

宣贯“中国质量万里行”活动专题检索资料之八

粮食·油类·淀粉及食品原料技术标准

本手册限情报
网内部使用，
不作销售

西南经济技术信息研究所
中国·成都

目 录

1. 淀粉类:

GB12086—89	淀粉灰分测定方法	(1)
GB12087—89	淀粉水测定方法	(3)
GB12088—89	淀粉总脂肪测定方法	(5)
GB12089—89	淀粉及其衍生物硫酸灰分测定方法	(8)
GB12090—89	淀粉及其衍生物酸度测定方法	(11)
GB12091—89	淀粉及其衍生物氮含量测定方法 凯氏分光光度法	(13)
GB12092—89	淀粉及其衍生物含量磷总含量测定方法	(18)
GB12093—89	淀粉及其衍生物氯化物含量测定方法	(21)
GB12094—89	淀粉及其衍生物二氧化硫含量测定方法	(24)
GB12095—89	淀粉斑点测定方法	(28)
GB12096—89	淀粉细度测定方法	(30)
GB12097—89	淀粉白度测定方法	(32)
GB12098—89	淀粉粘度测定方法	(34)
GB12099—89	淀粉水解产品还原力和葡萄糖当量测定方法	(36)
GB12100—89	淀粉水解产品含水量测定方法	(40)
GB12101—89	葡萄糖干燥失重测定方法	(46)
GB12102—89	葡萄糖浆干物质测定方法	(48)
GB9826—88	小麦粉破损淀粉测定法 α -淀粉酶法	(52)

2. 粮食类:

GB8231—87	高粱	(59)
GB8232—87	粟(谷子)	(61)
GB8607—88	高筋小麦粉	(63)
GB8608—88	低筋小麦粉	(65)
GB8609—88	发酵业用甘薯片	(67)
GB8610—88	淀粉业用甘薯片	(69)
GB8611—88	油脂业用大豆	(71)
GB8612—88	豆制品业用大豆	(73)
GB8613—88	淀粉业用玉米	(75)
GB8614—88	发酵业用玉米	(77)
GB8883—88	食用小麦淀粉	(79)
GB8884—88	食用马铃薯淀粉	(82)
GB8885—88	食用玉米淀粉	(85)
GB8886—88	淀粉原料	(88)
GB8887—88	淀粉分类	(91)

3. 工业及食用油类:

GB2716—88	食用植物油卫生标准	(96)
	食用氢化油卫生标准	(99)
	食用氢化、人造奶油卫生标准的分析方法	(101)
GB7653—87	大豆色拉油	(107)
GB7654—87	菜籽色拉油	(113)
GB8233—87	芝麻油	(115)
GB8234—87	蓖麻籽油	(119)
GB8235—87	亚麻籽油	(123)
GB8935—88	工业用猪油	(126)
GB8937—88	食用猪油	(129)
GB9849.1—88	花生色拉油	(133)
GB9849.2—88	棉籽色拉油	(135)
GB9849.3—88	葵花籽色拉油	(137)
GB9849.4—88	米糠色拉油	(139)
GB9850.1—88	花生高级烹调油	(141)
GB9850.2—88	棉籽高级烹调油	(143)
GB9850.3—88	葵花籽高级烹调油	(145)
GB9850.4—88	米糠高级烹调油	(147)
GB8615—88	浓香花生油	(149)
GB10464—89	葵花籽油	(151)

4. 进出口粮油制品:

ZBX10002—86	出口大米中二噁农、倍硫磷、杀螟松、对硫磷、 稻丰散、苯硫磷残留量检验方法	(154)
ZBX11008—86	进口泰国白大米、白糯米检验规程	(157)
ZBX11009—86	进口泰国玉米检验规程	(165)
ZBX11010—86	进口泰国绿豆检验规程	(169)

本标准参照采用国际标准ISO 3593—1981《淀粉灰分测定方法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定淀粉灰分的方法。

