

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 935—2005

饲料级缩二脲

Feed-grade Biuret

2005-09-21 发布

2005-12-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国农业大学动物科技学院。

本标准主要起草人：张晓明、李静、莫放、譙士彦。

饲料级缩二脲

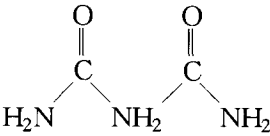
1 范围

本标准规定了饲料级缩二脲的要求、抽样、试验方法、检验规则、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于由尿素热缩合而生产的用作反刍动物非蛋白氮饲料的缩二脲。

化学名:氨基甲酰脲(Carbamy lurea)

分子式: $C_2H_5N_3O_2$

结构式:



相对分子质量:103.08 (根据 1999 国际相对原子质量)

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 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 2441.1—2001 尿素测定方法 总氮含量的测定
- GB/T 2441.3—2001 尿素测定方法 水分的测定 卡尔·费休法
- GB/T 2441.6—2001 尿素测定方法 水不溶物含量的测定 重量法
- GB 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛
- GB 6679 固体化工产品采样通则
- GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8946—1998 塑料编织袋
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB 13080 饲料中铅的测定方法
- 中华人民共和国产品质量法

3 要求

3.1 性状

白色或微黄色粉末,无可见机械杂质。

3.2 技术指标

饲料级缩二脲的技术指标应符合表 1 的要求。

表 1

项 目	指 标
缩二脲含量, %	≥55
总含氮量(以干基计), %	35~43

表 1 (续)

项 目	指 标
尿素含量, %	≤15
水分含量, %	≤5
缩三脲和三聚氰酸含量, %	≤25
重金属含量(以 Pb 计), mg/kg	≤10
砷含量(以 As 计), mg/kg	≤2
水不溶物含量, %	≤0.05
粒度, 通过 800 μm 孔径实验筛的筛下物, %	≥ 95

4 抽样

按 GB 6679 之规定进行采样, 数量不少于 2 kg。将样品混合均匀, 用四分法缩分至约 500 g, 分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中, 注明生产厂家、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用, 另一瓶保存备查。

5 试验方法

本标准所用试剂、制剂和水, 除特殊注明外, 均指分析纯试剂和 GB 6682 规定的三级水。

5.1 外观

自然光下目测为白色或微黄色粉末, 无机械杂质。

5.2 缩二脲含量的测定

5.2.1 原理

缩二脲在硫酸铜、酒石酸钾钠的碱性溶液中生成紫红色配合物, 在波长 550 nm 处测定其吸光度。

5.2.2 试剂和溶液

5.2.2.1 硫酸铜溶液: 15 g/L。

5.2.2.2 酒石酸钾钠碱性溶液: 50 g/L, 称量 50 g 酒石酸钾钠溶解于蒸馏水中, 加入 40 g 氢氧化钠, 稀释至 1 000 mL。

5.2.2.3 缩二脲标准溶液, 2.00 g/L。

5.2.3 仪器

一般实验室仪器和下列仪器:

5.2.3.1 水浴: 30℃ ± 5℃。

5.2.3.2 分光光度计: 带有 3 cm 的吸收池。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 标准曲线的绘制

5.2.4.1.1 标准比色溶液的制备

按表 2 所示量, 将缩二脲标准溶液(5.2.2.3)依次分别注入 8 个 100 mL 容量瓶中。

表 2

缩二脲标准溶液体积, mL	缩二脲的对应量, mg
0	0
2.5	5
5.0	10

表 2 (续)

缩二脲标准溶液体积, mL	缩二脲的对应量, mg
10.0	20
15.0	30
20.0	40
25.0	50
30.0	60

每个容量瓶用水稀释至约 50 mL, 然后依次加入 20.0 mL 酒石酸钾钠碱性溶液(5.2.2.2)和 20.0 mL 硫酸铜溶液(5.2.2.1), 摇匀, 用蒸馏水稀释至刻度, 把量瓶浸入 30℃ ± 5℃ 的水浴中约 20 min, 不时摇动。

