|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 65.020 |
| CCS | B 34 |

|  |
| --- |
| D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png GXAS |

团体标准

T/ GXAS XXXXX—XXXX

甘蔗蔗汁中总氮含量的测定 硫酸滴定法

Determination of total nitrogen content in sugar cane juice—sulphuric acid titrimetric method

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

广西标准化协会  发布

1. 前言

本文件参照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。

本文件由广西壮族自治区农业科学院提出并宣贯。

本文件由广西糖业标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：广西壮族自治区农业科学院农产品质量安全与检测技术研究所、广西标准化协会、农业农村部甘蔗品质监督检测测试中心（南宁）、广西壮族自治区农业科学院农产品加工研究所、广西大学、广西农业职业技术大学、贵港市农产品质量安全监督检验测试中心。

本文件主要起草人：杨玉霞、王天顺、蓝冬丽、陈伟、谢宏昭、宁德娇、黄林华、廖洁、蒋文艳、王海军、何洁、莫磊兴、闫飞燕、莫耀林、乔双雨、石敏、张敏、陈泳锨。

甘蔗蔗汁中总氮含量的测定 硫酸滴定法

* 1. 范围

本文件描述了测定蔗汁中总氮含量的原理、试剂、仪器设备、测定步骤、计算及结果表示、精密度

本文件适用于甘蔗的蔗汁总氮含量的测定。

* 1. 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于本文件；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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 10499 糖料甘蔗试验方法

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

蔗汁中各种含氮物质用浓硫酸-过氧化氢消化，将其中的蛋白质和含氮化合物转化为铵态氮，再用硼酸吸收蒸馏出来的氨，经硫酸溶液滴定，计算蔗汁中总氮含量。甘蔗蔗汁中总氮含量通常以质量百分数表示。

* 1. 试剂

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，实验用水应符合GB/T 6682中三级水的要求。试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时均按GB/T 601、GB/T 603的规定制备。

乙醇（C2H6O）。

硫酸：密度1.84g/cm3。

过氧化氢溶液：φ（H2O2）≥30％（优级纯）。

氢氧化钠溶液（10mol/L）：称取40.0g氢氧化钠，加水溶解后置于100mL容量瓶稀释至100mL，摇匀，转移至塑料瓶保存备用。

氢氧化钠溶液（0.1mol/L）：称取0.40g氢氧化钠，加水溶解后置于100mL容量瓶稀释至100mL，摇匀，转移至塑料瓶保存。

硼酸-指示剂混合溶液：

1. 硼酸溶液（1％）：称取10.0g硼酸，加水溶解后置于1000mL容量瓶稀释至1000mL，摇匀，保存备用；
2. 甲基红指示剂（0.1％）：称取0.10g甲基红，加乙醇溶解后置于100mL容量瓶稀释至100mL，摇匀，保存备用；
3. 溴甲酚绿指示剂（0.1％）：称取0.10g溴甲酚绿，加乙醇溶解后置于100mL容量瓶稀释至100mL，摇匀，保存备用。
4. 使用前，1L硼酸溶液中加入7mL甲基红指示剂和10mL溴甲酚绿指示剂，混合均匀，并用氢氧化钠溶液（5.5）调节至紫红色（pH值为4.5）。

硫酸溶液（0.05mol/L）：量取2.7mL硫酸（密度1.84g/cm3）缓缓注入200mL水中，置于1000mL容量瓶稀释至1000mL，摇匀，保存备用。

* 1. 仪器设备

压榨机。

自动定氮仪。

消煮炉：温度＞400℃

消解管。

恒温干燥箱：可控温50℃～300℃。

天平：精确至0.0001g。

吸量管：2mL、5mL、10mL、20mL。

容量瓶：100mL、1000mL。

锤度计。

精密温度计：0℃～50℃，精度0.1℃。

筛网：150μm(100目)。

* 1. 测定步骤
     1. 试样的消解

将压榨的蔗汁混匀后过150μm(100目)筛网滤去蔗渣，吸取5mL～10mL蔗汁于消解管底部，加入2mL硫酸(5.2)，试样膨胀完毕后，缓缓加入10mL～18mL硫酸(5.2)，置于消解炉中加热至250℃，当消解管中有大量白烟冒出时，将温度升至390℃，直至消解管内的蔗汁呈黑色炭化物，取下冷却，分批次加入过氧化氢溶液(5.3)，消煮。反复多次，直至溶液完全透明，再加热30min。同时吸取5mL～10mL水代替蔗汁，做空白试验。取出消解管，冷却至室温，将消解液转移至100mL容量瓶中，用水稀释至100mL，摇匀，溶液待测。

