



中华人民共和国国家标准

GB/T 24318—2009

杜马斯燃烧法测定饲料原料中总氮含量 及粗蛋白质的计算

Determination of total nitrogen content in animal feeding stuffs by
combustion according to the Dumas principle and calculation of
the crude protein content

2009-09-30 发布

2009-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言 iii

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

3.1 总氮含量 1

3.2 粗蛋白质含量 1

4 原理 1

5 试剂 1

5.1 载气 1

5.2 燃烧气 1

5.3 氧化剂 1

5.4 还原剂 1

5.5 吸附剂 1

5.6 标准物 2

6 仪器 2

6.1 分析天平 2

6.2 样品粉碎机或研钵 2

6.3 样本筛 2

6.4 锡箔方片、无氮纸或锡囊 2

6.5 杜马斯定氮仪 2

6.6 稳压电源 2

7 采样和样品制备 2

7.1 采样 2

7.2 样品制备 2

8 分析步骤 2

8.1 校准 2

8.2 测试样品 2

8.3 测定 2

9 结果计算 3

9.1 总氮含量 3

9.1.1 直接进样分析样品的总氮含量 3

9.1.2 经浓缩和干燥处理后分析样品的总氮含量 3

9.2 粗蛋白质含量 3

9.3 结果表示 3

10 重复性 3

11 重现性 3

附录 A（资料性附录） 本标准章条编号与 ISO/FDIS 16634:2005(E) 章条编号对照 4

附录 B (资料性附录)	本标准与 ISO/FDIS 16634:2005(E)技术性差异及原因	5
附录 C (资料性附录)	杜马斯仪器工作基本流程	6
附录 D (资料性附录)	蛋白质因子	7
附录 E (资料性附录)	重复性限和重现性限	8
附录 F (资料性附录)	绘制标准曲线	11



前 言

本标准修改采用国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)《Cereals, pulses, milled cereal products, oil-seeds and animal feeding stuffs—Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas principle and calculation of the crude protein content》(英文版)。

本标准根据 ISO/FDIS 16634:2005(E)起草。在附录 A 中列出了本标准的章条编号与 ISO/FDIS 16634:2005(E)的章条编号修改部分的对照一览表。

考虑到我国国情,在采用 ISO/FDIS 16634:2005(E)时,本标准做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在他们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 B 中给出了这些技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为便于使用,本标准根据 GB/T 1.1 的要求,对标准的内容做了下列编辑性及结构性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”替换原文中的小数点“,”;
- 用中文标点“。”替换原文中的“.”;
- 将国际标准中的前言替换为我国标准的前言。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F 均为资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:中国农业大学动物科技学院、北京中科华星科贸有限公司。

本标准主要起草人:孟庆翔、任丽萍、郭望山、丁健、戴辉、杨云、周振明、郭凯军。



杜马斯燃烧法测定饲料原料中总氮含量 及粗蛋白质的计算

1 范围

本标准规定了饲料原料中总氮含量的杜马斯燃烧测定方法。
本标准适用于单一饲料原料中总氮含量的测定和粗蛋白质含量计算,方法的检测限为 0.1 mg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。
GB/T 14699.1 饲料 采样(GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

