

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2007—2011

谷类、豆类粗蛋白质含量的测定 杜马斯燃烧法

Determination of the crude protein content in cereals and pulses seeds
by combustion according to the dumas principle

2011-09-01 发布

2011-12-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用国际标准 ISO/TS 16634-2:2009《杜马斯燃烧法测定食品中总氮含量和粗蛋白质含量的计算 第二部分 谷物、豆类及研磨谷物制品》(英文版)。

在附录 A 中列出了本标准的章条与 ISO/TS 16634-2:2009 章条编号的修改部分对照表。

根据国内实际情况,在采用 ISO/TS 16634-2:2009 时,本标准做了技术性修改。在附录 B 中列出了技术性差异及原因。

为便于使用,对标准内容做了下列编辑性及结构性修改:

——“本国际标准”改为“本标准”;

——用中文标点“。”替换原标准中的“.”;

——用小数点“.”代替原标准中作为小数点的逗号“,”。

将 ISO16634.2:2006 标准中的前言替换为符合我国标准的前言。

本标准由中华人民共和国农业部种植业司提出并归口。

本标准起草单位:农业部谷物及制品质量监督检验测试中心(哈尔滨)。

本标准主要起草人:苏萍、单宏、马永华、杜英秋、李辉、张桂华、陈国友、王乐凯。

谷类、豆类粗蛋白质含量的测定 杜马斯燃烧法

1 范围

本标准规定了谷物、豆类中总含氮的杜马斯测定法,并规定了由此计算粗蛋白含量的方法。

本标准适用于谷物、豆类中粗蛋白质含量的测定。

本方法与凯氏定氮法相同,不能区分蛋白氮、非蛋白氮。计算蛋白质含量使用不同的换算系数。当称样量为 0.1 g 时,本标准方法总氮含量的检出限为 0.02%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 5497 粮食、油料检验 水分测定法

3 原理

在氧化还原条件下,试样在燃烧管中燃烧加热,经吸收剂去除干扰成分后,试样中的氮元素定量转化成分子氮,被热导检测器定量检测。

4 试剂

除非另有规定,仅适用分析纯试剂。

不同分析仪器所用载气和试剂(氧化剂、还原剂、吸附剂)有所不同。除了标准品(4.7)外,所有试剂均应无氮。

4.1 载气

4.1.1 二氧化碳(CO_2)气体:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.1.2 氦气(He):纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.2 燃烧气

氧气(O_2):纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.3 氧化剂

根据仪器类型进行选择(氧化铜等)。

4.4 还原剂

根据仪器类型进行选择(铜、钨)。

4.5 吸附剂

根据仪器类型进行选择(五氧化二磷颗粒、固体高氯酸镁颗粒等)。

4.6 氧化铜-铂催化剂(用于填充后氧化管)

根据仪器生产商的建议,铂催化剂(Al_2O_3 中含 5% 的 Pt)和氧化铜(CuO)按 1+7 或 1+8 的比例混合。

4.7 标准物质

天门冬氨酸($\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4$)、乙二胺四乙酸($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$)、谷氨酸($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$)、马尿酸($\text{C}_9\text{H}_9\text{NO}_3$)标准物质,或其他含氮标准物质,纯度大于等于 99%。

5 仪器

- 5.1 分析天平:感量为 0.1 mg。
- 5.2 样品粉碎机。
- 5.3 样本筛:孔径 0.8 mm~1.0 mm。
- 5.4 坩埚或锡纸:坩埚应采用不锈钢、石英、陶瓷或白金材料制成。
- 5.5 杜马斯定氮仪:配有热导检测器。

6 样品的选取制备

6.1 取样

取样应有代表性,取样量应不少于 20 g,带壳种子需挑拣干净脱壳。

6.2 样品的制备

粉状样品可以直接测定,其他样品用粉碎机粉碎后过样品筛(5.3),装入密闭容器中,标明标记,避光保存,备用。如果样品水分高于 17%时,应先将样品放于 60℃~65℃干燥箱中干燥 8 h 以上,再用粉碎机粉碎。

7 分析步骤

7.1 仪器校准

开机,根据仪器性能和样品特点设置适当的条件。待仪器稳定后,用标准物质(4.7)做四次重复测定得到日校正因子。用所得到的日校正因子对所测得的数据进行校正。

注:杜马斯仪均带有氮的积分面积—绝对氮含量校准曲线。但是,如果日校正因子的偏差大于 10%,或者仪器的主要部件对曲线有直接影响(如更换电导检测器),应重新绘制校准曲线。

7.2 试样

准确称取试样 0.100 0 g~0.300 0 g,于仪器配备的坩埚或包于锡纸中,待测。对于氮含量低的样品,适当加大样品的称样量。

7.3 测定

在测定条件下,放入待测物质进行测定。根据仪器及所选用的氧化剂、还原剂、吸附剂的不同,待测样品中的氮在 850℃~1 200℃的标准化条件下进行燃烧。仪器自动将检测信号放大和转换后,将数据传输到外接的微处理器进行处理并获得数据。

