

ICS 67.040
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.11—2008
代替 GB/T 9695.11—1988

肉与肉制品 氮含量测定

Meat and meat products—Determination of nitrogen content

(ISO 937:1978, MOD)

2008-08-28 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

GB/T 9695 由以下部分组成：

- GB/T 9695. 1《肉与肉制品　游离脂肪含量测定》；
- GB/T 9695. 2《肉与肉制品　脂肪酸测定》；
- GB/T 9695. 3《肉与肉制品　铁含量测定》；
- GB/T 9695. 4《肉与肉制品　总磷含量测定》；
- GB/T 9695. 5《肉与肉制品　pH 测定》；
- GB/T 9695. 6《肉制品　胭脂红着色剂测定》；
- GB/T 9695. 7《肉与肉制品　总脂肪含量测定》；
- GB/T 9695. 8《肉与肉制品　氯化物含量测定》；
- GB/T 9695. 9《肉与肉制品　聚磷酸盐测定》；
- GB/T 9695. 10《肉与肉制品　六六六、滴滴涕残留量测定》；
- GB/T 9695. 11《肉与肉制品　氮含量测定》；
- GB/T 9695. 13《肉与肉制品　钙含量测定》；
- GB/T 9695. 14《肉制品　淀粉含量测定》；
- GB/T 9695. 15《肉与肉制品　水分含量测定》；
- GB/T 9695. 17《肉与肉制品　葡萄糖酸-δ-内酯含量的测定》；
- GB/T 9695. 18《肉与肉制品　灰分测定》；
- GB/T 9695. 19《肉与肉制品　取样方法》；
- GB/T 9695. 20《肉与肉制品　锌的测定》；
- GB/T 9695. 21《肉与肉制品　镁含量测定》；
- GB/T 9695. 22《肉与肉制品　铜含量测定》；
- GB/T 9695. 23《肉与肉制品　羟脯氨酸含量测定》；
- GB/T 9695. 24《肉与肉制品　胆固醇含量测定》；
- GB/T 9695. 25《肉与肉制品　维生素 PP 含量测定》；
- GB/T 9695. 26《肉与肉制品　维生素 A 含量测定》；
- GB/T 9695. 27《肉与肉制品　维生素 B₁ 含量测定》；
- GB/T 9695. 28《肉与肉制品　维生素 B₂ 含量测定》；
- GB/T 9695. 29《肉制品　维生素 C 含量测定》；
- GB/T 9695. 30《肉与肉制品　维生素 E 含量测定》；
- GB/T 9695. 31《肉制品　总糖含量测定》。

本部分为 GB/T 9695 的第 11 部分。

本部分修改采用 ISO 937:1978《肉与肉制品　氮含量测定》(英文版)。

本部分与 ISO 937:1978 相比主要技术性修改如下：

- 增加规范性引用文件 GB/T 6682—2008 和 GB/T 601；
- 试剂中对水的要求修改为“应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求。”；
- 用 GB/T 9695. 19 代替 ISO 3100；
- 将公式“ $X_1 = 0.014 \times \frac{(V_1 - V_0)}{m} \times 100$ ”修改为“ $X_1 = 0.014 \times \frac{(V_1 - V_0)}{m} \times c \times 100$ ”。

按照 GB/T 1. 1—2000《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001. 4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》对 ISO 937:1978 进行的主要编辑性修改如下：

- 删除 ISO 937:1978 的前言；
- 用“本部分”代替“本国际标准”；
- 用小数点“.”代替 ISO 937:1978 中作为小数点的“,”；
- 为计算公式增加了编号。

本部分代替 GB/T 9695. 11—1988《肉与肉制品 氮含量测定》。

本部分与 GB/T 9695. 11—1988 相比主要修改如下：

- 按照 GB/T 1. 1—2000 和 GB/T 20001. 4—2001 进行了结构调整和文字修改；
- 按照 GB/T 1. 1—2000，删除英文名称中的“Method for”；
- 第 2 章增加了 GB/T 6682—2008 规范性引用文件；
- 第 4 章将“所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水或相当纯度的水”修改为“如无特别说明，所用试剂均为分析纯”，增加了部分溶液的配制方法，增加了条款：“4. 1 水：应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求。”；
- 用“9 精密度”及其内容代替“9 允许差”及其内容；
- 增加了“试验报告”一章。

本部分由全国肉禽蛋制品标准化技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：深圳市计量质量检测研究院、中国商业联合会商业标准中心。

本部分主要起草人：杨万颖、罗美中、孟海鸥、张进军、黎永乐、夏奇胜、靳晓蕾。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 9695. 11—1988。

肉与肉制品 氮含量测定

1 范围

GB/T 9695 的本部分规定了肉与肉制品中氮含量的测定方法。

本部分适用于肉与肉制品中氮含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9695 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 9695.19 肉与肉制品 取样方法