总氮含量 total nitrogen content
样品中氮的质量百分含量。

3.2

粗蛋白质含量 crude protein content
总氮含量乘以一个换算系数(参见附录 D),以质量百分数表示。

4 原理



在有氧环境下,样品在燃烧管中燃烧加热(约 900 ℃),所生成的干扰成分被一系列适当的吸收剂去除,样品中含氮物质被定量转化成分子氮后被热导检测器检测。

5 试剂

本标准所用试剂,除特殊说明外,均为分析纯。
不同分析仪器所用试剂有所不同。

5.1 载气

氮气(99.99%)或二氧化碳(99.99%)。

5.2 燃烧气

氧气(99.99%)。

5.3 氧化剂

根据仪器类型进行选择(氧化铜、氧化铝、氧化镁)。

5.4 还原剂

根据仪器类型进行选择(铜、钨)。

5.5 吸附剂

根据仪器类型进行选择(五氧化二磷、固体高氯酸镁、固体碳酸钠)。

5.6 标准物

L-天冬氨酸、EDTA、乙酰苯胺,纯度不低于 99%。

6 仪器

6.1 分析天平

感量为 0.000 1 g。

6.2 样品粉碎机或研钵

根据样品的特性选择。

6.3 样本筛

孔径 0.8 mm~1 mm(不含铁材料制成)。

6.4 锡箔方片、无氮纸或锡囊

锡箔方片、无氮纸,部分仪器采用手工包样,部分仪器采用固体压样器制粒。

采用适用杜马斯仪器的锡囊时,可根据样品量不同选择相应规格和结构的锡囊。

6.5 杜马斯定氮仪

配有热导检测器。

6.6 稳压电源

200 V~250 V。

7 采样和样品制备

7.1 采样

按 GB/T 14699.1 采样中规定的方法采样。

7.2 样品制备

选取有代表性的饲料样品至少 1 000 g,四分法缩减至 100 g,磨碎过样本筛(6.3),装入密闭容器中,避光保存。

8 分析步骤

8.1 校准

开机,根据各自仪器性能和样品特点设置适当的条件,燃烧温度一般为 800 ℃~1 200 ℃。待仪器稳定后用天冬氨酸($C_4H_7NO_4$)或谷氨酸($C_5H_9NO_4$)标样做四次重复测定得到日校正因子。杜马斯仪器都带有氮的积分面积绝对氮含量校准曲线。但是,如果日校正因子的偏差大于 10%,或是更换了热导检测器,应重新绘制校准曲线(参见附录 F)。

用所得到的日校正因子对所测得的数据进行校正。

8.2 测试样品

根据样品含氮量,精密称量固体饲料样品 0.1 g~0.3 g,包在杜马斯仪器专用的锡箔方片(或无氮纸)中,待测。

液体样品或水分高于 17%的样品,取 10 mL 或 10 g 样品于干燥并恒重的瓷坩埚中,准确称量总质量后,于 105 ℃~110 ℃干燥 1 h 以上。直至样品呈固体或半固体状时,再次准确称量总质量并记录。均匀搅拌样品后,取 0.2 g~0.5 g 包在各自杜马斯仪器适用的锡箔(或无氮纸)中,精密称量,待测。

对于含氮量大于 1%的液体样品也可直接准确量取 0.3 mL~0.5 mL(准确至 0.01 mL)测定。将液体样品注入到称量(去皮重)后的锡囊(内装无氮吸附剂)中,精密称量,待测。

8.3 测定

仪器在测定条件下,按照说明书放入待测物质进行测定。根据仪器及待测物的不同,待测样品将在 800 ℃~1 200 ℃的标准化条件下进行定量燃烧。仪器自动将检测信号放大、转换,并将数据传输到外接的微处理器进行处理。

9 结果计算

9.1 总氮含量

9.1.1 直接进样分析样品的总氮含量

仪器自行计算给出结果,以质量百分数表示。

9.1.2 经浓缩和干燥处理后分析样品的总氮含量

结果按式(1)计算:

$$\omega(\text{N}) = \omega \times \frac{m_2 - m}{m_1 - m}$$

.....(1)

式中:

- $\omega(\text{N})$ ——样品中总氮含量,%;
- ω ——仪器显示测试样品的总氮含量,%;
- m_2 ——坩埚+样品干燥后的质量,单位为克(g);
- m ——坩埚的质量,单位为克(g);
- m_1 ——坩埚+样品的质量,单位为克(g)。

9.2 粗蛋白质含量

结果按式(2)计算:

$$\omega(\text{P}) = F \times \omega(\text{N})$$

.....(2)