本标准适用于灰分不大于2%的原淀粉和变性淀粉，不适用于水解产品、氧化淀粉和含氯量大于0.2%（用氯化钠表示）的样品。

2 术语

淀粉灰分：淀粉样品灰化后得到的剩余物的重量。以样品剩余物重量对样品原重量或样品干基重量的重量百分比来表示。

3 原理

将样品在900℃高温下灰化，直到灰化样品的碳完全消失。得到样品的剩余物重量。

4 仪器

4.1 坩埚：由铂或其他在测定条件下不受影响的材料制成，容量为50mL。

4.2 干燥器：内有有效充足的干燥剂和一个多孔金属厚板或瓷板。

4.3 灰化炉：有控制和调节温度的装置，可提供 900 ± 25 ℃的灰化温度。

4.4 分析天平。

4.5 电热板或本生灯。

5 分析步骤

5.1 坩埚的准备

坩埚必须先用沸腾的稀盐酸洗涤，再用大量自来水洗涤，然后用蒸馏水漂洗。

将洗净坩埚置于灰化炉（4.3）内，在 900 ± 25 ℃下加热30min，并在干燥器（4.2）内冷却至室温，然后称重，精确至0.0001g。

5.2 样品的准备

样品应进行充分混合。

5.3 样品量

根据对灰分量的估计值，迅速称取样品2~10g，精确至0.0001g，将样品均匀分布在坩埚内，不要压紧。

5.4 预灰化

小心加热坩埚（如置于灰化炉口或电热板、本生灯上），直至样品完全碳化。

燃烧会产生挥发性物质，要避免自燃，自燃会使样品从坩埚中溅出而导致损失。

5.5 灰化

火焰一旦熄灭，即刻将坩埚放入炉内，将温度升高至900℃，并保持此温度直至剩余的碳全部消失

为止，一般1 h已足够。然后将盘和剩余物放入干燥器使之冷却至室温，并称重，精确至0.000 1g。
每次放入干燥器的坩埚不得超过四个。

5.6 测定次数

对同一样品(5.1)做二次测定。

6 结果的表示

6.1 计算方法

若灰分以样品剩余物重量对样品原重量的重量百分比表示，为

$$X_1 = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

若灰分以样品剩余物重量对样品干基重量的重量百分比表示，为

$$X_2 = \frac{m_1 \times 100}{m_0 (100 - H)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： X_1 ——样品灰分，%；

X_2 ——样品灰分（以干基计），%；

m_0 ——样品的原重量，g；

m_1 ——灰化后剩余物的重量，g；

H ——样品按GB 12087的规定方法测定的该样品的水分。

如允许差符合要求，取二次测定的算术平均值为结果。

结果保留二位小数。

6.2 允许差

分析人员同时或迅速连续进行二次测定，其结果之差的绝对值：

当灰分不大于1%时，应不超过平均结果的0.02%；当灰分大于1%时，应不超过平均结果的2%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国商业部提出。

本标准由上海淀粉技术研究所负责起草。

本标准主要起草人徐祖苗、徐志民、赵捷。

Method for determination of moisture
content in starches

本标准参照采用国际标准ISO 1666—1973《淀粉水分测定方法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了烘箱干燥测定淀粉水分的方法。

本标准适用于在130℃、1个大气压下淀粉化学性质稳定的淀粉样品。

2 术语

淀粉水分：淀粉样品干燥后损失的重量。以样品损失重量对样品原重量的重量百分比来表示。

3 原理

将样品放在温度为130~133℃，一个大气压的电加热烘箱内干燥90min，得到样品的损失重量。

4 仪器

4.1 分析天平。

4.2 金属碟：在测试条件下不受淀粉影响。碟表面应均匀分布测试样品，不得超过0.3g/cm²。其规格为直径55~65mm，高度15~30mm，壁厚约0.5mm。

4.3 恒温烘箱：电加热并有适当的空气循环，有控制装置可使测试样品周围空气和放置测试样品之架子的温度在130~133℃的范围内。

4.4 干燥器：内有有效充足的干燥剂和一个多孔金属厚板。

5 分析步骤

5.1 样品的准备

所测样品应充分混合后放在密封和防潮的容器内。取样后迅速密封，以备下次测试时再取。

5.2 样品量

金属碟（4.2）经130℃干燥和在干燥器（4.4）内冷却后，称取碟和盖子重量，精确至0.001g。把5±0.25g的充分混合样品倒入碟内，样品不能含有硬块和团状物，碟内部尽量最小暴露于外界。将样品均匀分布在碟底面上，盖上盖子即刻称重以确定测试物的重量，精确至0.001g。

