

中华人民共和国烟草行业标准

YC/T 161—2002

烟草及烟草制品 总氮的测定 连续流动法

Tobacco and tobacco products—Determination of total nitrogen
—Continuous flow method

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2002-09-12 发布

2002-12-01 实施

国家烟草专卖局 发布

前 言

本标准由国家烟草专卖局提出。

本标准由全国烟草标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家烟草质量监督检验中心。

本标准主要起草人：刘惠民、王芳、李荣、李萍。



烟草及烟草制品 总氮的测定

连续流动法

1 范围

本标准规定了烟草中总氮的测定方法(不包括硝态氮)。

本标准适用于烟草和烟草制品。

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 5606.1 卷烟 抽样

YC/T 5 烟叶成批取样的一般原则

YC/T 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

3 原理

有机含氮物质在浓硫酸及催化剂的作用下,经过强热消化分解,其中的氮被转化为氨。在碱性条件下,氨被次氯酸钠氧化为氯化铵,进而与水杨酸钠反应产生一靛蓝染料,在 660 nm 比色测定。

4 试剂

使用分析纯级试剂,水应为蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 Brij 35 溶液(聚乙氧基月桂醚)

将 250 g Brij 35 加入到 1 L 水中,加热搅拌直至溶解。

4.2 次氯酸钠溶液

移取 6 mL 次氯酸钠(有效氯含量 $\geq 5\%$)于 100 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,加 2 滴 Brij 35 (4.1)。

4.3 氯化钠-硫酸溶液

称取 10.0 g 氯化钠于烧杯中,用水溶解,加入 7.5 mL 浓硫酸,转入 1 000 mL 的容量瓶中,用水定容至刻度,加入 1 mL Brij 35(4.1)。

4.4 水杨酸钠-亚硝基铁氰化钠溶液

称取 75.0 g 水杨酸钠($\text{Na}_2\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_3$)、亚硝基铁氰化钠 $[\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO} \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 0.15 g 于烧杯中,用水溶解,转入 500 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,加入 0.5 mL Brij 35。

4.5 缓冲溶液

称取酒石酸钾钠($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 25.0 g、磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) 17.9 g、氢氧化钠(NaOH) 27.0 g,用水溶解,转入 500 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL Brij 35。

4.6 进样器清洗液

移取 40 mL 浓硫酸(H_2SO_4)于 1 000 mL 容量瓶中,缓慢加水,定容至刻度。

4.7 氧化汞(HgO), 红色

4.8 硫酸钾(K₂SO₄)

4.9 标准溶液

4.9.1 储备液: 称取 0.943 g 硫酸铵于烧杯中, 精确至 0.000 1 g, 用水溶解, 转入 100 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度。此溶液氮含量为 2 mg/mL。

4.9.2 工作标准液: 根据预计检测到的样品的总氮含量, 制备至少 5 个工作标准液。制备方法是: 分别移取不同量的储备液, 按照与样品消化同样的量加入氧化汞、硫酸钾、硫酸, 并与样品一同消化。

5 仪器设备

常用实验仪器及

5.1 连续流动分析仪(见图 1), 由下述各部分组成:

—— 消化器, 建议消化管容量为 75 mL;

—— 取样器;

—— 比例泵;

—— 渗析器;

—— 加热槽;

—— 螺旋管;

—— 比色计, 配 660 nm 滤光片;