式中:

- $\omega(\text{P})$ ——样品中粗蛋白质含量,%;
- F ——蛋白质因子,氮换算为蛋白质的系数(参见附录 D);
- $\omega(\text{N})$ ——样品中总氮含量,%。

9.3 结果表示

计算结果表示为三位有效数字。

10 重复性

同一实验室、同一操作者使用同样的仪器、同样的方法、同样的测量物质在较短的时间内所进行的两个独立测量的结果之间的绝对差,5%案例不能大于附录 E 给出的重复性限 r 值。

11 重现性

不同的实验室、不同的操作者使用不同的仪器、同样的方法、同样的测量物质进行的两个独立测量的结果之间的绝对差,5%案例不能大于附录 E 给出的重现性限 R 值。



附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO/FDIS 16634:2005(E)章条编号对照

表 A.1 本标准章条编号与 ISO/FDIS 16634:2005(E)章条编号对照

本标准章条编号	对应 ISO/FDIS 16634:2005(E)的章条编号
—	5.1.1、5.1.2
—	5.3
5.3	5.4
—	5.5、5.6
5.4	5.7
5.5	5.8
—	5.9~5.11
5.6	5.12
—	5.13
6.6	—
7.1	7
7.2	8
8	9
—	9.1~9.3
8.1	9.4
8.3	9.5、9.6
9	10
9.1	10.1
9.1.1、9.1.2	10.1.1
9.2	10.1.2
9.3	10.2
—	11、11.1
10	11.2
11	11.3
—	12

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO/FDIS 16634:2005(E)技术性差异及原因

表 B.1 本标准与 ISO/FDIS 16634:2005(E)技术性差异及原因

本标准的章条编号	技术性差异	原 因
1	增加了“方法的检测限为 0.1 mg。”	符合我国标准规定
2	删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中列出的一系列 ISO 国际参考标准,替换为我国现行国家标准	与我国现行的标准接轨
3.2	删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)“注一”“注二”	此内容在附录 D 中有规定
5	删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中 5.3	我国已不再使用此类吸附剂
	删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中 5.5、5.6	此两种材料使用很少,不必在标准中描述
	删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中 5.9~5.11	此为仪器配备耗材,不必安排在标准中
6.4	删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中的“注 1”“注 2”,并修改了 6.4 的内容	符合我国现有的杜马斯仪器使用需要
6.5	简化国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中“杜马斯仪器”的内容	此条属于仪器介绍性内容,而非关键性参数或要求,不宜安排在标准中
6.6	增加了“稳压电源”范围	此为维护仪器安全使用的重要参数,强调需配置稳压电源
7.1	将国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中的 ISO 国际标准替换为我国现行国家标准	与我国现行的标准接轨
8~9.3	将两项内容进行了整合,增加了固体和液体样品的不同测定方法和结果计算方法	符合我国标准的语言逻辑习惯,同时增加使用范围
11	删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中的 11.1;删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中第 12 章	符合我国标准规定和版式
附录 A	删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中附录 A,替换为“本标准章条编号与 ISO/FDIS 16634:2005(E)章条编号对照”	符合我国标准规定采用国际标准(GB/T20000.2)要求
附录 B	删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中附录 B,替换为“本标准与 ISO/FDIS 16634:2005(E)技术性差异及原因”	符合我国标准规定采用国际标准(GB/T 20000.2)要求
附录 C	删除国际标准 ISO/FDIS 16634:2005(E)中附录 C,替换为“杜马斯仪器工作基本流程”	适合我国标准版式
附录 F	增加了附录 F“绘制校准曲线”	符合我国标准规定