5.3 测定

将盛有样品的碟放入已预热到130℃的干燥烘箱（4.3）中，盖可靠在碟子旁，在130~133℃范围内干燥90min。

完成之后，迅速盖上盖子放入干燥器中。

注：不应在干燥器中将碟叠放。

经30~45min后，碟在干燥器内冷却至室温。

将碟从干燥器内取出后2min内称重，精确至0.001g。

5.4 测定次数

对同一样品 (5.1) 进行二次测定。

6 结果的表示

6.1 计算方法

水分以样品损失重量对样品原重量的重量百分比表示, 为

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

式中: X ——样品水分含量, %;

m_0 ——干燥后空碟和盖的重量, g;

m_1 ——干燥前带有样品的碟和盖的重量, g;

m_2 ——干燥后带有样品的碟和盖的重量, g;

如允许差符合要求, 取二次测定的算术平均值为结果。

结果保留一位小数。

6.2 允许差

分析人员同时或迅速连续进行二次测定, 其结果之差的绝对值。该值应不超过平均结果的0.2%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国商业部提出。

本标准由上海淀粉技术研究所负责起草。

本标准主要起草人徐祖苗、徐志民、赵捷。

淀粉总脂肪测定方法

Method for determination of total fat in starches

本标准参照采用国际标准ISO 3947—1977《淀粉总脂肪测定方法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了溶剂抽提测定原淀粉、变性淀粉脂肪总含量的方法。

