

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 475—2023

甘蔗蔗汁中可溶性二氧化硅含量的测定 分光光度法

Determination of soluble silica content in sugarcane
juice—spectrophotometric method

2023 – 04 – 24 发布

2023 – 04 – 30 实施

广西标准化协会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 2

5 试剂 2

6 仪器设备 2

7 蔗汁制备 3

8 测定步骤 3

9 计算及结果表示 3

10 精密度 4

11 其他 4

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、归口并宣贯。

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验测试中心（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、广西协致标准化认证咨询服务有限责任公司、广西兴桂质量标准化认证咨询服务事务所（有限合伙）、广西强桂标准化服务事务所（普通合伙）。

本文件主要起草人：王天顺、蓝冬丽、蒋文艳、陈伟、黄宏业、廖洁、杨玉霞、陈赶林、黄林华、梁雪莲、王海军、何洁、宁德娇、苏子华、石敏、谢宏昭、张敏、李慧玲、陈泳歆、王彦力、谭爱、赵翊波、何梓潇、黄坚水、莫薇、彭露、黄文敏、余弦、甘小丽。

甘蔗蔗汁中可溶性二氧化硅含量的测定 分光光度法

1 范围

本文件界定了甘蔗蔗汁中可溶性二氧化硅含量测定涉及的术语和定义,描述了用分光光度法测定甘蔗蔗汁中可溶性二氧化硅含量的原理、试剂、仪器设备、蔗汁制备、测定步骤、计算及结果表示和精密

度。
本文件适用于甘蔗蔗汁中可溶性二氧化硅含量的测定。

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
DB45/T 2206.1 甘蔗品质的分析方法 第1部分:样品的采集和预处理
T/GXAS 472 甘蔗蔗汁重力纯度测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

固溶物 soluble solids

可溶于蔗汁中的固体物质(包括蔗糖和非蔗糖物)。

3.2

可溶性二氧化硅 soluble silicon dioxide

可溶于蔗汁中的二氧化硅。

3.3

蔗汁锤度 brix in cane juice

蔗汁中视固溶物的质量百分率(%)。

3.4

蔗汁视固溶物 apparent solids in cane juice

用锤度计或折光锤度计测得的蔗汁中可溶性固体物质。

3.5

蔗汁视密度 apparent density in cane juice

20℃时单位体积蔗汁中所含物质的质量(g/mL)。

4 原理

在酸性条件下,蔗汁中可溶性二氧化硅与钼酸铵反应,生成可溶性黄色硅钼杂多酸络合物。黄色硅钼杂多酸络合物在还原剂作用下生成蓝色硅钼杂多酸,其在660nm处的吸光度值与二氧化硅的浓度成正比。用分光光度计测定试样溶液的吸光度,与标准系列比较定量。

5 试剂

5.1 除另有说明外,所用试剂均为优级纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的要求。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。

5.2 高锰酸钾 (KMnO_4)。

5.3 钼酸铵 [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]。

5.4 柠檬酸铵 [$\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7(\text{NH}_4)_3$]。

5.5 盐酸 (HCl): $\rho = 1.19 \text{ g/cm}^3$ 。

5.6 亚硫酸钠 (Na_2SO_3)。

5.7 1-氨基-2-萘-4-磺酸 ($\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$)。

5.8 高锰酸钾溶液 ($c=6 \text{ g/L}$): 称取 6.0 g 高锰酸钾 (5.2), 加水溶解后转移至 1 000 mL 棕色容量瓶, 用水定容至刻度, 避光保存备用。

5.9 钼酸铵溶液 ($c=100 \text{ g/L}$): 称取 100.0 g 钼酸铵 (5.3), 加水溶解后转移至 1 000 mL 棕色容量瓶, 用水定容至刻度, 避光保存备用。

5.10 柠檬酸铵溶液 ($c=200 \text{ g/L}$): 称取 200.0 g 柠檬酸铵 (5.4), 加水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶, 用水定容至刻度, 保存备用。