附 录 C
(资料性附录)
杜马斯仪器工作基本流程

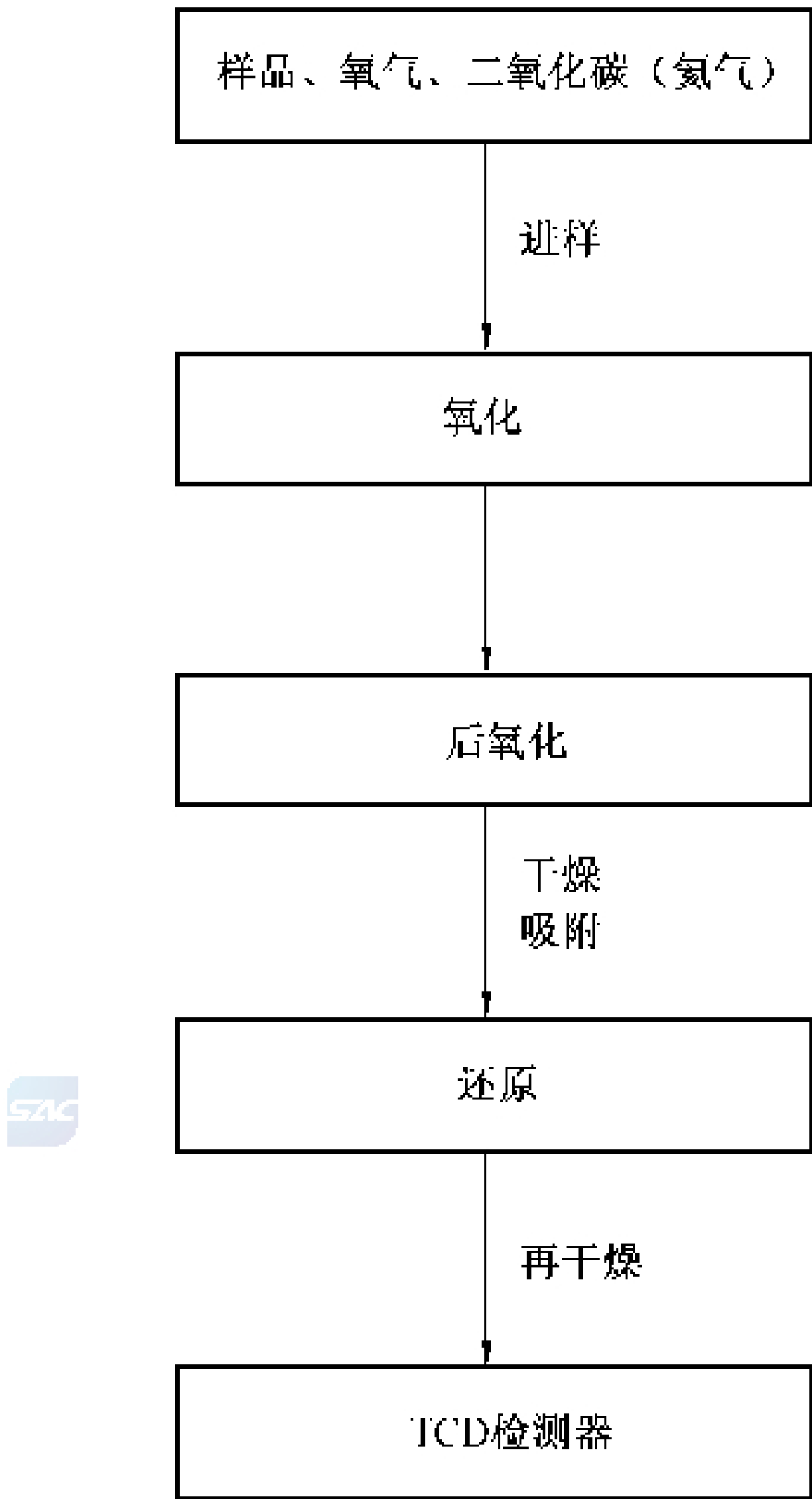


图 C.1 杜马斯仪器工作基本流程

附 录 D
(资料性附录)
蛋白质因子

表 D.1 蛋白质因子

品 种	蛋白质因子 ^a		
大麦		5.68	5.83
荞麦		5.53	
椰子肉(未加工)	5.3		5.3
玉米粉	6.25		
棉籽粉(焙炒)	5.3		
亚麻粉		5.41	
粟(未加工)	5.83	5.68	
芥末粉		5.4	
燕麦		5.5	
燕麦(燕麦粉,干碾压燕麦)			5.83
花生粉(干制)	5.46		
油菜籽粉		5.53	
褐米(长颗粒)	5.95		
碎米(人工粉碎、机器碾碎、半熟化)			5.95
糙米或褐米(仅去壳的)			5.95
稻米粉			5.95
黑麦粉		5.64	5.83
红花粉	5.3		
红花种子(干制)	5.3		5.3
芝麻(干制)	5.3		5.3
大豆粉(焙炒)	5.71		
大豆种子粉及其副产品			5.71
向日葵粉	5.3		
向日葵籽(干制)	5.3		5.3
黑小麦		5.76	
硬质红小麦	5.83	5.61	
小麦麸皮		5.26	6.31
小麦糠		5.45	
小麦粉或碾碎的干小麦			5.83
^a 动物饲料原料蛋白质因子,通常为 6.25。			

附 录 E
(资料性附录)
重复性限和重现性限

E.1 下列表 E.1～表 E.8 列出了从多个实验室进行实验测定得出的重复性限和重现性限数据。

E.2 缩写词

- Mean 样品总氮含量的平均值(%,质量)
- S_r 重复性的标准偏差(%,质量)
- RSD(r) 重复性的变化系数(%)
- r 重复性限($2.8S_r$)
- S_R 重现性标准偏差(%,质量)
- RSD(R) 重现性变化系数(%)
- R 重现性限($2.8S_R$)

表 E.1 动物饲料——原料



项目	猪日粮	牛饲料	育肥猪饲料	猪饲料	生长猪饲料	雏鸡饲料	玉米大豆混合饲料	火鸡饲料	狗料	蛋白浓缩料	全价日粮	家禽日粮	高 NPN 育肥牛饲料
实验室数	9	10	9	10	9	9	9	10	10	10	30	9	9