本标准适用于脂肪总含量低于1.5% (m/m) 的淀粉样品。

2 术语

淀粉脂肪总含量：淀粉样品中脂肪的全部含量。以样品剩余物重量对样品原重量的重量百分比来表示。

3 原理

通过煮沸的盐酸水解样品后，冷却凝聚不溶解的物质，即包括全部脂肪，再过滤进行分离、干燥，再通过溶剂抽提出全部脂肪。干燥后得到样品的总脂肪剩余物重量。

4 试剂

在测定过程中，只可使用分析纯的试剂和蒸馏水。

4.1 溶剂：n-己烷或石油醚（沸点范围为0~60℃）或四氯化碳（这些溶剂有毒，小心使用）。

4.2 盐酸： ρ_{20} 为1.18g/mL。

4.3 碘：0.001mol/L溶液。

4.4 亚砷酸：2g/L水溶液。

5 仪器

5.1 抽提器：如索氏抽提器。

5.2 抽提烧瓶：能密封连接抽提器（5.1）的下端。

5.3 圆盘过滤纸：孔径10 μ m。溶剂（4.1）中的可溶性物质能自由通过。

5.4 高效水冷式蛇型冷凝器：能密封连接抽提器（5.1）的上端。

5.5 电加热装置：有温度控制器。

5.6 水浴：温度在15~25℃。

5.7 沸水浴。

5.8 烘箱：温度能控制在 50 ± 1 ℃。

5.9 真空烘箱：温度能控制在 100 ± 1 ℃。

5.10 烧杯：容量为600mL。

5.11 干燥器：内有有效充足的干燥剂和一个多孔金属厚板。

5.12 分析天平。

6 分析步骤

6.1 样品的准备

样品应进行充分的混合。

6.2 样品量

根据脂肪总含量的估计值，称取样品25~50g，精确至0.1g，倒入烧杯（5.10）并加入100mL水。

6.3 水解

用200mL水混合100mL盐酸（4.2），并把该溶液煮沸，然后加到样品液（6.2）中。

加热此混合液至沸腾并维持5min。

将此混合液滴几滴入试管，使之冷却至室温，再加入一滴碘液（4.3），若无颜色出现，说明无淀粉存在，可按6.4所述进行。

若出现蓝色，须继续煮沸混合液，并用上述方法不断进行检查，直至确定混合液中不含淀粉为止。再按6.4所述进行。

6.4 分离凝聚物

将烧杯和内盛混合液置于水浴（5.6）中30min，不时地搅拌，以确保温度均匀，使脂肪析出。

用滤纸（5.3）过滤冷却后的混合液，再用几片干滤纸片将粘附于烧杯内壁脂肪取出，一起加到滤纸中，并将冲洗烧杯的水也倒入滤纸中进行过滤，确保定量。

在室温下用水冲洗被分离出的凝聚物 and 那几片滤纸，直至滤液对甲基橙指示剂（4.4）呈中性。

折叠含有凝聚物的滤纸和那几片滤纸，放在表面皿上在 50 ± 1 ℃的烘箱内烘3h。

6.5 脂肪的抽提

将已烘干的内含凝聚物的滤纸用新的一张滤纸包密闭，然后放入抽提器（5.1）中。

将约50mL溶剂（4.1）倒入预先烘干并称重精确至0.001g的抽提烧瓶（5.2）内，烧瓶与抽提器密封相连。再将冷凝器（5.4）密封相连接于抽提器上端，打开开关，使冷凝水进入冷凝器。

确保抽提器与其他各部紧密相连，以防止在抽提过程中溶剂的损失。

控制好温度，使每分钟能产生被冷凝溶剂150~200滴，或每小时虹吸循环7~10次，连续抽提3h。

拆下装有被抽提出的脂肪的烧瓶，将其浸入沸水浴（5.7）中，蒸出烧瓶内几乎全部的溶剂，然后将烧瓶放入真空烘箱（5.9）内1h，温度控制在 100 ± 1 ℃。再把烧瓶放入干燥器（5.11）内，使之冷却至室温，称重，精确至0.001g。

延长干燥抽提物的时间，会导致由于脂肪的氧化而得到偏高的结果。

6.6 测定次数

对同一样品（6.1）进行二次测定。

7 结果的表示

7.1 计算方法

脂肪总含量以样品剩余物重量对样品原重量的重量百分比表示，为

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

式中：X——样品总脂肪含量，%；

m_0 ——样品的原重量，g；

m_1 ——空抽提烧瓶的重量，g；

m_2 ——抽提并干燥后抽提烧瓶和脂肪的总重量，g。

如允许差符合要求，取二次测定的算术平均值为结果。

结果保留二位小数。

7.2 允许差

分析人员同时或迅速连续进行二次测定，其结果之差的绝对值。该值应不超过平均结果的5%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国商业部提出。

本标准由上海淀粉技术研究所负责起草。

本标准主要起草人徐祖苗、徐志民、赵捷。

淀粉及其衍生物硫酸化 灰分测定方法

GB 12089—89

Method for determination of sulphated ash in starches and derived products

本标准参照采用国际标准ISO 5809—1982《淀粉及其衍生物硫酸化灰分测定方法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定淀粉及其衍生物硫酸化灰分的方法。

本标准适用于淀粉及其衍生物样品。

2 术语

淀粉及其衍生物硫酸化灰分：样品加入硫酸后进行灰化得到剩余物的重量。以样品剩余物的重量对样品原重量或样品干基重量的重量百分比来表示。

3 原理

加入硫酸的样品在温度为 $525 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灰化，得到样品的剩余物重量。

4 试剂

在测定过程中，只可使用分析纯的试剂和蒸馏水。

4.1 硫酸溶液：100mL、 ρ_{20} 为1.83g/mL的浓硫酸加到300mL水中混合而成。

4.2 盐酸溶液：100mL、 ρ_{20} 为1.19g/mL的浓盐酸加到500mL水中混合而成。

5 仪器

5.1 坩埚：由铂或其他在测定条件下不受影响的材料制成，容量为100~200mL。

5.2 灰化炉：有控制和调节温度的装置，可提供 $525 \pm 25^\circ\text{C}$ 的灰化温度。

5.3 干燥器：内有有效充足的干燥剂和一个多孔金属厚板或瓷板。

5.4 电热板或本生灯。

5.5 水浴：能控制在 $60 \sim 70^\circ\text{C}$ 。

5.6 分析天平。

6 分析步骤

6.1 坩埚的准备

坩埚必须先用沸腾的盐酸溶液（4.2）洗涤，再用大量自来水洗涤，然后用蒸馏水漂洗。

将洗净坩埚置于灰化炉（5.2）内，在 $525 \pm 25^\circ\text{C}$ 下加热30min，并在干燥器（5.3）内冷却至室温，然后称重，精确至0.0002g。

