

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 13085—2005
代替 GB/T 13085—1991

饲料中亚硝酸盐的测定 比色法

Determination of nitrite in feed—
Method using colorimetric analysis

2005-09-05 发布

2006-02-01 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

本标准是参考了 GB/T 5009.33《食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定方法》，并结合起草单位多年科研工作实践而制定的。

本标准是 GB/T 13085—1991《饲料中亚硝酸盐的测定方法》的修订本。本标准与 GB/T 13085—1991 的主要技术差异是：

(1) 改变了蛋白质沉淀剂，在弱碱性条件下，用硫酸锌沉淀样品中蛋白质；

(2) 用氯化铵缓冲液和乙酸溶液调节显色反应体系的 pH 值，因而提高了过滤速度，节约了样品预处理时间，提高了显色稳定性。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 13085—1991。

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：华中农业大学。

本标准主要起草人：齐德生、于炎湖、易俊东、黄炳堂。

本标准 1991 年首次发布，本次为第一次修订。

饲料中亚硝酸盐的测定 比色法

1 范围

本标准规定了以重氮偶合比色法测定饲料中亚硝酸盐的方法。

本标准适用于饲料原料、配合饲料、浓缩饲料及精料补充料中亚硝酸盐的测定。方法的检出限为 0.64mg/kg。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 原理

样品在弱碱性条件下除去蛋白质,在弱酸性条件下试样中的亚硝酸盐与对氨基苯磺酸反应,生成重氮化合物,再与 N-1-萘基乙二胺偶合形成紫红色化合物,进行比色测定。

4 试剂

试剂不加说明者,均为分析纯试剂,水应符合 GB/T 6682 三级用水。

4.1 氯化铵缓冲液:1 000 mL 容量瓶中加入 500 mL 水,加入 20 mL 盐酸,混匀,加入 50 mL 氢氧化铵,用水稀释至刻度。用稀盐酸和稀氢氧化铵调节 pH 至 9.6~9.7。

4.2 硫酸锌溶液(0.42 mol/L):称取 120g 硫酸锌($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$),用水溶解,并稀释至 1 000 mL。

4.3 氢氧化钠溶液(20 g/L):称取 20 g 氢氧化钠,用水溶解,并稀释至 1 000 mL。

4.4 60%乙酸溶液:量取 600 mL 乙酸于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

4.5 对氨基苯磺酸溶液:称取 5 g 对氨基苯磺酸,溶于 700 mL 水和 300 mL 冰乙酸中,置棕色瓶保存,1 周内有效。

4.6 N-1-萘基乙二胺溶液(1 g/L):称取 0.1 g N-1-萘基乙二胺,加乙酸(4.4)溶解并稀释至 100 mL,混匀后置棕色瓶中,在冰箱内保存,1 周内有效。

4.7 显色剂:临用前将 N-1-萘基乙二胺溶液(4.6)和对氨基苯磺酸溶液(4.5)等体积混合。

4.8 亚硝酸钠标准溶液:称取 250.0 mg 经 $115^\circ C \pm 5^\circ C$ 烘至恒重的亚硝酸钠,加水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,加 100 mL 氯化铵缓冲液(4.1),加水稀释至刻度,混匀,在 $4^\circ C$ 避光保存。此溶液每毫升相当于 500 μg 亚硝酸钠。

4.9 亚硝酸钠标准工作液:临用前,吸取亚硝酸钠标准溶液(4.8)1.00 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 5.0 μg 亚硝酸钠。

5 仪器与设备

5.1 分光光度计:有 1 cm 比色杯,可在 550 nm 处测量。

5.2 小型粉碎机。

5.3 分析天平:感量 0.000 1 g。