

前 言

本标准是根据美国公职分析化学家协会(AOAC)《分析方法手册》(第十四版)中 3.148~3.150 条制定的,在技术内容上与它们等效,在编写规则上与之不同。

在依据 AOAC《分析方法手册》(第十四版)制定本标准时,考虑到国内烟草行业对硝态氮一般没有要求,因此本标准不测定硝态氮。

在制定本标准时,本标准规定只使用甲基红指示剂,取消了 AOAC《分析方法手册》(第十四版)中也可使用甲基红-次甲基蓝混合指示剂的选择性操作方法,这样做有利于提高测定数据的可比性。

本标准的附录 A 为标准的附录。

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、陈燕、王芳、杨进、赵明月。

中华人民共和国烟草行业标准

烟草及烟草制品 总氮的测定 克达尔法 YC/T 33—1996

Tobacco and tobacco products—Determination of total nitrogen— Kjeldahl method

1 范围

本标准规定了总氮的测定方法。

本标准适用于烟草及烟草制品,不考虑硝态氮的存在。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 5606.1—1996 卷烟 第1部分:抽样

YC/T 5—1992 烟草成批原料取样的一般原则

YC/T 31—1996 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

3 原理

有机含氮物质中的氮,在浓硫酸及催化剂作用下,经过强热消化分解,氮被分解为氨,与溶液中过量的硫酸结合成硫酸铵,保留于溶液中。向消化液中加入强碱,释放出氨,将氨蒸馏于标准酸液中,用碱标准滴定溶液返滴定,求出试样的含氮量。

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 氧化汞,红色。

4.2 硫酸钾。

4.3 锌粒。

4.4 硫酸,95%~98%。

4.5 氢氧化钠-硫代硫酸钠溶液:把500g氢氧化钠和40g硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,稀释至1L。

4.6 硫酸标准滴定溶液, $c(0.5\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{mol/L}$,见附录A(标准的附录)。

4.7 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$,见附录A(标准的附录)。

4.8 甲基红指示剂,0.1%。

5 仪器、设备

常用实验仪器及下述各项。

5.1 克氏烧瓶,500mL。

国家烟草专卖局1996-10-07批准

1997-07-01实施

- 5.2 三角瓶,300mL。
 5.3 量筒,25mL,100mL,250mL。
 5.4 单刻度移液管,25mL。
 5.5 碱式滴定管,25mL。
 5.6 蒸馏装置。

6 抽样

- 6.1 烟叶
 按 YC/T 5 抽取烟叶作为实验室样品。
 6.2 卷烟
 按 GB/T 5606.1 抽取卷烟作为实验室样品。

7 分析步骤

- 7.1 试样的制备
 按 YC/T 31 制备试样。
 7.2 测定次数
 每个试样应平行测定两次。
 7.3 水分含量的测定
 按 YC/T 31 测定试样的水分含量。

7.4 总氮的测定

称取约 1g 试料置于克氏烧瓶(5.1)内,精确至 0.001g,加入氧化汞(4.1)0.7g,硫酸钾 10g 及硫酸(4.4)25mL,混合均匀。将克氏烧瓶斜置于定氮架上,缓慢加热,待泡沫停止,溶液澄清后,再迅速煮沸 1~1.5h。

冷却,加入 250mL 水,冷却至室温。加锌粒 2~3 颗,倾斜克氏烧瓶,沿瓶壁小心加入氢氧化钠-硫代硫酸钠溶液(4.5)100mL,不要摇动,立即连接于蒸馏装置,用内有 25mL 硫酸标准滴定溶液(4.6)的三角瓶(5.2)作接收器〔内加 3~4 滴甲基红指示剂(4.8)〕,冷凝管末端应浸入酸液中。小心摇动克氏烧瓶,使内容物充分混合,加热蒸馏直至馏出液达 150mL。取下三角瓶,同时用水冲洗冷凝管末端,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.7)返滴定过量的酸,溶液由红色变为无色即为终点。同时做空白试验,并加以校正。

注:蒸馏过程中三角瓶中液体应保持红色,否则,应减少称样量重新消化、蒸馏。

8 结果的计算与表述

8.1 计算公式

总氮的质量百分含量 N 由式(1)得出:

$$N = \frac{\{(V_1 - V_0) \times C_1 - V_2 \times C_2\} \times 14}{m \times (1 - W) \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

- 式中: N ——总氮的质量百分含量,%;
 V_0 ——空白试验硫酸标准滴定溶液的耗用量,mL;
 V_1 ——硫酸标准滴定溶液的用量,mL;
 V_2 ——滴定耗用的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;
 C_1 ——硫酸标准滴定溶液的浓度,mol/L;
 C_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,mol/L;
 m ——试料质量,g;
 W ——试样的水分质量百分含量。

8.2 结果的表述

以两次平行测定的平均值作为测定结果,精确至 0.01%。

9 精密度

两次平行测定结果绝对值之差不应大于 0.05%。

附录 A

(标准的附录)

氢氧化钠标准滴定溶液和硫酸标准滴定溶液的配制

A1 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$

A1.1 配制

称取 50g 氢氧化钠,溶于 50mL 水中,摇匀,注入密闭容器,放置至溶液清亮。用塑料管虹吸 10mL 上层清液,注入 2 000mL 煮沸放冷的蒸馏水中,摇匀。

A1.2 标定

A1.2.1 测定方法

称取约 0.6g 于 105~110℃ 烘至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾,精确至 0.000 1g,溶于 50mL 煮沸放冷的蒸馏水中,加两滴酚酞指示剂(10g/L),用配制好的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色。同时做空白试验。

A1.2.2 计算

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度由式(A1)得出:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.2042} \dots\dots\dots (\text{A1})$$

式中: $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量, g;

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的用量, mL;

V_2 ——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液的用量, mL;

0.2042——与 1.00mL 1.000mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液相当的以克表示的邻苯二甲酸氢钾的质量。

A2 硫酸标准滴定溶液, $c(0.5\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{mol/L}$

A2.1 配制

量取 6mL 95% 硫酸,缓缓注入 2 000mL 水中,冷却,摇匀。

A2.2 标定

A2.2.1 测定方法

移取 25mL 配制好的硫酸溶液于 50mL 煮沸放冷的蒸馏水中,加两滴酚酞指示剂(10g/L),用氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色。

A2.2.2 计算

硫酸标准滴定溶液的浓度由式(A2)得出:

$$c(0.5\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{V_1 \times C_1}{V_2} \dots\dots\dots (\text{A2})$$

式中: $c(0.5\text{H}_2\text{SO}_4)$ ——硫酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的用量, mL;

V_2 ——硫酸标准滴定溶液的用量, mL;

C_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L。

A3 精密度

A3.1 浓度应精确至 0.000 1mol/L。

A3.2 平行试验不得少于八次,两人各作四平行,每人四平行测定结果的极差与平均值之比不得大于 0.2%;两人测定结果平均值之差与总平均值之比不得大于 0.2%。

A4 标定有效期

标定值有效期为二个月。