实验结果数	9	20	9	20	9	18	9	20	20	20	150	9	9
Mean	1.74	1.87	2.15	2.43	2.51	3.22	3.26	4.18	4.64	6.73	9.05	9.8	13.1
S_r	0.023	0.021	0.022	0.023	0.029	0.027	0.041	0.035	0.03	0.022	0.073	0.043	0.037
RSD(r)	1.296	1.103	1.025	0.927	1.139	0.83	1.256	0.846	0.638	0.333	8.07	4.39	2.82
r	0.063	0.058	0.062	0.064	0.08	0.076	0.115	0.1	0.084	0.063	2.07	1.22	1.05
S_R	0.058	0.039	0.051	0.04	0.066	0.022	0.057	0.043	0.036	0.049	0.097	0.9	0.15
RSD(R)	3.311	2.083	2.257	1.652	2.628	0.694	1.734	1.019	0.765	0.732	10.72	9.18	1.15
R	0.161	0.111	0.142	0.114	0.184	0.063	0.158	0.12	0.1	0.14	2.57	2.55	0.43

表 E.2 动物饲料——粉状饲料

项目	肉骨粉	鱼粉	麸质粉	肉粉	羽毛粉	血粉
实验室数	9	30	10	10	9	9
实验结果数	9	150	20	20	9	9
Mean	8.6	9.2	10.38	13.55	13.67	14.07
S_r	0.38	0.088	0.046	0.05	0.047	0.026
RSD(r)	4.42	0.914	0.444	0.37	0.34	0.186
r	1.08	0.246	0.13	0.142	0.13	0.073
S_R	0.75	0.332	0.1	0.116	0.08	0.112
RSD(R)	8.72	3.609	0.958	0.856	0.583	0.798
R	2.13	0.93	0.282	0.328	0.223	0.314