5.11 盐酸溶液 (1+10): 量取 1 体积的盐酸 (5.5) 加入 10 体积的水混合摇匀。

5.12 还原剂溶液:

a) 称取 90.0 g 焦亚硫酸钠 (5.6) 溶于 800 mL 水中;

b) 分别称取 7.0 g 无水亚硫酸钠和 1.5 g 1-氨基-2-萘-4-磺酸 (5.7), 混合溶解, 用水稀释至 100 mL;

c) 将 a)、b) 混合, 用水稀释至 1 000 mL, 储于棕色瓶中, 冷藏 ($0^\circ\text{C} \sim 4^\circ\text{C}$) 备用。

5.13 二氧化硅标准溶液 ($1\,000 \text{ mg/L}$): 使用有证标准溶液或按 GB/T 601 配制和标定。

6 仪器设备

6.1 压榨机。

6.2 分析天平: 感量 0.1 g。

6.3 分光光度计: 波长范围 325 nm~800 nm, 并配有 1.0 cm 比色皿。

6.4 容量瓶: 100 mL、250 mL、1 000 mL。

6.5 烧杯: 100 mL、250 mL、1 000 mL。

6.6 吸量管: 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、50 mL。

6.7 定性滤纸。

6.8 筛网: 140 μm (100 目)。

7 蔗汁制备

甘蔗样品采集和处理按DB45/T 2206.1的规定进行，甘蔗称重后用压榨机压榨（不少于两次），收集蔗汁，过140 μm（100目）筛保存，待测。

8 测定步骤

8.1 标准曲线的绘制

分别吸取二氧化硅标准溶液于7个100 mL容量瓶中，使二氧化硅含量分别为0 mg、0.1 mg、0.2 mg、0.4 mg、0.6 mg、0.8 mg、1.0 mg，依次加入40 mL水、10 mL高锰酸钾溶液（5.8）、10 mL钼酸铵溶液（5.9）和5 mL盐酸溶液（5.11）。静置1 min后加入10 mL柠檬酸铵溶液（5.10）混匀，静置2.5 min后加入10 mL还原剂溶液（5.12），加水稀释至100 mL，摇匀，静置1 h至室温后于波长660 nm处测定溶液吸光度。以二氧化硅含量为纵坐标，吸光度为横坐标绘制标准曲线，求拟合曲线方程。

8.2 试样的测定

8.2.1 将蔗汁混匀后过筛网滤去蔗渣，滤液再用定性滤纸过滤，吸取1 mL~10 mL滤纸过滤后的蔗汁滤液于100 mL容量瓶中，按照8.1的步骤测定溶液吸光度，记录吸光度 A 。

8.2.2 另吸取相同体积的蔗汁于100 mL容量瓶中，加入40 mL水。依次加入10 mL高锰酸钾溶液（5.8）、10 mL柠檬酸铵溶液（5.10）、10 mL钼酸铵溶液（5.9）和5 mL盐酸溶液（5.11），加水稀释至100 mL。摇匀，静置1 h至室温后于波长660 nm处测定溶液吸光度，记录吸光度 A_0 。

8.2.3 前后测定吸光度之差即为样液中二氧化硅吸光度，代入拟合曲线方程计算样液中二氧化硅含量 X_0 ，按式（1）计算：

$$X_0 = a(A - A_0) + b \quad (1)$$

式中：

X_0 ——样液中二氧化硅含量，单位为毫克（mg）；

A ——前吸光度；

A_0 ——后吸光度；

a ——曲线斜率；

b ——曲线截距。

8.3 蔗汁锤度

按T/GXAS 472规定执行。

9 计算及结果表示

蔗汁中可溶性二氧化硅含量 X 以蔗汁中100 g固溶物中 SiO_2 质量（g）计，按式（2）计算：

$$X = \frac{X_0 \times 100}{V \times d \times B \times 1000} \times 100 \quad (2)$$

式中：

X ——蔗汁中二氧化硅含量，单位为克每一百克（g/100 g）；

S_0 ——样液中二氧化硅含量，单位为毫克（mg）；

V ——蔗汁体积，单位为毫升（mL）；

d ——蔗汁视密度（20℃），单位为克每毫升（g/mL），用蔗汁锤度查T/GXAS 472附录B得到；

B ——蔗汁锤度（20℃），单位为锤度（° Bx）。

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。

10 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超过算术平均值的5%。

11 其他

本方法检出限为0.06 mg/L，定量限为0.2 mg/L。

中华人民共和国团体标准
甘蔗蔗汁中可溶性二氧化硅含量的测定 分光光度法
T/GXAS 475—2023
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究