

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3478—2019

饲料中尿素的测定

Determination of urea in feed

2019-08-01 发布

2019-11-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业农村部农产品质量安全监管司提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本标准起草单位:新疆农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、农业农村部农产品质量监督检验测试中心(乌鲁木齐)。

本标准主要起草人:朱靖蓉、王成、马磊、李静、尼罗帕尔、王星、张继军。



饲料中尿素的测定

1 范围

本标准规定了饲料中尿素的测定方法。

本标准适用于饲料原料、配合饲料、浓缩饲料和精料补充料中尿素的测定。方法检出限为 0.39 mg/L。

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

在乙醇和酸性条件下,尿素与对二甲氨基苯甲醛(DMAB)反应,生成的黄色复合物在 420 nm 波长处有最大吸收,且吸光度与尿素浓度呈线性关系,通过标准曲线计算试样中尿素的含量。

4 试剂和溶液

除另有说明外,本法所用试剂均为分析纯,水符合 GB/T 6682 二级水的规定。

4.1 无水乙醇。

4.2 盐酸。

4.3 活性炭。

4.4 对二甲氨基苯甲醛(DMAB)溶液:称取 16.00 g DMAB 溶解于 1 000 mL 无水乙醇中,加 100 mL 盐酸(4.2)。储存在棕色试剂瓶中,常温下有效期 1 个月。

4.5 乙酸锌溶液:称取 22.00 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 用水溶解,加入 3 mL 冰乙酸,并定容至 100 mL。

4.6 亚铁氰化钾溶液:称取 10.60 g 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 用水溶解,并定容至 100 mL,需临用新配。

4.7 磷酸盐缓冲液(pH=7.0):称取 3.403 g 无水磷酸二氢钾(KH_2PO_4)和 4.355 g 无水磷酸氢二钾(K_2HPO_4),分别溶于约 100 mL 无二氧化碳水中,将上述 2 种溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,加水定容至刻度。

4.8 尿素标准溶液

4.8.1 尿素标准储备液(10 mg/mL):称取 5 g 尿素(优级纯,精确至 0.1 mg)溶解于水中,转移至 500 mL 容量瓶中,加水定容至刻度。该储备液于 4℃ 保存 2 个月。

4.8.2 尿素标准工作液 I (1.0 mg/mL):临用前吸取 10.00 mL 尿素储备液,置于 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度。

4.8.3 尿素标准工作液 II (0.1 mg/mL):临用前吸取 10.00 mL 尿素标准工作液 I,置于 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度。

4.9 滤纸:中速。

5 仪器和设备

5.1 分析天平:感量 0.1 mg。

5.2 分光光度计或紫外-可见分光光度计:配备 10 mm、30 mm 比色皿。

5.3 振荡器。

5.4 涡旋混合器。

5.5 样品粉碎机。

5.6 分样筛:孔径 0.45 mm。

6 样品的采集与制备

6.1 采样

按 GB/T 14699.1 的规定采取具有代表性的饲料样品 1 000 g。

6.2 试样的制备

按 GB/T 20195 的规定用四分法将饲料样品缩分至 250 g,粉碎,过 0.45 mm 孔径筛,充分混匀;装入密闭容器中备用。

7 分析步骤

7.1 试样提取

称取约 1.0 g 样品(精确至 1.0 mg)置于 100 mL 容量瓶中,加入 0.5 g 活性炭,加水约 70 mL,摇匀,放置 10 min,再分别加入 5 mL 乙酸锌溶液(4.5)和 5 mL 亚铁氰化钾溶液(4.6),振荡提取 30 min。用水定容至刻度,摇匀,静置 10 min。用中速滤纸过滤,弃去初滤液,收集续滤液作为试样溶液。同时做试剂空白。

7.2 标准曲线的绘制

7.2.1 高含量尿素标准曲线

准确吸取浓度为 1.0 mg/mL 的尿素标准工作液 I (4.8.2) 0 mL、0.50 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、10.0 mL(相当于含 0 mg、0.50 mg、1.0 mg、2.0 mg、3.0 mg、5.0 mg、10.0 mg 尿素)分别置于 25 mL 比色管中,加入 5.0 mL 磷酸盐缓冲液(4.7),立即加入 5.0 mL 对二甲氨基苯甲醛(DMAB)溶液(4.4),加水至刻度,摇匀,放置 20 min。用 10 mm 比色皿,以 0 mL 标准工作液的溶液为参比,于 420 nm 波长处测定吸光度。以尿素含量为横坐标、吸光度为纵坐标绘制标准曲线。尿素含量在 1.0%以上的试样,适用高含量标准曲线进行计算。

7.2.2 低含量尿素标准曲线

尿素含量在 1.0%以下的试样,需制备低含量标准曲线进行计算。吸取浓度为 0.1 mg/mL 的尿素标准工作液 II (4.8.3) 0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10 mL(相当于 0 mg、0.20 mg、0.40 mg、0.60 mg、0.80 mg、1.00 mg 尿素)分别置于 25 mL 比色管中,同 7.2.1 加入试剂溶液。放置 20 min,用 30 mm 比色皿,以 0 mL 标准工作液的溶液为参比,于 420 nm 波长处测定吸光度。以尿素含量为横坐标、吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

7.3 试样测定

准确吸取试样溶液(7.1) 5 mL~10 mL 置于 25 mL 比色管中,同 7.2.1 加入试剂溶液,以试剂空白为参比,进行显色和比色测定。测得试样的吸光度,在标准曲线上由吸光度查得尿素浓度,通过计算,即得试样的尿素含量。

8 结果计算及表示

8.1 结果计算

试样中的尿素含量 X 以质量百分数(%)表示,按式(1)计算。

$$X = \frac{C_1 - C_2}{m \times \frac{V_1}{V}} \times \frac{1}{1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——样品中尿素含量,单位为百分率(%)。

C_1 ——从标准曲线上查得的试样的尿素含量,单位为毫克(mg);

C_2 ——从标准曲线上查得的试剂空白的尿素含量,单位为毫克(mg);

m ——试样质量,单位为克(g);

V ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——测定试样溶液体积,单位为毫升(mL)。

8.2 结果表示

以2次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,保留3位有效数字。

9 精密度

尿素含量在1%以下时,在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

尿素含量在1%以上时,在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

中 华 人 民 共 和 国
农 业 行 业 标 准
饲 料 中 尿 素 的 测 定

NY/T 3478—2019

* * *

中 国 农 业 出 版 社 出 版

(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)

(邮政编码:100125 网址:www.ccap.com.cn)

北 京 印 刷 一 厂 印 刷

新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 销

* * *

开 本 880mm×1230mm 1/16 印 张 0.5 字 数 10 千 字

2019 年 10 月 第 1 版 2019 年 10 月 北 京 第 1 次 印 刷

书 号: 16109·4843

定 价: 12.00 元



NY/T 3478—2019

版 权 专 有 侵 权 必 究

举 报 电 话: (010) 59194261