

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4747—2025

饲料中铵盐的测定

Determination of ammonium salt in feeds

2025-04-27 发布

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：吴仕辉、卞国志、王永强、胡庆杨、张柏洋、邱代飞、陈梓晴、江春、黄芙蓉、孙涵、王智民、郝燕娟。



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。

注：动物源性蛋白饲料原料和含有动物源性蛋白饲料产品中可能含有少量的胺类化合物。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.1 水：符合 GB/T 6682 规定的三级水。

5.2 硫酸铵：使用前于 $(103\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重。

5.3 氧化镁。

5.4 甲基硅油。

5.5 20 g/L 氧化镁混悬液：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。

5.6 2% 硼酸溶液：称取 20 g 硼酸，用水溶解并稀释至 1 000 mL，混匀。

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

5.8 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(5.7)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。

5.9 1 g/L 甲基红乙醇溶液：称取 0.1 g 甲基红，用 95% 乙醇溶解并稀释至 100 mL，混匀。

5.10 5 g/L 溴甲酚绿乙醇溶液：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 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。
- 6.6 滴定管:容量 25 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 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.9 磁力搅拌器。

7 样品

按 GB/T 20195 的规定制备试样,至少 200 g。固体样品粉碎过 0.425 mm 试验筛,添加剂预混合饲料一般无需粉碎,混匀,装于密封容器,备用。

8 试验步骤

8.1 提取

平行做 2 份试验。称取试样 2.5 g~5 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 高型烧杯中,准确加入 100 mL 水,700 r/min 磁力搅拌 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 蒸馏

8.2.1.1 蒸馏装置检查

蒸馏前需确保蒸馏装置不漏气,必要时进行如下检验:精确称取 0.2 g 已烘干至恒重的硫酸铵(5.2)代替试样液,按 8.2.1.2、8.2.1.3 或 8.2.1.4 的步骤进行操作,测得硫酸铵含氮量应为 $(21.19\pm 0.2)\%$,否则应检查加碱、蒸馏和滴定各步骤是否正确。

8.2.1.2 半微量定氮装置

将蒸馏装置的冷凝管末端浸入装有 25 mL 硼酸溶液(5.6)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,用少量水冲洗进样入口,塞好入口玻璃塞,加 15 mL 氧化镁混悬液(5.5)、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。

8.2.1.3 半自动凯氏定氮仪

将蒸馏装置的冷凝管末端浸入装有 25 mL 硼酸溶液(5.6)和 2 滴混合指示剂溶液(5.11)的接收锥形瓶中。准确移取试样提取溶液 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,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。

8.2.1.4 全自动凯氏定氮仪

准确移取试样提取溶液 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,按仪器说明书进行测定。

8.2.2 滴定

用 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液(5.7)或 0.02 mol/L 盐酸标准滴定溶液(5.8)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。

8.3 空白测定

取与试样溶液相同体积的水,按 8.2.1.2、8.2.1.3 或 8.2.1.4 步骤进行空白测定,消耗 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液(5.7)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(5.8)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 表示,单位为百分号(%)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的数值,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的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 滴定空白时所需盐酸标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V —— 试样提取溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 18 —— 铵根离子(NH_4^+)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/ mol);
- m —— 试样质量的数值,单位为克(g);
- V_1 —— 蒸馏时移取的试样提取溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 1 000 —— 换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后 2 位。

10 精密度

在重复性条件下,2 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 的要求。

表 1 允许差

铵盐含量,%	相对偏差,%
≤1.0	≤10
>1.0	≤5