* + 1. 试样的测定

按仪器说明书，设置氢氧化钠溶液(5.4)和硼酸-指示剂混合溶液(5.6)加入量。吸取待测液（7.1.2）50mL～100mL加入消解管中蒸馏后，用硫酸标准溶液(5.7)进行滴定，记录空白试样消耗体积V0、试样消耗体积V1。

* + 1. 蔗汁锤度

按GB/T 10499的规定执行。

* 1. 计算及结果表示

蔗汁中总氮含量N，按式（1）计算：

 ()

式中：

*N*——蔗汁中总氮含量，％；

*V1*——滴定试样消耗硫酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V0*——滴定空白试样消耗硫酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*c*——硫酸标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*D*——分取倍数，定容体积与分取体积之比；

*V*——蔗汁体积，单位为毫升（mL）；

*d*——蔗汁视密度(20℃)，用蔗汁锤度查附录A得到；

0.014——1mmol氮的质量，单位为克（g）；

2——滴定反应系数。

取平行测定值的算术平均值为测定结果，结果保留三位有效数字。

* 1. 精密度

在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的1％。

2. （资料性）  
   蔗汁锤度-视密度对照表

表A.1给出了蔗汁锤度-视密度对照。

锤度-视密度对照表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 锤度  °Bx | 视密度  20℃ | 锤度  °Bx | 视密度  20℃ | 锤度  °Bx | 视密度  20℃ | 锤度  °Bx | 视密度  20℃ | 锤度  °Bx | 视密度  20℃ |
| 0.0 | 0.99717 | 0.1 | 0.99756 | 0.2 | 0.99795 | 0.3 | 0.99834 | 0.4 | 0.99872 |
| 0.5 | 0.99911 | 0.6 | 0.99950 | 0.7 | 0.99989 | 0.8 | 1.00028 | 0.9 | 1.00067 |
| 1.0 | 1.00106 | 1.1 | 1.00145 | 1.2 | 1.00184 | 1.3 | 1.00223 | 1.4 | 1.00261 |
| 1.5 | 1.00300 | 1.6 | 1.00339 | 1.7 | 1.00378 | 1.8 | 1.00417 | 1.9 | 1.00456 |
| 2.0 | 1.00495 | 2.1 | 1.00534 | 2.2 | 1.00574 | 2.3 | 1.00613 | 2.4 | 1.00652 |
| 2.5 | 1.00691 | 2.6 | 1.00730 | 2.7 | 1.00769 | 2.8 | 1.00809 | 2.9 | 1.00848 |
| 3.0 | 1.00887 | 3.1 | 1.00927 | 3.2 | 1.00966 | 3.3 | 1.01006 | 3.4 | 1.01045 |
| 3.5 | 1.01084 | 3.6 | 1.01124 | 3.7 | 1.01163 | 3.8 | 1.01203 | 3.9 | 1.01243 |
| 4.0 | 1.01282 | 4.1 | 1.01322 | 4.2 | 1.01361 | 4.3 | 1.01401 | 4.4 | 1.01441 |
| 4.5 | 1.01480 | 4.6 | 1.01520 | 4.7 | 1.01560 | 4.8 | 1.01600 | 4.9 | 1.01640 |
