|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 65.080 |
| CCS  |

|  |
| --- |
|  |

G 21 |

团体标准

T/GXAFXXXX—XXXX

复合肥料中褐藻寡糖含量的检测方法

Determination of Alginate Oligosaccharides in Enhanced Efficiency nitrogen Fertilizers

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX实施

广西肥料协会  发布

1. 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。

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、梁丰收、李福信。

复合肥料中褐藻寡糖含量的检测方法

* 1. 范围

本文件规定了复合肥料中褐藻寡糖含量的检测的术语和定义、原理、仪器、试剂、操作步骤和重复性。

本文件适用于从海带、马尾藻、巨藻、泡叶藻等褐藻类植物中提取的褐藻酸盐，经过加工制成的褐藻寡糖产品并添加到尿素、硫酸铵、氯化铵、磷酸一铵、氯化钾、硫酸钾硝铵、硝铵磷等一种或多种肥料混合而成的肥料中褐藻寡糖含量的检测。

* 1. 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/T8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

GB/T6682 分析实验室用水规格和试验方法

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件∶

3.1 褐藻寡糖

褐藻酸生物酶降解条件下转变为聚合度为2~20的线性低聚糖。

3.2 褐藻寡糖的含量

褐藻寡糖产品中褐藻寡糖占复合肥料肥料的质量百分比。

* 1. 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235nm处有稳定吸收，吸收值与褐藻寡糖浓度呈正比例线性关系，通过计算可得褐藻寡糖的含量。

* 1. 试剂与材料
		1. 水为GB/T 6682 规定的二级水
		2. 褐藻寡糖标准品：含量≥95%
		3. 标准溶液：

褐藻寡糖储备液（1.0mg/ml）：准确称取含0.1000g褐藻寡糖标准品于100ml容量瓶中，用去离子水溶解并定容，摇匀备用。现配现用。

褐藻寡糖标准溶液：分别准确移取褐藻寡糖储备液（1.0mg/ml）0.00ml、0.20ml、0.40ml、0.60ml、0.80ml、1.00ml至于6个10ml的比色管中，用去离子水定容，摇匀。此标准系列浓度分别是0mg/ml、0.02mg/ml、0.04mg/ml、0.06mg/ml、0.08mg/ml、0.10mg/ml的标准工作溶液，待用。现配现用。

* 1. 检测方法主要仪器和设备
		1. 紫外-可见分光光度计
		2. 电子分析天平：感应量为0.0001g
	2. 分析步骤
		1. 标准曲线的制作

利用分光光度计以溶剂作参比测量褐藻寡糖标准溶液（5.3）在235nm波长下的吸收值，以褐藻寡糖的浓度为横坐标，吸收值为纵坐标，制作标准曲线。

7.2样品测定

测定法称取含有0.05g褐藻寡糖的待测样于100ml容量瓶中用去离子水溶解瓶并定容，摇匀，过滤。再准确移取1.00ml溶液于10ml比色管中，用去离子水定容，摇匀。利用分光光度计测定试样溶液在235nm波长下的吸收值。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。

7.3 平行试验

 按以上步骤对统一试样进行平行测定。

* 1. 结果计算和表述

褐藻寡糖含量W%按以下公式计算：

$$w=\frac{x∙V∙f}{m×10^{3}}×100$$

式中：

X——由标准曲线查出的试样溶液中褐藻寡糖的含量，mg/ml；

V——试样的定容体积，ml；

f——试样溶液的稀释倍数；

m——试样的称样质量，g。

注：计算结果应扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

* 1. 精密度
		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），应符合附录B的要求。
		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），应符合附录C的要求。
	2. 定量限和回收率
		1. 检出限和定量限

称样量为1g,定容体积为1mL时，检出限为0.13mg/kg，定量限为0.46mg/kg。

* + 1. 回收率

当添加水平为10-150mg/kg时，复合肥料中的褐藻寡糖加标回收率范围为90-110%。

* 1. 线性范围

 本方法的线性范围为20ug/mL~100ug/mL。

**附录B**

**（规范性附录）**

**实验室内重复性要求**

**表B.1 实验室内重复性要求**

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

**附录C**

**（规范性附录）**

**实验室间再现性要求**

**表C.1 实验室间再现性要求**

|  |  |
| --- | --- |
| 被测组分含量 mg/kg | 精密度 % |
| ≦0.1 | 12 |
| ＞0.1 | 8 |