

中华人民共和国农业行业标准

NY/T ××××-20××

饲料中铵盐的测定

Determination of ammonium salt in feeds

(公开征求意见稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国农业农村部 发布

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。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）归口。

本文件起草单位：广东海大集团股份有限公司、广州汇标检测技术中心。

本文件主要起草人：

饲料中铵盐的测定

1 范围

本文件描述了饲料中铵盐的测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料和饲料原料中铵盐的测定。

本文件方法的定量限为0.03%。

2 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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的铵盐用水提取，提取液在弱碱性溶液中加热蒸馏使氨逸出，用硼酸吸收后，再用盐酸标准溶液滴定并计算铵盐含量。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.1 水：GB/T 6682，三级。

5.2 硫酸铵：使用前于 103 °C ± 2 °C 烘至恒量。

5.3 氧化镁。

5.4 甲基硅油。

5.5 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601 配制和标定。

5.6 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$ ，用移液管移取 20 mL 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液（5.5）于 100 mL 容量瓶中，用新煮沸冷却的水稀释定容至刻度，混匀。临用现配。

5.7 氧化镁混悬液（20 g/L）：称取 20 g 氧化镁，用水稀释至 1 000 mL，振摇成混悬液。每次使用前需摇匀。

5.8 2%硼酸溶液：称取 20 g 硼酸，用水溶解并稀释至 1 000 mL，混匀。

NY/T ×××—20××

- 5.9 甲基红乙醇溶液（1 g/L）：称取 0.1 g 甲基红，用 95%乙醇溶解并稀释至 100 mL，混匀。
- 5.10 溴甲酚绿乙醇溶液（5 g/L）：称取 0.5 g 溴甲酚绿，用 95%乙醇溶解并稀释至 100 mL，混匀。
- 5.11 混合指示剂溶液：将甲基红乙醇溶液（5.9）和溴甲酚绿乙醇溶液（5.10）等体积混合，室温避光保存，有效期为 3 个月。
- 5.12 中速定性滤纸。

6 仪器设备

- 6.1 分析天平：精度为 0.000 1 g。
- 6.2 半微量定氮装置。
- 6.3 半自动凯氏定氮仪。
- 6.4 全自动凯氏定氮仪。
- 6.5 滴定管：容量 10 mL，最小刻度 0.05 mL。
- 6.6 滴定管：容量 25 mL，最小刻度 0.1 mL。
- 6.7 离心机：转速不低于 4 000 r/min。
- 6.8 恒温干燥箱，控温精度±2 °C。
- 6.9 磁力搅拌器。

7 样品

按GB/T 20195 制备试样，至少200g。固体样品粉碎至全部过0.425 mm试验筛，混匀，装于密封容器，备用。

8 试验步骤

8.1 提取

平行做两份试验。称取试样2.5 g~5.0 g（精确至0.000 1 g），置于250 mL高型烧杯中，准确加入100 mL水，加入搅拌子于磁力搅拌器上，700 r/min搅拌30 min，静置5 min后，用中速定性滤纸过滤，弃去初滤液，滤液作为试样提取溶液备用。对于难以过滤的试样溶液，于4 000 r/min离心5 min，上清液作为试样提取溶液备用。

8.2 测定

8.2.1 半微量凯氏定氮法

8.2.1.1 蒸馏

将半微量蒸馏装置的冷凝管末端浸入装有25 mL硼酸溶液（5.8）和2滴混合指示剂溶液（5.11）的接收锥形瓶中。准确移取1 mL~7 mL的试样提取溶液，注入蒸馏装置的反应室中，用少量水冲洗进入入口，塞好入口玻璃塞，加15 mL氧化镁混悬液（5.7）、3滴甲基硅油（5.4），小心提起玻璃塞使之流入反应室，将玻璃塞塞好，且在入口处加水密封，防止漏气，加热蒸馏 4 min后，降下锥形瓶，使冷凝管末端离开吸收液，再继续蒸馏1 min。用少量水冲洗冷凝管末端外壁，取下接收锥形瓶，待滴定。

8.2.1.2 滴定

将蒸馏后的吸收液立即用0.02 mol/L的盐酸标准滴定溶液（5.6）滴定，溶液由蓝绿色变成灰红色为终点。

8.2.2 半自动凯氏定氮仪法

8.2.2.1 蒸馏

采用半自动凯氏定氮仪时，准确吸取烧杯中的试样提取溶液25 mL置于消化管内，临蒸馏前往消化管中加入1 g氧化镁（5.3）、3滴甲基硅油（5.4），将消化管插在蒸馏装置指定位置上。以25 mL硼酸溶液（5.8）为吸收液，加入2滴混合指示剂溶液（5.11），蒸馏装置的冷凝管末端要浸入装有吸收液的锥形瓶内。蒸馏时间以吸收液体积达到约100 mL时为宜。降下锥形瓶，用水冲洗冷凝管末端外壁，取出接收锥形瓶，待滴定。

8.2.2.2 滴定

用0.1 mol/L盐酸标准滴定溶液（5.5）或0.02 mol/L盐酸标准滴定溶液（5.6）滴定接收锥形瓶中的吸收液，溶液由蓝绿色变成灰红色为滴定终点。铵盐估计值在0.25%及以下时，用0.02 mol/L的盐酸标准滴定溶液；铵盐估计值大于0.25%时，用0.1 mol/L的盐酸标准滴定溶液。

8.2.3 全自动凯氏定氮仪法

按仪器操作说明书进行测定。

8.3 蒸馏系统检验

精确称取0.2 g已烘至恒量的硫酸铵（5.2）代替试样液，按8.2.1、8.2.2或8.2.3步骤进行操作，测得硫酸铵含氮量应为（21.19±0.2）%，否则应检查加碱、蒸馏和滴定各步骤是否正确。

8.4 空白测定

取同量水，代替试样溶液，按8.2.1、8.2.2或8.2.3步骤进行空白测定，消耗0.1 mol/L盐酸标准滴定溶液（5.5）的体积不得超过0.10 mL，消耗0.02 mol/L的盐酸标准滴定溶液（5.6）的体积不得超过0.30 mL。

9 试验数据处理

试样中铵盐（以 NH_4^+ 计）含量以质量分数 w 计，数值以百分含量（%）表示。按公式（1）计算：

$$w = \frac{c \times (V_2 - V_0) \times V \times 18}{m \times V_1 \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- c —— 盐酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V_2 —— 滴定试样溶液时所需盐酸标准溶液体积，单位为毫升（mL）；
- V_0 —— 滴定空白时所需盐酸标准溶液体积，单位为毫升（mL）；
- V —— 试样提取溶液的体积，单位为毫升（mL）；

NY/T ×××—20××

m ——试样质量，单位为克（g）；

V_i ——蒸馏时移取的试样提取溶液的体积，单位为毫升（mL）；

18 ——铵根离子（ NH_4^+ ）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后两位。

10 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值与该算术平均值的比值应符合表1要求。

表1 允许相对偏差

铵盐含量 / (%)	相对偏差 / (%)
$w \leq 1.0$	≤ 10
$w > 1.0$	≤ 5