| 5.0 | 1.01680 | 5.1 | 1.01719 | 5.2 | 1.01759 | 5.3 | 1.01799 | 5.4 | 1.01839 |
| 5.5 | 1.01879 | 5.6 | 1.01919 | 5.7 | 1.01955 | 5.8 | 1.01999 | 5.9 | 1.02040 |
| 6.0 | 1.02080 | 6.1 | 1.02120 | 6.2 | 1.02160 | 6.3 | 1.02200 | 6.4 | 1.02241 |
| 6.5 | 1.02281 | 6.6 | 1.02321 | 6.7 | 1.02362 | 6.8 | 1.02402 | 6.9 | 1.02442 |
| 7.0 | 1.02483 | 7.1 | 1.02523 | 7.2 | 1.02564 | 7.3 | 1.02604 | 7.4 | 1.02645 |
| 7.5 | 1.02685 | 7.6 | 1.02726 | 7.7 | 1.02766 | 7.8 | 1.02807 | 7.9 | 1.02848 |
| 8.0 | 1.02888 | 8.1 | 1.02929 | 8.2 | 1.02970 | 8.3 | 1.03011 | 8.4 | 1.03052 |
| 8.5 | 1.03093 | 8.6 | 1.03133 | 8.7 | 1.03174 | 8.8 | 1.03215 | 8.9 | 1.03256 |
| 9.0 | 1.03297 | 9.1 | 1.03338 | 9.2 | 1.03379 | 9.3 | 1.03420 | 9.4 | 1.03461 |
| 9.5 | 1.03503 | 9.6 | 1.03544 | 9.7 | 1.03585 | 9.8 | 1.03626 | 9.9 | 1.03667 |
| 10.0 | 1.03709 | 10.1 | 1.03750 | 10.2 | 1.03791 | 10.3 | 1.03833 | 10.4 | 1.03874 |
| 10.5 | 1.03916 | 10.6 | 1.03957 | 10.7 | 1.03999 | 10.8 | 1.04040 | 10.9 | 1.04082 |
| 11.0 | 1.04123 | 11.1 | 1.04165 | 11.2 | 1.04207 | 11.3 | 1.04248 | 11.4 | 1.04290 |
| 11.5 | 1.04332 | 11.6 | 1.04373 | 11.7 | 1.04415 | 11.8 | 1.04457 | 11.9 | 1.04499 |
| 12.0 | 1.04541 | 12.1 | 1.04583 | 12.2 | 1.04625 | 12.3 | 1.04667 | 12.4 | 1.04709 |
| 12.5 | 1.04750 | 12.6 | 1.04793 | 12.7 | 1.04835 | 12.8 | 1.04877 | 12.9 | 1.04919 |
| 13.0 | 1.04961 | 13.1 | 1.05003 | 13.2 | 1.05046 | 13.3 | 1.05088 | 13.4 | 1.05130 |
| 13.5 | 1.05172 | 13.6 | 1.05215 | 13.7 | 1.05257 | 13.8 | 1.05300 | 13.9 | 1.05342 |
| 14.0 | 1.05385 | 14.1 | 1.05427 | 14.2 | 1.05470 | 14.3 | 1.05512 | 14.4 | 1.05555 |
| 14.5 | 1.05598 | 14.6 | 1.05640 | 14.7 | 1.05683 | 14.8 | 1.05726 | 14.9 | 1.05768 |