6.2 样品的准备

样品应充分混合。

如样品直接精确称量有困难（如葡萄糖成团状），则可采用下列的方法：

先称取100g样品，精确至0.01g。倒入预先已带盖子一起称重并精确至0.01g的干燥容器，加入约100mL、90℃的水，盖上盖子搅拌直至样品完全溶解，冷却至室温并称重，精确至0.01g；或不加水溶解，盖上盖子直接插入水浴(5.5)中，温度控制在60~70℃之间，使样品熔化，从水浴中取出容器，不取下盖摇荡，将冷凝水与样品混合，然后冷却至室温称重，精确至0.01g。

如稀释过程已做好，则样品可按稀释液的等分量来进行取样。

6.3 样品量

根据对硫酸化灰分的估计值，按下表的样品量称取样品，精确至0.001g。将样品均匀分布在坩埚内。

硫酸化灰分的估计值，% (<i>m m</i>)	样品量，g
< 5	10
5, - 10	5
10	2

6.4 预灰化

将5 mL 硫酸溶液(4.1)加入样品或所取的稀释液中，用玻璃棒搅拌混合，并用少量水漂洗，将漂洗物收集入坩埚内。坩埚放在电热板或本生灯(5.4)上，小心加热，直至全部碳化。

此步骤最好在排气罩下进行。

6.5 灰化

把坩埚放入灰化炉(5.2)内，将温度控制在 525 ± 25 ℃，并保持此温度直至碳化物完全消失为止，至少2 h。

使坩埚冷却，滴几滴硫酸溶液(4.1)入残存物中，将它放在灰化炉边上蒸发，并再次灰化30 min。然后把坩埚移入干燥器(5.3)内，冷却至室温。称坩埚和所含剩余物重量，精确至0.0002g。

灰化要直至重量恒定，每次放入干燥器的坩埚不得超过四个。

6.6 测定次数

对同一样品(6.2)做二次测定。

7 结果的表示

7.1 计算方法

若硫酸化灰分以样品剩余物重量对样品原重量的重量百分比表示，为

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

若硫酸化灰分以样品剩余物重量对样品干基重量的重量百分比表示，为

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m_0 (100 - H)} \times 100 \quad \text{..... (2)}$$

式中： X_1 ——样品硫酸化灰分，%；

X_2 ——样品硫酸化灰分（以干基计），%；

m_0 ——样品的原重量，g；

m_1 ——灰化前坩埚的重量，g；

m_2 ——灰化后坩埚和剩余物的重量，g；

H ——样品按GB 12087、GB 12100、GB 12102的规定方法测定的该样品的水分。

如允许差符合要求，取二次测定的算术平均值为结果。

结果保留二位小数。

7.2 允许差

分析人员同时或迅速连续进行二次测定，其结果之差的绝对值：当硫酸化灰分大于2% (m/m) 时，应不超过平均结果的4%；当硫酸化灰分小于2% (m/m) 时，应不超过平均结果的0.08%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国商业部提出。

