

ICS 65.020

CCS B 34

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 477—2023

甘蔗蔗汁中总氮含量的测定 硫酸滴定法

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

2023 - 04 - 24 发布

2023 - 04 - 30 实施

广西标准化协会 发布

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、全州县食品药品检验检测中心、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、陈伟、廖国亮、杨玉霞、谢宏昭、梁雪莲、黄林华、陈赶林、廖洁、蒋文艳、王海军、宁德娇、何洁、苏子华、谭爱、石敏、张敏、李慧玲、陈泳歆、王彦力、赵翊波、何梓潇、黄坚水、蓝冬丽、莫薇、李媛媛、李雪华、梁宇斌。

甘蔗蔗汁中总氮含量的测定 硫酸滴定法

1 范围

本文件界定了甘蔗蔗汁中总氮含量测定涉及的术语和定义，描述了测定蔗汁中总氮含量的原理、试剂、仪器设备、蔗汁制备、测定步骤、计算及结果表示、精密度。

本文件适用于甘蔗的蔗汁总氮含量的测定。

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

蔗汁锤度 brix in cane juice

蔗汁中视固溶物的质量百分率（%）。

3.3

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。

3.4

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

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，经硫酸标准滴定溶液滴定，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。

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 氢氧化钠 (NaOH)。

5.3 硼酸 (H_3BO_3)。

5.4 甲基红 ($C_{15}H_{15}N_3O_2$)。

5.5 溴甲酚绿 ($C_{21}H_{14}Br_4O_5S$)。

5.6 乙醇溶液 (95%)。

5.7 硫酸 (H_2SO_4)： $\rho = 1.84 \text{ g/cm}^3$ 。

5.8 过氧化氢溶液 ($\phi \geq 30\%$)：优级纯。

5.9 氢氧化钠溶液 ($c = 10 \text{ mol/L}$)：称取 40.0 g 氢氧化钠 (5.2)，加水溶解后转移至 100 mL 容量瓶，用水定容至刻度，摇匀，转移至塑料瓶保存备用。

5.10 氢氧化钠溶液 ($c = 0.1 \text{ mol/L}$)：称取 0.40 g 氢氧化钠 (5.2)，加水溶解后转移至 100 mL 容量瓶，用水定容至刻度，摇匀，转移至塑料瓶保存备用。

5.11 硼酸-指示剂混合溶液：

a) 硼酸溶液 ($c = 10 \text{ g/L}$)：称取 10.0 g 硼酸 (5.3)，加水溶解转移至 1 000 mL 容量瓶，用水定容至刻度，摇匀，保存备用；

b) 甲基红指示剂 ($c = 1 \text{ g/L}$)：称取 0.10 g 甲基红 (5.4)，加乙醇溶液 (5.6) 溶解后转移至 100 mL 容量瓶，用乙醇溶液 (5.6) 定容至刻度，摇匀，保存备用；

c) 溴甲酚绿指示剂 ($c = 1 \text{ g/L}$)：称取 0.10 g 溴甲酚绿 (5.5)，加乙醇溶液 (5.6) 溶解转移至 100 mL 容量瓶，用乙醇溶液 (5.6) 定容至刻度，摇匀，保存备用。

注：使用前，1 L 硼酸溶液中加入 7 mL 甲基红指示剂和 10 mL 溴甲酚绿指示剂，混合均匀，并用氢氧化钠溶液 (5.10) 调节至紫红色 (pH 值为 4.5)。

5.12 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2H_2SO_4) = 0.10 \text{ mol/L}$]：按 GB/T 601 的规定配制并标定。

6 仪器设备

6.1 压榨机。

6.2 自动定氮仪。

6.3 消解炉：温度 $> 400 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.4 消解管。

6.5 分析天平：感量 0.01 g。

6.6 吸量管：2 mL、5 mL、10 mL、20 mL。

6.7 容量瓶：100 mL、1 000 mL。

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 规定执行，甘蔗称重后用压榨机进行不少于两次的压榨，收集蔗汁，过 140 μm (100 目) 筛保存，待测。

8 测定步骤

8.1 试样的消解

8.1.1 吸取 5 mL~10 mL 蔗汁滤液于消解管底部，加入 2 mL 硫酸（5.7），试样膨胀完毕后，缓缓加入 10 mL~18 mL 硫酸（5.7），置于消解炉中加热至 250 °C，当消解管中有大量白烟冒出时，将温度升至 390 °C，直至消解管内的蔗汁呈黑色炭化物，取下冷却，分次加入适量过氧化氢溶液（5.8），消解。反复多次，直至溶液完全透明，再加热 30 min。取出消解管，冷却至室温，将消解液转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至 100 mL，摇匀，待测。

8.1.2 同时吸取 5 mL~10 mL 水代替蔗汁，做空白试验，消解处理参照 8.1.1。

8.2 试样的测定

按自动定氮仪使用说明书，设置氢氧化钠溶液（5.9）和硼酸-指示剂混合溶液（5.11）加入量。吸取待测液（8.1.1）50 mL~100 mL 加入消解管中蒸馏后，用硫酸标准滴定溶液（5.12）进行滴定，记录空白试样消耗体积 V_0 、试样消耗体积 V_1 。

8.3 蔗汁锤度

按 T/GXAS 472 规定执行。

9 计算及结果表示

蔗汁中总氮含量 X [以蔗汁中所含的总氮质量百分含量（%）计]，按式（1）计算：

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0.014}{V \times d} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X ——蔗汁中总氮含量，单位为质量百分含量（%）；

V_1 ——滴定试样消耗硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试样消耗硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——硫酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——蔗汁体积，单位为毫升（mL）；

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

0.014——每摩尔氮的质量，单位为千克每摩尔（kg/mol）。

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得超过算术平均值的 3%。

中华人民共和国团体标准
甘蔗蔗汁中总氮含量的测定 硫酸滴定法
T/GXAS 477—2023
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究