7.4 水分的测定

按 GB/T 5497 的规定执行。

8 结果计算

粗蛋白质含量(以干基结果表示)以质量百分数 X 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{\omega \times F}{100 - W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——样品中粗蛋白含量(以干基计),单位为百分率(%);

ω ——样品在自然含水量的状态下的总氮含量,单位为百分率(%);

W ——试样水分的质量分数,单位为百分率(%);

F ——氮换算为蛋白质的系数。麦类、豆类为 5.70;水稻为 5.95;高粱为 5.83;大豆为 6.25;其他谷类 6.25。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。

9 精密度

9.1 实验室间试验

实验室间方法精密度测试详情见附录 C。

9.2 重复性

同一个实验室、同一个操作者使用同样的仪器、同样的方法、同样的测量物质在较短的时间内所进行的两次独立测量结果之间的绝对差,5%案例不能大于以下给出的重复性限 r 值,按式(2)计算:

$$r = 2.8 s_r = 2.8(0.0013 w_N + 0.012) \dots\dots\dots (2)$$

式中:

s_r ——重复性标准偏差,单位为百分率(%);

w_N ——氮含量,单位为百分率(%)。

9.3 再现性

不同的实验室、不同的操作者使用不同的仪器、同样的方法、同样的测量物质进行的两次独立测量结果之间的绝对差,5%案例不能大于以下给出的再现性限 R 值,按式(3)计算:

$$R = 2.8 s_R = 2.8(0.0126 w_N + 0.017) \dots\dots\dots (3)$$

式中:

s_R ——再现性标准偏差,单位为百分率(%);

w_N ——氮含量,单位为百分率(%)。

附 录 A

(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO/TS 16634-2:2009 章条编号对照

本标准章条编号	对应 ISO/TS 16634-2:2009 的章条号
	目录、前言、导言
	3.1、3.2
3	4
4.1.1、4.1.2	5.1.1、5.1.2
4.2	5.2
	5.3、5.5、5.6
4.3	5.10
4.4	5.7
4.5	5.8
	5.9、5.11
4.6	5.4
4.7	5.12
	5.13
5.1、5.2、5.3、5.4、5.5	6.1、6.2、6.3、6.4、6.5
	7
6.1、6.2	8
7.1	9.1、9.4
7.2	9.2
	9.3
7.3	9.5、9.6
	10.1.1
8	10.1.2、10.2
9	11.2、11.3
	11.1、11.4、11.5
	12
附录 A	附录 A
附录 B	附录 B
附录 C	附录 E
	附录 C、附录 D

附录 B
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO/TS 16634 - 2:2009 技术性差异及原因

本标准章条编号	技术性差异	原因
	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中目录、前言和引言	减少标准的篇幅
1	增加了“本标准方法检出限为 0.02%含氮量”	符合我国标准规定
2	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中列出的一系列 ISO 国际参考标准,替换为我国现行国家标准	与我国现行标准接轨
	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中术语和定义	氮和蛋白质的定义在国内蛋白质测定的方法标准中基本没有提到
4	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中 5.3	我国已不再使用此类吸附剂
	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中 5.5、5.6、5.9、5.11、5.13	这些是仪器使用材料及耗材,不必在标准中描述
5.4	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中 6.4“注 1”“注 2”。	符合现在的我国杜马斯仪器使用需要
5.5	简化了 ISO/TS 16634 - 2:2009 中 6.5 内容	此条为仪器介绍性内容,属非关键性参数和要求,可以不在标准中表述
	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中 7. 采样	我国多数方法标准没有对“采样”进行表述
6	ISO/TS 16634 - 2:2009 中 8 试样制备按国标修改;同时将 ISO ISO/TS 16634 - 2:2009 中 9.2 中高水分样品的处理在此处表述	符合我国标准板式的要求
7.1	将 ISO/TS 16634 - 2:2009 中 9.1、9.4 合并成 7.1	均属于仪器校准内容,合并后更符合我国标准的逻辑习惯
7.2	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中 9.2 中高水分样品处理的内容	符合我国标准板式的要求
	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中 9.3“通氧量的控制”一节	目前国内的杜马斯定氮仪可以自行检测最佳通氧量,不需要对通氧量进行估算
7.3	ISO/TS 16634 - 2:2009 中 9.5 测定、9.6 检测和积分并成 7.3 测定	符合我国标准板式的要求
7.4	增加了“水分的测定”内容	由于谷类、豆类作物种子粗蛋白质含量是以干基表示,增加水分测定是必要的
8	删除 10.1.1 氮含量计算,同时对部分内容进行了修改,将谷物、豆类的换算系数在此分别给出,将计算结果保留三位有效数字改为表示到小数点后两位	符合我国农作物品种品质评价、选育、审定的惯性要求
9	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中 11.1、11.4、11.5 的内容,保留 11.2、11.3 关于精密度的内容	符合我国标准中关于精密度的表述方式
	删除 ISO ISO/TS 16634 - 2:2009 中 12“检验报告”内容	符合我国标准板式的要求
附录 A	删除 ISO ISO/TS 16634 - 2:2009 中附录 A,替换为“本标准章条编号与 ISO/TS 16634 - 2:2009 章条编号对照”	删除内容为仪器工作流程介绍性内容,属非关键性参数和要求,可以不在标准中表述;替换内容符合我国标准规定 (GB/T 20000.2—2009) 采用国际标准的要求

