ICS 65.120
B 46

中华人民共和国国家标准

GB/T 32141—2015

饲料中挥发性盐基氮的测定

Determination of the total volatile basic nitrogen in feed

2015-10-09 发布　　2016-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:广东省农业科学院农产品公共监测中心。

本标准主要起草人:何绮霞、季天荣、林雪贤、何媛怡、续倩、殷秋妙。

饲料中挥发性盐基氮的测定

1 范围

本标准规定了饲料中挥发性盐基氮的测定方法。

本标准适用于动物性蛋白饲料原料和含有动物性蛋白饲料原料的饲料产品中挥发性盐基氮的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 原理

试样中的挥发性盐基氮用高氯酸液浸提,将浸提液调至碱性,蒸馏,用硼酸吸收液吸收,再以盐酸标准溶液滴定,计算含量。

4 试剂和溶液

本标准所用试剂为分析纯。

4.1 水:符合 GB/T 6682 中三级用水的要求。

4.2 高氯酸溶液(0.6 mol/L):量取高氯酸 50.0 mL,加水定容至 1 000 mL。

4.3 氢氧化钠溶液 (40 g/L):称取氢氧化钠 40 g,加水溶解并稀释至 1 000 mL。

4.4 盐酸标准溶液[c(HCl)≈0.01 mol/L]:吸取浓盐酸 0.85 mL,加水定容至 1 000 mL,摇匀,并按 GB/T 601 的方法进行标定。

4.5 硼酸吸收液(10 g/L):称取硼酸 10 g,溶于 1 000 mL 水中。

4.6 硅油消泡剂。

4.7 混合指示剂:甲基红 0.1%乙醇溶液与溴甲酚绿 0.5%乙醇溶液等体积混合,临用前配制。

4.8 甲基红指示剂(10 g/L):称取甲基红指示剂 1 g,溶解于 100 mL95%乙醇中。

5 仪器和设备

5.1 实验室用样品粉碎机或研钵。

5.2 分样筛:孔径 0.45 mm。

5.3 分析天平:感量 0.1 mg。

5.4 电炉。
5.5 低速离心机。
5.6 微量酸式滴定管:最小分度值为 0.01 mL。
5.7 锥形瓶:250 mL。
5.8 容量瓶:50 mL。
5.9 定氮装置。

6 采样和试样制备

按照 GB/T 14699.1 抽取有代表性的饲料样品,用四分法缩减取样,按照 GB/T 20195 制备样品,粉碎后过 0.45 mm 孔径的分析筛,混匀,装入密闭容器中,尽快检测。

7 分析步骤

7.1 样品处理

称取试样约 5 g(精确至 0.1 mg)于锥形瓶中,加入高氯酸溶液(4.2)40 mL,振摇 30 min,将试样及试样浸提液完全转移至 50 mL 容量瓶,并用高氯酸溶液(4.2)定容,摇匀;取约 30 mL 试样浸提液于 50 mL离心管中,离心(3 500 r/min)5 min,取上清液于 2 ℃～6 ℃的条件下贮存,可保存 24 h。

7.2 氨的蒸馏(可选取以下一种方法)

7.2.1 仲裁法

取硼酸吸收液(4.5)30 mL 注入锥形瓶内,加混合指示剂(4.7)2 滴～3 滴,并将锥形瓶置于半微量定氮器冷凝管下端,使其下端插入硼酸吸收液的液面下。

精密吸取浸提上清液 10.00 mL,注入半微量定氮器反应室内,于蒸汽发生装置加入甲基红指示剂(4.8)1 滴～2 滴,在样品反应装置中加入硅油消泡剂(4.6)1 滴～2 滴和氢氧化钠溶液(4.3)10 mL,然后迅速加塞,并加水密封,防止漏气。

通入蒸汽,当馏出液达到 150 mL 后,将冷凝管末端离开吸收液面,再蒸 1 min,用蒸馏水冲洗冷凝管末端,洗液并入锥形瓶内,然后停止蒸馏。

7.2.2 推荐法

采用全自动定氮仪时,按方法参数编写程序进行测定。

采用半自动定氮仪时,精密吸取浸提上清液 10.00 mL,置消煮管内,并将其置于蒸馏装置上,取硼酸吸收液(4.5)30 mL 于锥形瓶中,加入混合指示剂(4.7)2 滴～3 滴,蒸馏装置的冷凝管末端浸入吸收液。向消煮管中加入氢氧化钠溶液(4.3)10 mL,开始蒸馏。蒸馏时间以吸收液体积达到 150 mL 时为宜。降下锥形瓶,用蒸馏水冲洗冷凝管末端,洗液并入锥形瓶内。

7.3 滴定

用盐酸标准溶液(4.4)滴定至溶液由蓝绿色变为灰红色为终点。

同时用高氯酸溶液(4.2)10.00 mL 代替浸提上清液进行空白试验。

7.4 结果计算与表示

试样中挥发性盐基氮的含量按式(1)进行计算。

$$x=\frac{(V_1-V_0)\times c\times 14.01}{m\times V'/V}\times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

x ——试样中挥发性盐基氮的含量，单位为毫克每百克(mg/100 g)；

V_1 ——测定用样液消耗盐酸标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白时消耗盐酸标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

c ——盐酸标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——试样提取液定容体积，单位为毫升(mL)；

V' ——试样提取液分取体积，单位为毫升(mL)；

14.01——与 1.00 mL 盐酸标准溶液[c(HCl)=1.000 0 mol/L]相当于以克表示的氮的质量；

m ——试样质量，单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留至小数点后一位。

8 重复性

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。