ICS 65.120
B 46

中华人民共和国国家标准

GB/T 17776—2016
代替 GB/T 17776—1999

饲料中硫的测定
硝酸镁法

Determination of sulfur in feedstuff—
Magnesium nitrate method

2016-06-14 发布　　2017-01-01 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。

本标准代替 GB/T 17776—1999《饲料中硫的测定　硝酸镁法》。

本标准与 GB/T 17776—1999 的主要技术内容差异如下：

——“1　范围”中增加了“本标准定量限为 0.20%”；

——“4　试剂和溶液”中加警示语“**警告——硝酸镁易燃、易爆、有刺激性，储存时应避光，远离火种、热源，避免直接与人体接触。**”；

——在“7　测定步骤”标题下加“**警告——硝酸镁易燃、易爆、有刺激性，加热时一定要小火，谨慎操作。**”；

——原标准“7　测定步骤”中“……取出瓷坩埚，待冷却后加入 15 mL 水，7 mL 盐酸(4.1)，煮沸、过滤、充分洗涤，将滤液稀释至约 200 mL。……”修订为“7 测定步骤”中“……取出瓷坩埚，待冷却后加入 15 mL 水，7 mL 盐酸(4.1)，煮沸、过滤、用热蒸馏水洗涤滤渣每次 10 mL～20 mL 直至滤液约 200 mL。……”。

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：国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人：钱昉、黄婷、何旭孔、王思思、高俊峰、张勇、杨林、何凤琴。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 17776—1999。

饲料中硫的测定
硝酸镁法

1 范围

本标准规定了饲料中硫的测定方法。

本标准适用于单一饲料、配合饲料、浓缩饲料和精料补充料。

本标准定量限为 0.20%。

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 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

用硝酸镁固定饲料样品中的硫，使其氧化完全。在酸性条件下，用氯化钡将硫酸根离子沉淀为硫酸钡，沉淀经过滤、洗涤和灼烧后，以硫酸钡形式称重，从而求得硫含量。

4 试剂和溶液

警告——硝酸镁易燃、易爆、有刺激性，储存时应避光，远离火种、热源，避免直接与人体接触。

除非另有规定，本标准试剂均使用分析纯。实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格或相当纯度的水。

4.1 盐酸。

4.2 硝酸镁溶液：称取 95 g 硝酸镁[$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$]溶于水并稀释至 100 mL。

4.3 氯化钡溶液：10 g 氯化钡溶于 100 mL 水中。

4.4 硝酸银溶液：浓度 $c(AgNO_3)$为 0.1 mol/L。

5 仪器和设备

除常用实验室设备外，其他仪器设备如下。

5.1 分样筛：孔径为 0.42 mm(40 目)。

5.2 分析天平：感量为 0.000 1 g。

5.3 高温炉：可控温度在 820 ℃±20 ℃。

5.4 瓷坩埚：50 mL。

5.5 调温电炉。

6 试样的制备

按 GB/T 14699.1 采样，按 GB/T 20195 制备试样。粉碎至全部过 0.42 mm 孔筛，混匀装于密封容器，备用。

7 测定步骤

警告——硝酸镁易燃、易爆、有刺激性，加热时一定要小火，谨慎操作。

称取试样 2 g～5 g（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 瓷坩埚中，加入 15 mL 硝酸镁溶液(4.2)，使溶液与样品充分接触，混合均匀。于调温电炉上小火加热无水分后继续加热炭化至无烟。趁热移入高温炉内，500 ℃下灼烧，使样品无黑色颗粒，否则压碎后继续灼烧。取出瓷坩埚，待冷却后加入 15 mL 水，7 mL 盐酸(4.1)，煮沸、过滤，用热蒸馏水洗涤滤渣每次 10 mL～20 mL 直至滤液约 200 mL。再将滤液加热煮沸，不断搅拌下滴加 20 mL 氯化钡(4.3)热溶液。继续煮沸 5 min。静置过夜。用慢速定量滤纸过滤，再用热蒸馏水洗涤至无氯离子存在为止[用硝酸银溶液(4.4)检验滤液，无白色沉淀]。将沉淀和滤纸移入已在(820±20)℃下灼烧至恒重的瓷坩埚中[恒重条件为干净瓷坩埚，在(820±20)℃下灼烧 30 min，在空气中冷却约 1 min，放入干燥器中冷却 30 min，称其质量，再重复灼烧、冷却、称量，直至两次质量之差小于 0.000 5 g 为恒重]，在电炉上小火干燥炭化后，再于(820±20)℃下灼烧 1 h，取出，在空气中冷却约 1 min，放入干燥器内冷却 30 min，称量，再同样灼烧 30 min，冷却、称量，直至两次质量之差小于 0.001 g 为恒重。

8 测定结果的计算和表示

8.1 结果计算

试样中硫的含量 X，以质量分数计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$X=\frac{m_1\times 0.137\ 4}{m}\times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

m_1 ——沉淀的质量，单位为克(g)；

0.137 4——硫酸钡与硫的转换系数；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

8.2 结果表示

每个试样取两个平行样进行测定，以其算术平均值为测定结果，所得结果表示到小数点后两位。

9 重复性

测定结果相对偏差允许值见表 1。

表 1　允许相对偏差

含量/%	允许相对偏差/%
<0.2	<20
0.2～0.3	<15
>0.3	<10