

团体标准

T/NAIA 2024-××××

青贮玉米中粗蛋白的测定

General analytical methods for Silage corn quality

2024-××-××发布

2024-××-××实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出、归口并实施。

本文件起草单位：宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、宁夏农林科学院农作物研究所。

本文件主要起草人：张维军、陈东升、何进尚、党根友、王小亮、亢玲、董艳、曹丽娜、李彩虹、郭娇、杨益春。

青贮玉米中粗蛋白的测定

1 范围

本文件规定了测定青贮玉米中粗蛋白的样品制备、检测方法（凯氏定氮法）和技术要点。

本文件适用于青贮玉米中粗蛋白的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用本文件；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 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

GB/T 6432 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

青贮玉米 Silage corn

在玉米乳熟后期至腊熟期间，收获包括果穗在内的地上部整个植株，作为青贮饲料原料的玉米。

4 原理

试样在催化剂作用下，经硫酸消解，含氮化合物转化成硫酸铵，加碱蒸馏使氨逸出，用硼酸吸收后，再用盐酸标准滴定溶液滴定，测出氮含量，乘以 6.25，计算出粗蛋白质含量。

5 取样及试样制备

5.1 取样

按照 GB/T 14699.1 抽取具有代表性的样品，在运输和贮存过程中避免发生损坏和变质。取田间生长青贮玉米，留茬高度 5 cm~10 cm，包括果穗、叶片、茎秆等地面上完整植株。

5.2 样品制备

将整株青贮玉米干燥后粉碎成粉末，四分法缩减样品，按照 GB/T 20195 制备样品，粉碎至全部通过 0.42mm 孔筛（GB/T 6003.1），混匀装于密封容器，备用。

6 试剂或材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

6.1 高效凯氏定氮催化片。

6.2 硫酸 (H_2SO_4)。

6.3 硼酸 (H_3BO_3)。

6.4 盐酸 (HCL)。

6.5 甲基红指示剂 ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$)。

6.6 溴甲酚绿指示剂 ($\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$)。

6.7 氢氧化钠 (NaOH)。

6.8 95%乙醇 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)。

6.9 硼酸溶液 (20 g/L)：称取 20g 硼酸 (6.3)，加水溶解后并定容至 1000 mL。

6.10 氢氧化钠溶液 (400 g/L)：称取 40 g 氢氧化钠 (6.7) 加水溶解后，放冷，并稀释至 100 mL。

6.11 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})$] 0.0500 mol/L：取盐酸 (6.4) 4.2 mL 加入到水中，定容至 1000 mL，用无水碳酸钠基准试剂滴定，按 GB/T 601 规定的方法标定。

6.12 甲基红乙醇溶液 (1 g/L)：称取 0.1 g 甲基红，溶于 95%乙醇并稀释至 100 mL。

6.13 溴甲酚绿乙醇溶液 (1 g/L)：称取 0.5 g 溴甲酚绿，溶于 95%乙醇并稀释至 100 mL。

6.14 混合指示剂溶液：将甲基红乙醇溶液和溴甲酚绿乙醇溶液等体积混合。该溶液室温避光保存。

7 仪器与设备

7.1 分析天平：感量 0.0001 g。

7.2 消煮炉。

7.3 消煮管：250 mL。

7.4 以凯氏原理制造全自动定氮仪。

8 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 0.2-0.3 g（精确至 0.0001g）至消化管中，加入高效凯氏定

氮催化剂片（6.1）1片及5 mL 硫酸（6.2）于消化炉进行消化。当消化炉温度达到420℃之后，继续消化70 min，此时消化管中的液体呈无色透明状，置于自动凯氏定氮仪上【使用前加入氢氧化钠溶液（6.10）、盐酸标准溶液（6.11）以及含有混合指示剂（6.14）的硼酸溶液（6.9）】上实现自动加液、蒸馏、滴定和记录滴定数据的过程。同时做空白试验。

9 结果与表达

试样中蛋白质的含量 X 以质量分数计，数值以质量分数（%）表示，按式（1）计算：

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.0140}{m} \times 6.25 \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X ——试样中蛋白质的含量，单位为克每百克(g/100g)；

V_1 ——试液消耗盐酸标准滴定液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——试剂空白消耗盐酸标准滴定液的体积，单位为毫升(mL)；

c ——硫酸或盐酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

0.0140——盐酸[c(HCl)=1.000mol/L]标准滴定溶液相当的氮的质量，单位为克(g)；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

100——换算系数。

计算结果保留小数点后两位。

10 精密度

在重复性条件，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值与该平均值的比值应符合以下要求：

粗蛋白质含量在10%~25%时，不超过2%；粗蛋白质含量小于10%时，不超过3%。

11 技术要点

11.1 由于青贮玉米粉末中含有玉米籽粒，茎秆和叶片等，各组织器官粉碎后比重不一致，称样时需先搅匀样品，准确称取样品0.2000 g~0.3000g。

11.2 做空白试验。