(续)

本标准章条编号	技术性差异	原 因
附录 B	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中附录 B, 替换为“本标准与 ISO/TS 16634 - 2:2009 技术性差异及原因”	此条为仪器结构介绍性内容, 属非关键性参数和要求, 可以不在标准中表述; 替换内容符合我国标准规定 (GB/T 20000.2 - 2009) 采用国际标准的要求
	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中附录 C	目前国内的杜马斯定氮仪可以自行检测最佳通氧量, 不需要对需氧量进行估算
	删除 ISO/TS 16634 - 2:2009 中附录 D	蛋白质换算系数已在第 8 章给出, 此处无需重复列出
附录 C	将 ISO/TS 16634 - 2:2009 中附录 E 替换为本标准的附录 C	此条为关于精密度试验的数据统计结果, 作为资料性附录在标准中给出

附 录 C
(资料性附录)
实验室间试验结果

C.1 由 6 个国家的 17 个实验室根据 ISO 5725-1、ISO 5725-2、ISO 5725-6 对 13 个谷物和豆类样品进行的国际实验室间试验确定了本方法的重复性限与再现性限。表 C.1、表 C.2 列出了实验室间试验的统计结果。

表 C.1 氮含量实验室间试验结果

项目	淀粉	玉米	黑麦	大麦	普通小麦粉	普通小麦	豌豆	蚕豆	玉米面筋	普通小麦面筋	豌豆蛋白
p	15	16	16	16	14	15	17	17	17	17	17
w_N	0.05	1.18	1.63	1.68	2.07	2.16	4.33	4.85	10.61	13.55	13.89
s_r	0.004 6	0.013 9	0.023 4	0.013 9	0.008	0.010 1	0.022 3	0.031	0.034 5	0.029 4	0.020 3
$CV(r)$	0.094	0.012	0.014	0.008	0.004	0.005	0.005	0.006	0.003	0.002	0.001
r	0.01	0.04	0.06	0.04	0.02	0.03	0.06	0.09	0.10	0.08	0.06
s_R	0.027	0.053	0.037	0.039	0.024	0.040	0.040	0.126	0.215	0.146	0.184
$CV(R)$	0.543	0.045	0.023	0.023	0.011	0.019	0.009	0.026	0.020	0.011	0.013
R	0.07	0.15	0.10	0.11	0.07	0.11	0.11	0.35	0.59	0.40	0.51

表 C.2 蛋白质含量实验室间试验结果

项目	淀粉	玉米	黑麦	大麦	普通小麦粉	普通小麦	豌豆	蚕豆	玉米面筋	普通小麦面筋	豌豆蛋白
p	15	16	16	16	14	15	17	17	17	17	17
w_{pd}	0.31	7.38	9.29	10.50	11.80	12.31	27.06	30.31	66.31	77.24	86.81
s_r	0.029	0.087	0.134	0.079	0.047	0.057	0.139	0.192	0.216	0.168	0.127
$CV(r)$	0.093	0.012	0.014	0.008	0.004	0.005	0.005	0.006	0.003	0.002	0.001
r	0.08	0.24	0.37	0.22	0.13	0.16	0.39	0.53	0.60	0.47	0.35
s_R	0.167	0.330	0.212	0.223	0.136	0.230	0.250	0.786	1.342	0.831	1.152
$CV(R)$	0.534	0.045	0.023	0.021	0.012	0.019	0.009	0.026	0.020	0.011	0.013
R	0.46	0.91	0.59	0.62	0.38	0.64	0.69	2.18	3.72	2.30	3.19

C.2 缩写词

- p 去掉离群值后保留的实验室数或试验数据数；
 w_N 氮平均含量，%；
 w_{pd} 蛋白质平均含量，%；
 s_r 重复性标准偏差，%；
 $CV(r)$ 重复性变异系数(s_r/w_N 或 s_r/w_{pd})，%；
 r 重复性限($2.8 s_r$)；
 s_R 再现性标准偏差，%；
 $CV(R)$ 再现性变异系数(s_R/w_N 或 s_R/w_{pd})，%；
 R 再现性限($2.8 s_R$)。