表 E.3 油籽

项目	芥花籽	芥花籽	大豆	大豆	大豆	大豆粉	大豆粉	大豆粉	大豆粉	大豆粉	大豆粉	大豆粉	向日葵
实验室数	9	9	9	9	9	12	13	13	13	14	14	13	9
实验结果数	18	18	18	18	18	24	26	26	26	28	28	26	18
Mean	3.34	3.73	5.58	6.56	7.91	7.95	7.97	8.01	8.04	8.04	8.04	8.09	2.96
S _r	0.032	0.034	0.087	0.041	0.063	0.024	0.018	0.038	0.026	0.024	0.035	0.024	0.113
RSD(r)	0.945	0.922	1.567	0.726	0.956	0.31	0.23	0.47	0.31	0.29	0.44	0.29	3.81
r	0.088	0.096	0.245	0.115	0.176	0.069	0.051	0.106	0.07	0.066	0.099	0.067	0.315
S _R	0.046	0.08	0.092	0.076	0.094	0.04	0.066	0.04	0.074	0.058	0.072	0.058	0.11
RSD(R)	1.367	2.147	1.655	1.346	1.427	0.51	0.83	0.5	0.93	0.72	0.9	0.7	3.704
R	0.128	0.224	0.258	0.213	0.262	0.112	0.186	0.112	0.2	0.162	0.202	0.16	0.307

表 E.4 油籽粉

项目	向日葵粉	向日葵粉	油菜粉	棉籽粉	大豆粉	芥花籽粉	大豆粉	大豆粉	大豆粉	花生粉
实验室数	23	24	10	24	24	23	9	10	24	24
实验结果数	45	47	20	92	47	45	9	20	91	91
Mean	3.32	3.34	5.41	6.62	7.13	7.21	7.3	7.42	7.86	8.25
S _r	0.05	0.04	0.52	0.06	0.04	0.03	0.039	0.071	0.05	0.03
RSD(r)	1.506	1.198	0.961	0.906	0.561	0.416	0.54	0.953	0.635	0.364
r	0.14	0.112	0.147	0.168	0.112	0.084	0.11	0.2	0.14	0.084
S _R	0.06	0.11	0.07	0.07	0.08	0.04	0.075	0.088	0.06	0.07
RSD(R)	1.807	3.923	1.297	1.057	1.122	0.555	1.031	1.182	0.761	0.848
R	0.168	0.308	0.199	0.196	0.224	0.112	0.211	0.248	0.168	0.196

表 E.5 谷物及小麦粉

项目	高粱	玉米	玉米	小麦	小麦粉	小麦粉	小麦粉	小麦	小麦	小麦粉	小麦
实验室数	9	9	9	10	17	17	17	9	9	17	9
实验结果数	18	18	18	20	85	85	85	18	18	85	18
Mean	1.42	1.43	1.46	1.78	1.95	2.14	2.23	2.33	2.37	2.76	3.05
S _r	0.037	0.016	0.051	0.024	0.007	0.011	0.011	0.037	0.03	0.016	0.025
RSD(r)	2.586	1.117	3.513	1.324	0.368	0.49	0.485	1.581	1.257	0.584	0.806
r	0.104	0.045	0.143	0.067	0.02	0.031	0.031	0.104	0.084	0.045	0.07
S _R	0.04	0.042	0.053	0.033	0.04	0.037	0.036	0.047	0.039	0.035	0.054
RSD(R)	2.811	2.905	3.622	1.838	2.03	1.743	1.621	2.035	1.629	1.272	1.785
R	0.112	0.118	0.148	0.092	0.112	0.104	0.101	0.132	0.109	0.096	0.151

