

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1754—2009

甜菜中钾、钠、 α -氮的测定

Determination of kalium, sodium and α -nitrogen
in root of sugarbeet

2009-04-23 发布

2009-05-20 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：农业部甜菜品质监督检验测试中心。

本标准主要起草人：吴玉梅、周芹、吴庆峰、张玉霜、张福顺、胡晓航、王哲玮。

甜菜中钾、钠、 α -氮的测定

1 范围

本标准规定了甜菜块根中钾、钠、 α -氮含量的测定方法。

本标准适用于甜菜块根中钾、钠、 α -氮含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB / T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB / T 10496 糖料甜菜

3 原理

钾、钠在火焰中激发，原子回降至基态时发射的光谱强度与含量成正比。处于基态的 α -氮分子在吸收适当光能后，其价电子从成键分子轨道或非键轨道跃迁到反键分子轨道上去，激发态在返回基态时发射荧光，荧光强度与溶液中发光物质的浓度成正比。

4 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯试剂和GB / T 6682中规定的三级水。

4.1 3.17 g / L 硫酸铝浸提液：准确称取 158.50 g 硫酸铝 $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3] \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ，放入 2 000 mL 烧杯中，加水搅拌至溶解，移入 2 000 mL 容量瓶中，定容。移入恒温药箱 $[(25 \pm 1)^\circ\text{C}]$ ，添加 48 L 水，使最后的总体积为 50 L。

4.2 钾(KCl 0.969 g / L)、钠(NaCl 0.380 g / L)、 α -氮(L α -谷氨酰胺 1.900 g / L) 标准液(简称 100 液)：称取 1.900 g L α -谷氨酰胺 ($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_3$)、0.969 g 氯化钾(KCl)和 0.380 g 氯化钠(NaCl)，用水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，定容。

4.3 空白液(简称 0 液)：称取 1.000 g 硫酸铝 $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3] \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ，用水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，定容，摇匀。

4.4 33%氢氧化钠溶液：称取 330 g 氢氧化钠(NaOH)溶于 1 000 mL 水中。

4.5 A 液：称取 9.500 g 硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 放入 1 000 mL 烧杯中，用 800 mL 水溶解，加入 4 mL 33%氢氧化钠溶液(4.4)，混匀，用稀氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节溶液 pH 至 10.3，移 1 000 mL 容量瓶中，定容。

4.6 B 液：称取 0.150 g 邻苯二甲醛($\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_2$)于 5 mL 试管中，用 1 mL 无水乙醇溶解，保存至冰箱备用。

4.7 C 试剂：3-巯基-1, 2-丙二醇($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2\text{S}$)。

4.8 OPT-试剂：将 1 000 mL A 液、1 mL B 液和 0.2 mL C 试剂混合均匀。注意：该试剂配制后在 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ 条件下只能使用 5 d。

4.9 0.150 g / L 硫酸锂溶液：称取 0.150 g 硫酸锂 ($\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)，用水溶解后加入 2.5 mL 冰乙酸(CH_3COOH)，然后移入 1 000 mL 容量瓶中，定容。

4. 10 燃烧间断液：称取 0.194 g 氯化钾(KCl)、0.076 g 氯化钠(NaCl)、3.000 g 硫酸锂($\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)放入烧杯中，用水溶解，加入 50 mL 冰乙酸(CH_3COOH)，移入 2 000 mL 容量瓶中，定容，摇匀。转入 18 L 水中，混匀。

4. 11 次氯酸钠清洗液：[$c(\text{NaClO})=1.5\%$]。

5 仪器和设备

5. 1 甜菜品质自动分析仪。

5. 2 澄清剂控制箱：控制溶液温度范围 $15^\circ\text{C} \sim 35^\circ\text{C}$ 。

5. 3 比例分析天平：称量范围 5 g~40 g，精确度 0.01 g，样品与浸提液比例为 1: (6.821±0.008)。

5. 4 锯糊机：转速 2 800 r / min~2 900 r / min，锯片直径 250 mm。

5. 5 浸提待测样品自动流水线装置：浸渍杯搅拌器转速 1 400 r / min~2 000 r / min，总浸渍时间 6 min~8 min，浸渍杯自动刷洗烘干，浸出滤液数量 >60 mL。

5. 6 检糖管：连续流动式检糖管，进出口应靠近管端。长度 200.00 mm±0.02 mm，内径 7 mm~10mm。

6 试样制备

从每批或每份样品中，随机选取 20 株符合 GB / T 10496 中外观质量要求的甜菜为一个样品，按标准去掉青头和尾根，清洗干净后，逐株用锯糊机在块根非根沟(块根着生侧根部位)一面的居中处，纵向锯沟至根体 1 / 2 处锯取甜菜糊。将甜菜糊充分搅拌均匀，用四分法选取有代表性的样品 150 g 左右，放置在铝碗中备用。

7 分析步骤

准确称取已制备好的甜菜糊样品 26.00 g 左右，置于校准后的比例天平上，按下工作按钮，此时硫酸铝浸提溶液(4. 1)按比例流入量杯中，将甜菜糊样品完全转入检糖自动流水装置的浸提杯内，再将量杯内的硫酸铝浸提溶液转移至浸提杯内。自动搅拌浸提 6 min 左右，浸提液自动倾入带有滤纸的漏斗内进行过滤，用干净烧杯接取滤液至少 60 mL(如滤液浑浊，可滴加 1~2 滴乙酸)，该澄清试样溶液用于测定钾、钠和 α -氮含量。

8 测定

8. 1 准备

开机前将仪器的三根吸管分别对应放入 OPT-试剂 (4. 8)、硫酸锂溶液 (4. 9)和燃烧间断液 (4. 10)中。

8. 2 校正 0 点

用次氯酸钠清洗液(4. 11)将甜菜品质自动分析仪洗涤至少 2 次，向仪器漏斗内注入不少于 60 mL 空白液(4. 3)，仪器自动校正 0 点，连续校正 3 次，使 0 点测定误差不超过±0.1。

8. 3 校正 100 点

向仪器漏斗内注入不少于 60 mL 的 100 液(4. 2)，仪器自动校正 100 点，连续校正 3 次，使 100 点测定误差不超过±0.1。

8. 4 试样溶液的测定

向仪器漏斗内注入不少于 60 mL 试样溶液，仪器自动测定，并输出测定值。做平行测定 3 次，取后 2 次测定值。

8. 5 空白试验

操作步骤和应用的试剂与测定样品相同。

9 结果的表述

测定数据仪器自动记录并自动计算结果。钾、钠、 α -氮含量均以 mmol / kg 表示，结果保留到小数点后 2 位。

10 允许差

10.1 钾、钠两次平行试验结果的绝对差值不大于 0.5。

10.2 α -氮两次平行试验结果的绝对差值不大于 0.3。
