

中华人民共和国国家标准

食用菌粗蛋白质含量测定方法

GB/T 15673—1995

Method for determination of crude protein
in edible fungi

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食用菌中粗蛋白质含量的测定方法。

本标准适用于食用菌中粗蛋白质含量的测定。

2 引用标准

GB 12530 食用菌取样方法

GB 12531 食用菌水分测定

3 方法提要或原理

采用半微量凯氏定氮法,即在加速剂存在下,以硫酸破坏样品中有机物,加碱蒸馏,滴定所释放的氨,计算出其含氮量。含氮量乘上换算系数 6.25 即得样品的粗蛋白质量。菇类可消化蛋白质是粗蛋白的 70%左右,含氮量乘上 4.38,即为可消化蛋白质的含量。

4 试剂

分析中,除另有说明,均限用分析纯试剂、蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 硫酸(GB 625):分析纯或化学纯,密度 1.84 g/mL。

4.2 盐酸(GB 622):密度 1.18 g/mL。

4.3 氢氧化钠溶液:浓度 400 g/L,用分析纯或化学纯氢氧化钠(GB 629)配制。

4.4 硼酸(GB 628)溶液:浓度 20 g/L,为蒸馏时的吸收液。

4.5 加速剂:将 600 g 硫酸钾(HG 3—920)和 100 g 五水合硫酸铜(GB 665 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)混匀,充分研磨后过 40 目筛,试剂瓶内密封保存。

4.6 盐酸标准溶液:浓度 0.05 mol/L 或 0.1 mol/L,用无水碳酸钠或邻苯二甲酸氢钾标定其浓度,精确到小数点后第四位。

4.7 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂:50 mL 浓度为 2 g/L 的溴甲酚绿(HG 3—1220)95%乙醇(GB 679)溶液和 10 mL 浓度为 2 g/L 的甲基红(HG 3—958)95%乙醇溶液混合。

5 仪器、设备

5.1 电热鼓风干燥箱。

5.2 小型植物粉碎机:备有 1 mm 孔径的金属筛网。

5.3 分样筛:备有孔径 0.42 mm(40 目)和孔径 0.84 mm(20 目)筛子。

5.4 玻璃研钵:备有研杵。

国家技术监督局 1995-08-17 批准

1996-01-01 实施

- 5.5 广口瓶:带磨口。
- 5.6 剪刀和小刀。
- 5.7 分析天平:感量 0.000 1 g。
- 5.8 扭力天平。
- 5.9 可调电炉:0~600℃。
- 5.10 通风橱。
- 5.11 消煮架:铁制,可使凯氏瓶在消煮时与垂直方向成 30°~45°角。
- 5.12 硬质凯氏瓶:容积 100 mL。
- 5.13 半微量凯氏定氮蒸馏装置。
- 5.14 半微量滴定管:10 mL。
- 5.15 弯颈三角漏斗:直径 25 mm。
- 5.16 锥形瓶:250 mL。

6 样品

6.1 取样方法和数量

- 6.1.1 干制品(蘑菇干片、干香菇、黑木耳和银耳等)按 GB 12530 中规定要求进行。总量不得少于 100 g。
- 6.1.2 鲜菇在每批不同的地方随机取样作为原始样品,总量不得少于 1 000 g。

6.2 试样的制备

- 6.2.1 干品直接用剪刀剪成小块,在 80~100℃干燥箱中烘至发脆后冷却,立即用小型植物粉碎机粉碎。弃去开始粉碎出的样品(约占总样十分之一)。粉碎过的样品均需过 40 目筛。未能过筛部分再次粉碎或经研钵内研磨之后再过筛,直至全部样品过筛为止。银耳和木耳样品因质地关系经粉碎后大部分样品不能过 40 目筛,故要求全部样品过 20 目筛,过筛后的样品装入清洁的广口瓶内保存备用。样品密封后填写标签,注明品名、日期、交样单位和取样人等。
- 6.2.2 鲜菇取样后立即切成 4 mm 厚度的菇片,鲜耳则用手撕成小块均匀地摊在干燥箱内垫有纱布的铁丝网上,50℃鼓风干燥 6 h 以上。待样品半干后再逐步提高温度至 80~100℃。样品发脆之后冷却,立即用粉碎机粉碎。其他操作同干品。

7 分析步骤

- 7.1 称样:称取试样 0.3~0.5 g(蘑菇、香菇、草菇和平菇等高蛋白质的样品为 0.3 g,木耳、银耳和茯苓等低蛋白质含量的样品则为 0.5 g),精确到 0.000 1 g。同时按 GB 12531 中规定的方法称样测定试样的含水量。
- 7.2 消煮:试样无损地倒入凯氏瓶中,加入加速剂粉末(4.5)3.5 g,混匀,最后加入浓硫酸(4.1)5 mL,轻轻摇动凯氏瓶使试样完全湿润。消煮时利用消煮架将凯氏瓶斜放在电炉上加热。瓶口加弯颈三角漏斗。开始时缓慢地加热,待瓶内硫酸液沸腾后,调节电炉温度,防止泡沫冲到凯氏瓶颈上。经常旋转凯氏瓶,直至有机物完全炭化、泡沫消失为止。随后用猛火加热,使溶液不断处于沸腾状态。溶液变清呈绿色之后继续加热 0.5 h 后结束。整个过程在通风橱内进行。
- 7.3 蒸馏:装好半微量定氮蒸馏装置。使用前用蒸馏水冲洗干净。在蒸气发生瓶内加入 2/3~3/4 容积的蒸馏水。将冷凝管下端插入盛有 10 mL 硼酸吸收液(4.4)的 250 mL 锥形瓶液面下,吸收液中预先加入 5~6 滴混合指示剂(4.7)。通电加热,待蒸气产生后开始蒸馏。从加样口将凯氏瓶中消煮好的样品液倒入,并用蒸馏水冲洗凯氏瓶数次,确保样品全部加入。立即加入氢氧化钠溶液(4.3)20 mL,使样品液呈强碱性。加样口盖塞封闭,通入蒸气,使反应室内蒸馏液猛烈沸腾,释放出的氨被吸收液所吸收,待吸收液开始变绿色之后继续蒸馏 5~6 min,吸收液总量达 100 mL 左右时停止蒸馏。

7.4 滴定:取出吸收瓶,用盐酸标准液(4.6)将吸收液由蓝绿色滴定至灰紫色为终点。

7.5 空白试验:不加试样的加速剂和浓硫酸作为空白样品,按上述步骤同时进行测定。空白试验所消耗的盐酸标准溶液体积须小于 0.25 mL。

8 分析结果的计算

8.1 计算

$$\text{粗蛋白质(干基, \%)} = \frac{c(V_2 - V_1) \times 0.014 \times 6.25}{m(1 - X)} \times 100$$

式中: c ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——空白试验滴定消耗的盐酸标准溶液体积, mL;

V_2 ——样品滴定消耗的盐酸标准溶液体积, mL;

m ——样品的质量, g;

0.014——氮的摩尔质量, g/mol;

X ——样品含水量, %;

6.25——氮换算成粗蛋白质的系数。

8.2 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,保留小数后一位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由上海市农业科学院食用菌研究所负责起草。

本标准主要起草人顾真荣、刘方。