表 E.6 大麦

项目	大麦	大麦	大麦	大麦	大麦	大麦	大麦	大麦	大麦	大麦	大麦	大麦	大麦
实验室数	21	21	21	15	21	21	15	21	21	21	15	15	9
实验结果数	42	42	42	30	42	42	30	42	42	42	30	30	18
Mean	1.71	1.24	1.28	1.3	1.34	1.51	1.52	1.57	1.61	1.71	1.77	1.85	2.05
S _r	0.008	0.013	0.012	0.016	0.006	0.01	0.018	0.013	0.013	0.011	0.022	0.024	0.043
RSD(r)	0.681	1.045	0.094	1.231	0.447	0.664	1.184	0.829	0.808	0.644	1.246	1.297	2.015
r	0.022	0.036	0.034	0.045	0.017	0.028	0.05	0.036	0.036	0.031	0.062	0.067	0.116
S _R	0.024	0.025	0.023	0.037	0.03	0.029	0.033	0.025	0.024	0.021	0.049	0.049	0.063
RSD(R)	2.044	2.011	1.801	2.846	2.235	1.926	2.171	1.594	1.493	1.23	2.776	2.649	3.068
R	0.067	0.07	0.064	0.104	0.084	0.081	0.092	0.07	0.067	0.059	0.137	0.137	0.176

表 E.7 麦芽

项目	麦芽	麦芽	麦芽	麦芽	麦芽	麦芽	麦芽	麦芽	麦芽	麦芽	麦芽	麦芽	麦芽
实验室数	16	17	21	21	20	21	21	16	17	21	21	21	21
实验结果数	32	34	42	42	40	42	42	32	34	42	42	42	42
Mean	1.23	1.43	1.46	1.46	1.63	1.63	1.71	1.77	1.86	1.9	1.95	2.03	2.03
S _r	0.012	0.026	0.008	0.012	0.01	0.015	0.012	0.027	0.035	0.012	0.021	0.013	0.013
RSD(r)	0.975	1.825	0.55	0.823	0.614	0.92	0.703	1.52	1.882	0.623	1.075	0.642	0.642
r	0.034	0.073	0.022	0.034	0.028	0.042	0.034	0.076	0.098	0.034	0.059	0.036	0.036
S _R	0.033	0.048	0.024	0.025	0.02	0.021	0.019	0.039	0.044	0.022	0.03	0.024	0.024
RSD(R)	2.681	3.368	1.649	1.715	1.228	1.268	1.113	2.21	2.366	1.159	1.536	1.185	1.185
R	0.092	0.134	0.067	0.07	0.056	0.059	0.053	0.109	0.123	0.062	0.084	0.067	0.067

表 E.8 豆类

项目	蚕豆	干豆	干豆	干豆
实验室数	10	9	10	9
实验结果数	20	18	20	18
Mean	4.41	3.27	3.48	4.36
S _r	0.064	0.007	0.025	0.039
RSD(r)	1.445	0.21	0.714	0.883
r	0.178	0.019	0.07	0.108
S _R	0.089	0.065	0.04	0.083
RSD(R)	2.02	1.994	1.158	1.897
R	0.249	0.183	0.114	0.232

附录 F
(资料性附录)
绘制标准曲线

当仪器需要更换热导检测器或发生其他重大变化时,应重新做仪器校准曲线。

在仪器适当的条件下,以天冬氨酸为标样,称取 23 个样品为一个系列,分别为 1,2,3,4,7,10,15,20,25,30,50,75,100,125,150,175,200,250,300,350,450,550 和 650 mg,分别测定总氮量。以峰面积(Y 轴)和对应的总氮量(X 轴)作图($n=23$)。结果表明,在 1 mg~650 mg 绝对氮范围内,有很好的线性关系,见图 F.1。