—— 记录仪或其他合适的数据处理装置。

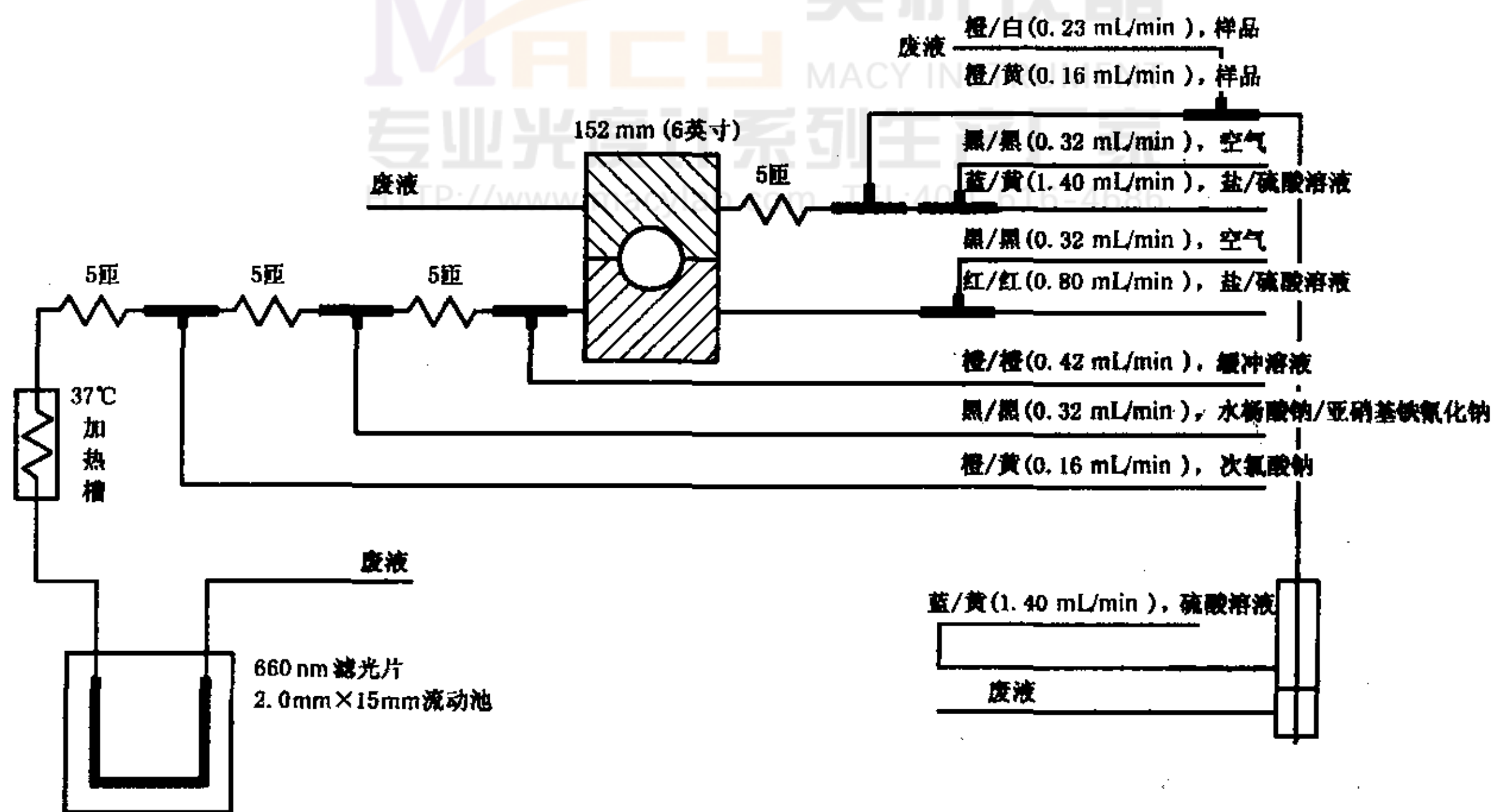


图 1 总氮测定管路图

5.2 天平, 感量 0.000 1 g。

6 分析步骤

6.1 按 GB/T 5606.1 或 YC/T 5 抽取样品。

6.2 按 YC/T 31 制备试样, 测定水分含量。

6.3 称取 0.1 g 试料于消化管中, 精确至 0.000 1 g, 加入氧化汞(4.7)0.1 g、硫酸钾 1.0 g、浓硫酸

5.0 mL。

6.4 将消化管置于消化器上消化。消化器工作参数为：150 C 1 h, 370 C 1 h。消化后稍冷，加入少量水，冷却至室温，用水定容至刻度，摇匀。

6.5 上机运行工作标准液和样品液。如样品液浓度超出工作标准液的浓度范围，则应重新制作工作标准液。

7 结果的计算与表述

7.1 总氮含量的计算

以干基计的总氮的含量，由式(1)得出：

$$\text{总氮(\%)} = \frac{c}{m \times (1 - W)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c ——样品液总氮的仪器观测值，单位为毫克(mg)；

m ——试料的质量，单位为毫克(mg)；

W ——试样的水分含量。

7.2 结果的表述

以两次测定的平均值作为测定结果，结果精确至 0.01%。

8 精密度

两次平行测定结果绝对值之差不应大于 0.05%。

M 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686