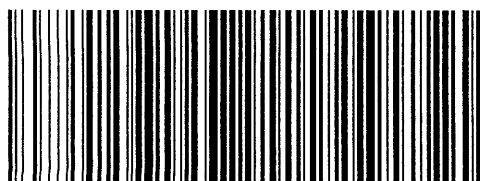
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

*

书号:155066·1-35203 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



GB/T 22427.10-2008