$$y = 1\,744.4x - 170.29 \quad R^2 = 1$$

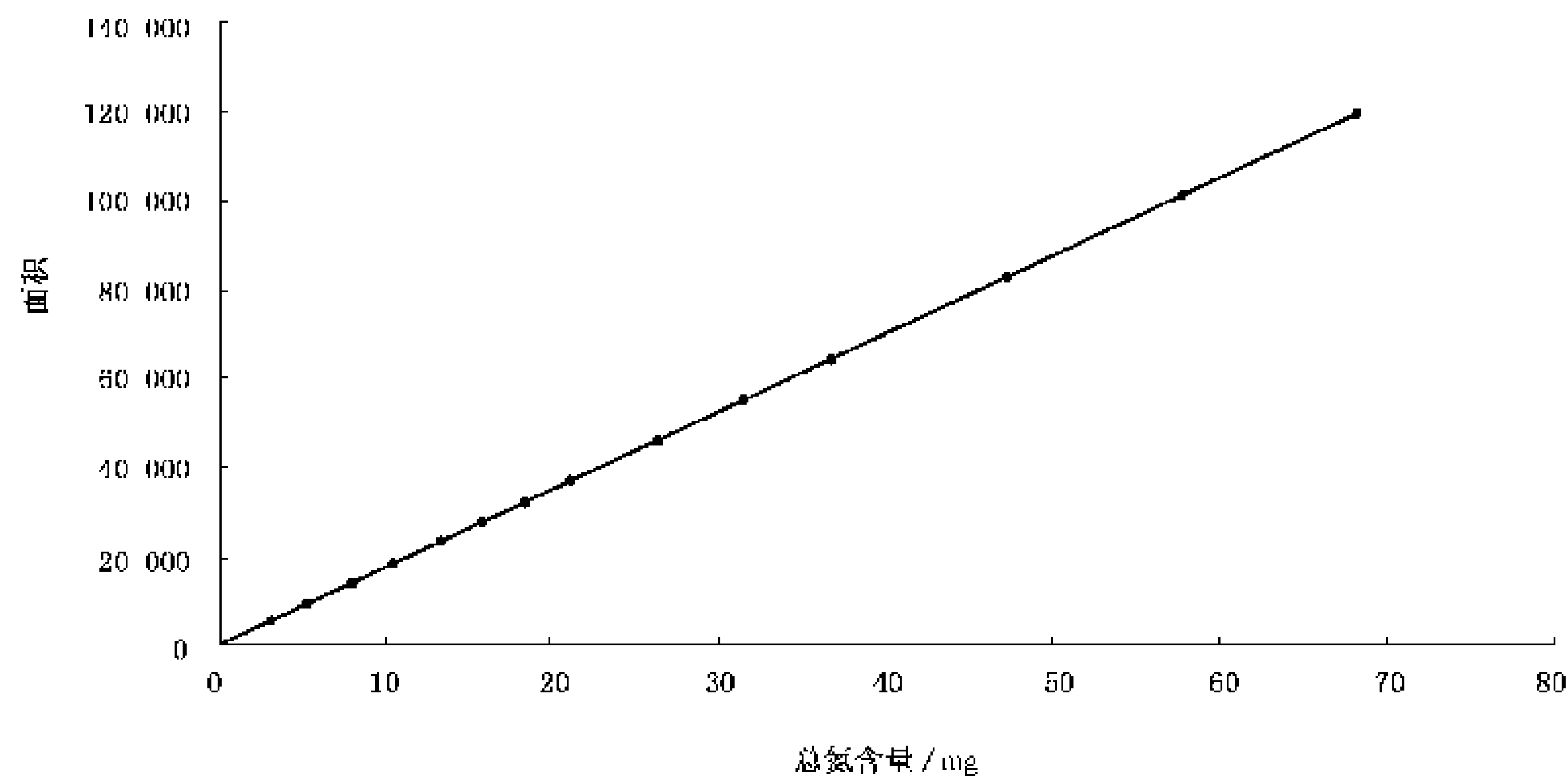


图 F.1 标准曲线