表A.1 锤度-视密度对照表（续）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 锤度  °Bx | 视密度  20℃ | 锤度  °Bx | 视密度  20℃ | 锤度  °Bx | 视密度  20℃ | 锤度  °Bx | 视密度  20℃ | 锤度  °Bx | 视密度  20℃ |
| 15.0 | 1.05811 | 15.1 | 1.05854 | 15.2 | 1.05897 | 15.3 | 1.05940 | 15.4 | 1.05983 |
| 15.5 | 1.06026 | 15.6 | 1.06069 | 15.7 | 1.06112 | 15.8 | 1.06155 | 15.9 | 1.06198 |
| 16.0 | 1.06241 | 16.1 | 1.06284 | 16.2 | 1.06327 | 16.3 | 1.06370 | 16.4 | 1.06414 |
| 16.5 | 1.06457 | 16.6 | 1.06500 | 16.7 | 1.06544 | 16.8 | 1.06587 | 16.9 | 1.06630 |
| 17.0 | 1.06671 | 17.1 | 1.06717 | 17.2 | 1.06761 | 17.3 | 1.06804 | 17.4 | 1.06848 |
| 17.5 | 1.06891 | 17.6 | 1.06935 | 17.7 | 1.06978 | 17.8 | 1.07022 | 17.9 | 1.07066 |
| 18.0 | 1.07110 | 18.1 | 1.07153 | 18.2 | 1.07197 | 18.3 | 1.07241 | 18.4 | 1.07285 |
| 18.5 | 1.07329 | 18.6 | 1.07373 | 18.7 | 1.07417 | 18.8 | 1.07461 | 18.9 | 1.07505 |
| 19.0 | 1.07549 | 19.1 | 1.07593 | 19.2 | 1.07637 | 19.3 | 1.07681 | 19.4 | 1.07725 |
| 19.5 | 1.07769 | 19.6 | 1.07814 | 19.7 | 1.07858 | 19.8 | 1.07902 | 19.9 | 1.07947 |
| 20.0 | 1.07991 | 20.1 | 1.08035 | 20.2 | 1.08080 | 20.3 | 1.08124 | 20.4 | 1.08169 |
| 20.5 | 1.08213 | 20.6 | 1.08258 | 20.7 | 1.08302 | 20.8 | 1.08347 | 20.9 | 1.08392 |
| 21.0 | 1.08436 | 21.1 | 1.08481 | 21.2 | 1.08526 | 21.3 | 1.08571 | 21.4 | 1.08616 |
| 21.5 | 1.08660 | 21.6 | 1.08705 | 21.7 | 1.08750 | 21.8 | 1.08795 | 21.9 | 1.08840 |
| 22.0 | 1.08885 | 22.1 | 1.08930 | 22.2 | 1.08975 | 22.3 | 1.09020 | 22.4 | 1.09066 |
| 22.5 | 1.09111 | 22.6 | 1.09156 | 22.7 | 1.09201 | 22.8 | 1.09247 | 22.9 | 1.09292 |
| 23.0 | 1.09337 | 23.1 | 1.09383 | 23.2 | 1.09428 | 23.3 | 1.09473 | 23.4 | 1.09519 |
| 23.5 | 1.09564 | 23.6 | 1.09610 | 23.7 | 1.09656 | 23.8 | 1.09701 | 23.9 | 1.09747 |
| 24.0 | 1.09792 | 24.1 | 1.09838 | 24.2 | 1.09884 | 24.3 | 1.09930 | 24.4 | 1.09976 |
| 24.5 | 1.10021 | 24.6 | 1.10067 | 24.7 | 1.10113 | 24.8 | 1.10159 | 24.9 | 1.10205 |
| 25.0 | 1.10251 | 25.1 | 1.10297 | 25.2 | 1.10343 | 25.3 | 1.10389 | 25.4 | 1.10435 |
| 25.5 | 1.10482 | 25.6 | 1.10528 | 25.7 | 1.10574 | 25.8 | 1.10620 | 25.9 | 1.10667 |
| 26.0 | 1.10713 | 26.1 | 1.10759 | 26.2 | 1.10759 | 26.3 | 1.10806 | 26.4 | 1.10899 |
| 26.5 | 1.10945 | 26.6 | 1.10992 | 26.7 | 1.11038 | 26.8 | 1.11085 | 26.9 | 1.11131 |
| 27.0 | 1.11178 | 27.1 | 1.11225 | 27.2 | 1.11272 | 27.3 | 1.11318 | 27.4 | 1.11465 |
| 27.5 | 1.11412 | 27.6 | 1.11459 | 27.7 | 1.11506 | 27.8 | 1.11553 | 27.9 | 1.11600 |
| 28.0 | 1.11647 | 28.1 | 1.11694 | 28.2 | 1.11741 | 28.3 | 1.11788 | 28.4 | 1.11835 |
| 28.5 | 1.11882 | 28.6 | 1.11929 | 28.7 | 1.11977 | 28.8 | 1.12024 | 28.9 | 1.12071 |
| 29.0 | 1.12119 | 29.1 | 1.12166 | 29.2 | 1.12214 | 29.3 | 1.12261 | 29.4 | 1.12308 |
| 29.5 | 1.12365 | 29.6 | 1.12404 | 29.7 | 1.12451 | 29.8 | 1.12499 | 29.9 | 1.12546 |
| 30.0 | 1.12594 | 30.1 | 1.12642 | 30.2 | 1.12690 | 30.3 | 1.12737 | 30.4 | 1.12785 |
| 30.5 | 1.12833 | 30.6 | 1.12881 | 30.7 | 1.12929 | 30.8 | 1.12977 | 30.9 | 1.13025 |
| 31.0 | 1.13073 | 31.1 | 1.13121 | 31.2 | 1.13169 | 31.3 | 1.13217 | 31.4 | 1.13266 |
| 31.5 | 1.13314 | 31.6 | 1.13362 | 31.7 | 1.13410 | 31.8 | 1.13459 | 31.9 | 1.13507 |
| 32.0 | 1.13555 | 32.1 | 1.13604 | 32.2 | 1.13652 | 32.3 | 1.13701 | 32.4 | 1.13749 |
| 32.5 | 1.13798 | 32.6 | 1.13846 | 32.7 | 1.13895 | 32.8 | 1.13944 | 32.9 | 1.13992 |