3 原理

以硫酸铜为催化剂,用硫酸消化试样,使有机氮分解,分解出来的氨与硫酸结合生成硫酸铵。将硫酸铵碱化蒸馏,用过量的硼酸溶液吸收,用盐酸标准溶液滴定硼酸溶液吸收的氨。根据盐酸的消耗量,计算出试样中氮的含量。

4 试剂

如无特别说明,所用试剂均为分析纯。

4.1 水:应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求。

4.2 五水硫酸铜。

4.3 无水硫酸钾。

4.4 浓硫酸($\rho_{20} \approx 1.84 \text{ g/mL}$)。

4.5 氢氧化钠溶液:称取 500 g 氢氧化钠于 2 L 烧杯中,不断搅拌下用水溶解并稀释至 1 000 mL,转移到塑料瓶中储存。

4.6 硼酸溶液:称取 40 g 硼酸溶于 1 000 mL 水中。

4.7 0.1 mol/L 盐酸标准溶液:按 GB/T 601 制备。

4.8 混合指示剂:称甲基红 0.2 g 和亚甲蓝 0.1 g 溶于 95% 乙醇中,稀释至 100 mL,贮存于棕色瓶中。

5 仪器和设备

5.1 实验室常用设备。

5.2 绞肉机:孔径不超过 4 mm。

5.3 凯氏烧瓶: 500 mL。

5.4 定氮蒸馏装置。

6 试样

6.1 按 GB/T 9695.19 取样。

6.2 取有代表性的试样不少于 200 g,用绞肉机绞两次并混匀。

6.3 绞好的试样应尽快分析,若不立即分析,应密封冷藏贮存,防止变质和成分发生变化。贮存的试样在启用时应重新混匀。

7 分析步骤

7.1 消化

称取试样约 2g(精确到 1mg。若脂肪含量高,可称取 1.5 g),于凯氏烧瓶中,加入无水硫酸钾 15 g (4.3)、五水硫酸铜 0.5 g(4.2),再加浓硫酸 20 mL(4.4),轻轻摇动使溶液浸湿试样。把烧瓶倾斜于加热装置上,缓慢加热,待内容物全部炭化,停止起泡后加大火力,保持瓶内液体沸腾,不时转动烧瓶,直到液体变成蓝绿色透明时继续沸腾 90 min,全部消化时间不应少于 2h。消化过程中应避免溶液外溢,同时要防止由于过热引起的大量硫酸损失。消化液冷却到约 40℃,小心地加入约 50 mL 水,使其混合并冷却。

7.2 蒸馏

接收瓶内加入硼酸溶液(4.6)50 mL、指示剂(4.8)4滴，混合后，将接收瓶置于蒸馏装置的冷凝管下，使出口全部浸入硼酸溶液中。将凯氏烧瓶直接接入蒸馏装置的氮素球下(如果将消化液转移到蒸馏装置中，需用50 mL水冲洗烧瓶数次)小心加入氢氧化钠溶液(4.5)100 mL。加热让蒸气通过凯氏烧瓶使消化液煮沸并持续30 min。收集蒸馏液150 mL左右，停止蒸馏时，将接收瓶降低使接口露出液面，再蒸馏10 min，用少量水冲洗出口，用蒸馏水浸湿的红石蕊试纸检验氨是否蒸馏完全，否则应重新测定。

7.3 滴定

用盐酸标准溶液滴定收集液至溶液变成暗红色时为终点，记下所消耗的盐酸体积。

同一试样进行两次测定并同时做空白实验。

8 计算

试样中氮的含量按式(1)计算:

$$X_1 = 0.014 \times \frac{(V_1 - V_0)}{m} \times c \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

X_1 —试样中氯的含量,单位为克每百克(g/100 g);

0.014——1 mol/L 盐酸标准溶液 1 mL 相当于氯的质量, 单位为克(g);

V_1 ——测定试样所消耗的盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗的盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m—试样的质量,单位为克(g);

c——盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

当平行测定符合精密度所规定的要求时，取平行测定的算术平均值作为结果，精确到 0.01%。

9 精密度

在同一实验室由同一操作者在短暂的时间间隔内,用同一设备对同一试样获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 0.1%。

10 试验报告

试验报告应说明：

—与识别样品有关的必需信息:

- 取样方法；
 - 依据本部分所使用的方法；
 - 未在本部分规定或被视为可选的所有操作，以及可能影响测试结果的其他事件；
 - 获得的结果；
 - 如果检验了重复性，列出最终结果。
-

中华人民共和国
国家标准

肉与肉制品 氮含量测定

GB/T 9695.11—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 9 千字

2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

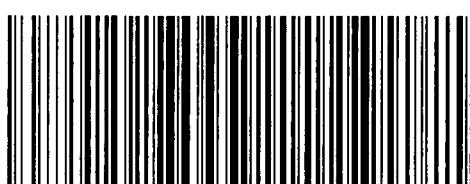
*

书号：155066·1-34568 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 9695.11-2008