

ICS 65.120

B46

# 团 体 标 准

T/NAIA 0001—2020

## 发酵饲料中氨态氮的测定 凯氏定氮法

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

## 前 言

本标准的编写格式符合 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分 标准的结构和编写》规定编写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准由宁夏大学、宁夏饲料工程技术研究中心、宁夏兽药饲料监察所、宁夏饲料工作站、宁夏农林科学院、宁夏昊标检测服务研究院、宁夏化学分析测试协会起草。

本标准主要起草人：辛国省、刘辉、卜姣姣、燕翀、杨仪、丁园、高巧仙、王建林、武晓宏、谢荣国、张小飞、张艳、王京、佐婷婷。

本标准于 2020 年 XX 月 XX 日首次发布。

# 发酵饲料中氨态氮的测定

## 凯氏定氮法

### 1 范围

本标准规定了发酵饲料中氨态氮的测定方法。

本标准适用于发酵饲料中氨态氮的测定。

### 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，仅所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（包括所有修改单位）适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T20195 动物饲料 试样的制备

### 3 原理

铵盐易溶于水，发酵饲料样品直接加水震荡制备提取液，加入氧化镁，氧化镁与水缓慢生成微溶的氢氧化镁，然后加热蒸馏出氨，用硼酸吸收、滴定和计算。

### 4 试剂与材料

除另有说明外，仅使用分析纯试剂，蒸馏及稀释用水为蒸馏水。

4.1 氧化镁及氧化镁悬浮液（10g/L），现用现配，取用前摇匀。

4.2 指示剂：1g/L 的溴甲酚绿乙醇溶液和 1g/L 的甲基红乙醇溶液按体积 1:0.7 混合。

4.3 盐酸：12mol/L。

4.4 盐酸标准溶液： $c(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$ 。取 8.3mL 盐酸（4.3），定容至 1000mL。按 GB/T601 标定盐酸。

4.5 硫酸铵：纯度不低于 99%。

4.6 硼酸。

4.7 1%的硼酸溶液：称取 1g 硼酸（4.6）加入 100mL 蒸馏水溶解。

### 5 仪器和设备

5.1 分析天平：感量 0.001g。

5.2 滴定管：酸式，10、25mL。

5.3 凯氏蒸馏装置：常量直接蒸馏式或半微量水蒸气蒸馏式（或定氮仪）。

5.4 锥形瓶：150、250mL。

5.5 容量瓶：1000mL。

5.6 消煮管：250mL。

5.7 振荡器：150r/min。

5.8 刻度吸管：10mL。

## 6 试样提取

称取切碎的发酵饲料约 20g 于 250mL 锥形瓶中，加入 100mL 蒸馏水，用橡胶塞密封瓶口，振荡器振荡 30min 过滤，滤液为试样提取液，待测。

## 7 测定步骤

### 7.1 氨的蒸馏

准确吸取 10mL 样品提取液于蒸馏装置或消化管中，分别加入 50mL 蒸馏水和 10mL 氧化镁悬浮液。将冷凝管末端浸入装有 30mL 硼酸溶液（4.7）吸收液和 2 滴混合指示剂（4.2）的锥形瓶中。参照仪器说明书蒸馏（蒸馏液不少于 150mL），蒸馏完成后用少量的水冲洗冷凝管末端，用盐酸标准溶液（4.4）滴定。平行试验做两份。

### 7.2 空白测定

平行做两份，随同试样进行空白试验。除不称取样品外，均按试样步骤进行。

## 8 分析结果的计算

按式(1)计算试样中的氨态氮含量，其数值用 g/100g 表示。

$$\text{氨态氮 (g/100g)} = \frac{(V_2 - V_1) \times C \times 0.014}{(m \times V' \div V)} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中， $V_2$ ：滴定试样时所需标准酸溶液体积，mL；

$V_1$ ：滴定空白时所需标准酸溶液体积，mL；

$C$ ：盐酸标准溶液浓度，mol / L；

$m$ ：试样质量，g；

$V$ ：试样提取液总体积，mL；

$V'$ ：试样提取液蒸馏用体积，mL；

0.014：与 1.00mL 盐酸标准溶液（ $c(\text{HCl}) = 1.000\text{mol/L}$ ）相当的、以克表示的氮的质量。

## 9 精密度

再重复条件下，两次独立测定结果允许差不超过 5%，若超过 5%需增大称样量进行复测。