本标准由上海淀粉技术研究所负责起草。

本标准主要起草人徐祖苗、徐志民、赵捷。

淀粉及其衍生物酸度测定方法

GB 12090—89

Method for determination of acidity of starches and derived products

1 主题内容与适用范围

本标准规定了中和滴定法测定淀粉及其衍生物酸度的方法。

本标准适用于酸度不超过12mL的淀粉及其衍生物样品。

2 术语

淀粉及其衍生物酸度：中和淀粉及其衍生物样品乳液所耗用氢氧化钠标准溶液的体积。以中和10g样品所耗用0.1mol/L氢氧化钠标准溶液的毫升数来表示。

3 原理

通过用氢氧化钠标准溶液滴定淀粉乳液直至中性时耗用的该标准溶液体积。

4 试剂

在测定过程中，只可使用分析纯的试剂和蒸馏水。

4.1 氢氧化钠标准溶液：0.1mol/L。

4.2 邻苯二甲酸氢钾：基准纯。

4.3 酚酞指示剂溶液：1g酚酞溶于100mL、95%乙醇中。

5 仪器

5.1 锥形瓶：容量250mL。

5.2 碱式滴定管：容量25mL。

5.3 碱式滴定管：容量50mL。

5.4 分析天平。

5.5 磁力搅拌器。

5.6 恒温烘箱：温度能控制在 110 ± 1 ℃。

5.7 干燥器：内有有效充足的干燥剂和一个多孔金属厚板。

6 分析步骤

6.1 氢氧化钠标准溶液的标定

6.1.1 先将邻苯二甲酸氢钾基准试剂（4.2）在温度为110℃的烘箱（5.6）内干燥至恒重，并放入干燥器（5.7）冷却。

称取干燥冷却后的邻苯二甲酸氢钾0.44g，精确至0.0001g。放入锥形瓶（5.1），加水75mL使其溶解。

6.1.2 加入酚酞指示剂溶液（4.3）2~3滴，将锥形瓶放在磁力搅拌器（5.5）上进行搅拌。

用待标定的氢氧化钠标准溶液（4.1）进行滴定，直至锥形瓶中刚好出现粉红色不褪去，此时读下

耗用氢氧化钠标准溶液的毫升数。

6.1.3 对同一基准样品(6.1.1)进行二次标定。

6.1.4 氢氧化钠标准溶液浓度以摩尔浓度表示,为

$$M = \frac{m_0 \times 1000}{204.22 \times V} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: M ——氢氧化钠标准溶液浓度, mol/L;

m_0 ——称取邻苯二甲酸氢钾的重量, g;

V ——耗用氢氧化钠标准溶液的体积, mL。

如二次测定得到的氢氧化钠标准溶液的摩尔浓度之差的绝对值不超过0.0002,则将二次测定的算术平均值取为结果。

6.2 样品的准备

样品应进行充分的混合。

6.3 样品量

称取已混合好的样品10g,精确至0.1g,倒入锥形瓶(5.1)内加入100mL蒸馏水,振荡、混合均匀。

6.4 向锥形瓶滴入酚酞指示剂溶液(4.3)2~3滴,放在磁力搅拌器上(5.5)搅拌。

用已标定的氢氧化钠标准溶液(4.1)滴定,直至锥形瓶中刚好出现粉红色不褪去,此时读下耗用氢氧化钠标准溶液的毫升数。

6.5 测定次数

对同一样品(6.2)进行二次测定(6.2~6.4)。

7 结果的表示

7.1 计算方法

酸度以10g样品所耗用0.1mol/L氢氧化钠标准溶液体积的毫升数表示,为

$$X = \frac{M \times V \times 10}{m \times 0.1000} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——样品酸度, mL;

M ——已标定的氢氧化钠标准溶液的摩尔浓度, mol;

V ——耗用的氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

m ——样品的重量, g。

如允许差符合要求,取二次测定的算术平均值为结果。

结果保留一位小数。

7.2 允许差

分析人员同时或迅速连续进行二次测定,其结果之差的绝对值。该值应不超过1.0。

附加说明:

本标准由中华人民共和国商业部提出。

本标准由上海淀粉技术研究所负责起草。

本标准主要起草人徐祖苗、徐志民、赵捷。

淀粉及其衍生物氮含量 测定方法

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)、 ρ_{20} 为1.84g/mL。

4.2 氢氧化钠溶液：40% (m/m)、 ρ_{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亚甲基蓝溶液混合而成。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。

5.4 凯氏定氮蒸馏装置：由抽空蒸馏瓶、蒸气容人管、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。保证释放氮定量进入锥形瓶，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