团体标准

T/GXAF 0013-2023

复合肥料 褐藻寡糖含量的测定 分光光度计法

Complex fertilizers—Determination of Alginate Oligosaccharides—
Spectrophotometry

2023-06-13 发布

2023-07-01 实施

前 言

本文件按照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。

本文件由南宁汉和生物科技股份有限公司提出。

本文件由广西肥料协会归口并宣贯。

本文件起草单位: 南宁汉和生物科技股份有限公司、新胜利工业集团有限公司。

本文件主要起草人: 余义发、潘能良、潘巨武、梁承、白雪、胡琼、梁丰收、李福信、韩幸。

复合肥料 褐藻寡糖含量的测定 分光光度计法

1 范围

本文件规定了复合肥料中褐藻寡糖含量测定的术语和定义、原理、仪器、试剂、操作步骤和重复性。本文件适用于复合肥料中生物酶降解条件下转变为聚合度为2~20的褐藻寡糖含量的测定。 本文件中褐藻寡糖含量的方法检出限为 5×10⁻⁷%,测定下限为 1.5×10⁻⁶%。

2 规范性引用

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法 GB/T 15063 复合肥料

3 术语和定义

3.1 褐藻寡糖 alginate oligosaccharides

褐藻酸在生物酶降解条件下转变为聚合度为2~20的线性低聚糖。结构见附录A。

4 原理

利用酶解法生产的褐藻寡糖因其通过β消除形成双键的糖醛酸结构在波长235 nm处有稳定吸收,吸收值与褐藻寡糖浓度呈正比例线性关系,计算得褐藻寡糖的含量。

5 试剂与材料

- 5.1 水: GB/T 6682, 二级。
- 5.2 褐藻寡糖标准品:含量≥95.0%。
- 5.3 褐藻寡糖储备液($1.0\,\text{mg/mL}$): 准确称取含 $0.1000\,\text{g}$ 褐藻寡糖标准品于 $100\,\text{mL}$ 容量瓶中,用去离子水溶解并定容,摇匀备用。现配现用。
- 5.4 褐藻寡糖标准工作溶液: 分别准确移取褐藻寡糖储备液(1.0 mg/mL) 0 mL、0.20 mL、0.40 mL、
- 0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL 置于6个10 mL的比色管中,用去离子水定容,摇匀。此系列浓度分别是0 mg/mL、
- 0.02 mg/mL、0.04 mg/mL、0.06 mg/mL、0.08 mg/mL、0.10 mg/mL 的标准工作溶液。现配现用。

6 仪器和设备

- 6.1 紫外-可见分光光度计。
- 6.2 电子分析天平: 感应量为 0.0001 g。
- 6.3 石英比色皿: 1 cm。

7 试样

- 7.1 取制样按 GB/T 15063 进行。
- 7.2 称取试样 2g~5g, 精确到 0.0001 g。

8 试验步骤

8.1 标准曲线的制作

利用分光光度计,以溶剂作参比,在235 nm 波长处,用石英比色皿测量褐藻寡糖标准工作溶液(5.4)的吸收值,以褐藻寡糖的浓度为横坐标,吸收值为纵坐标,制作工作标准曲线。

8.2 测定

试样 (7.2) 于 100 mL 容量瓶中用去离子水溶解并定容,摇匀,过滤。再准确移取 1.00 mL 溶液于 10 mL 比色管中,用去离子水定容,摇匀。利用分光光度计,在 235 nm 波长处,用石英比色皿测定试样溶液的吸收值。如果测得的吸收值不在标准曲线范围内,需提高或稀释待测样品的浓度,使其测得的吸收值在标准曲线范围内。

8.3 平行试验

平行进行2次测定,取其平均值。

9 结果计算和表述

褐藻寡糖的含量 W 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{c \cdot V \cdot D}{m \times 10^3} \times 100$$
 (1)

式中:

- c ——由标准曲线查出的试样溶液中褐藻寡糖的含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V ——试样的定容体积,单位为毫升(mL);
- D ——试样溶液的稀释倍数:
- m ——试样的称样质量,单位为克(g);
- 计算结果保留小数点后第三位数字。

10 精密度

10.1 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值(百分率)符合表 1的规定。

| 表 1 | 实验室 | 山 重复 | 性亜求 |
|------|--|-------------|-----|
| 1X I | * *********************************** | 171 里 友 | |

| 被测组分含量 | 精密度 | |
|--------|-----|--|
| ≤0.1% | 10% | |
| >0.1% | 5% | |

10.2 在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值(百分率)符合表 2的规定。

表 2 实验室间再现性要求

| 被测组分含量 | 精密度 |
|--------|-----|
| ≤0.1% | 12% |
| >0.1% | 8% |

附 录 A (资料性) 褐藻寡糖结构

褐藻寡糖结构如图 A.1 所示

图 A.1 褐藻寡糖结构