5.2.4.1.2 吸光度测定

在 30 min 内, 以缩二脲为零的溶液作为参比溶液, 在波长 550 nm 处, 用分光光度计分别测定标准比色溶液(5.2.4.1.1)的吸光度。

5.2.4.1.3 标准曲线的绘制

以 100 mL 标准比色溶液中所含缩二脲的质量(mg)为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标作图, 或求线性回归方程。

5.2.5 测定

5.2.5.1 试样贮备液的制备

称取 2 g 左右试样, 准确至 0.000 5 g, 用蒸馏水溶解, 定容至 1 000 mL。

5.2.5.2 试样比色溶液的制备

将 25.0 mL 试样贮备液(5.2.5.1)转移至 100 mL 容量瓶中, 依次加入 20.0 mL 酒石酸钾钠碱性溶液(5.2.2.2)和 20.0 mL 硫酸铜溶液(5.2.2.1), 摇匀, 用蒸馏水稀释至刻度, 将容量瓶浸入 30℃ ± 5℃ 的水浴中约 20 min, 不时摇动。

5.2.5.3 空白试验

按上述操作步骤进行空白试验, 除不加试样外, 操作步骤和应用的试剂与测定时相同。

5.2.5.4 吸光度测定

与标准曲线绘制步骤相同, 对试样溶液和空白试验溶液进行吸光度的测定。

注 1: 如果试液有色或浑浊有色, 除按 5.2.5 测定吸光度外, 另于两只 100 mL 量瓶中, 各加入 20.0 mL 酒石酸钾钠碱性溶液(5.2.2.2), 其中一只加入与显色时相同体积的试液, 将溶液用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。以不含试液的溶液作为参比溶液, 用测定时的同样条件测定另一份溶液的吸光度, 在计算时扣除之。

注 2: 如果试液只是浑浊, 则在试液中加入 0.3 mL 盐酸溶液 [$c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$], 剧烈摇动, 用中速滤纸过滤, 用少量蒸馏水洗涤, 将滤液和洗涤液定量地收集在烧杯中, 然后按试液的制备进行操作。

5.2.6 结果计算

从标准曲线查出所测吸光度对应的缩二脲的质量或由曲线系数求出缩二脲的质量。

试样中缩二脲含量(W)以缩二脲的质量百分数(%)表示, 按式(1)计算:

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \times D \times 100}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——分取的试液测得的缩二脲质量, 单位为毫克(mg);

m_2 ——分取的空白试液测得的缩二脲质量, 单位为毫克(mg);

m ——试样的质量, 单位为毫克(mg);

D ——试样的总体积与用于显色反应分取的试液体积之比。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 所得结果表示至两位小数。

5.2.7 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。
不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.08%。

5.3 总氮含量的测定

采用 GB/T 2441.1—2001 所规定的方法测定。

5.4 尿素含量的测定 二乙酰一肟法

5.4.1 原理

尿素与二乙酰作用生成二嗪衍生物的可色复合物。二乙酰本身不稳定,故用二乙酰一肟作为试剂。在显色反应中加入氨基硫脲和三价铁离子,以增强反应的灵敏度和稳定性。

5.4.2 试剂与溶液

5.4.2.1 硫酸溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1.6\text{ mol}$ 。

5.4.2.2 硫酸溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.01\text{ mol}$ 。

5.4.2.3 氨基硫脲贮备液:称取氨基硫脲 2.5 g,用蒸馏水溶解,稀释至 500.0 mL。

5.4.2.4 二乙酰一肟标准贮备液:称取二乙酰一肟 12.500 g,用蒸馏水溶解,定容至 500.0 mL。

5.4.2.5 二乙酰一肟标准工作液:量取二乙酰一肟标准贮备液(5.4.2.4)67.0 mL、氨基硫脲贮备液(5.4.2.3)67.0 mL,混合,用蒸馏水定容至 1 000.0 mL。

5.4.2.6 氯化铁—磷酸贮备液:称取六水氯化铁($\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$)1.0 g,溶于 20.0 mL 磷酸,用蒸馏水稀释至 30.0 mL。

5.4.2.7 氯化铁—磷酸工作液:量取氯化铁—磷酸贮备液(5.4.2.6)1.0 mL,加硫酸溶液(5.4.2.1)至 1 000.0 mL。

5.4.2.8 尿素标准贮备液(1.0 mL 相当于 10.0 mg 尿素):精确称取干燥纯尿素 5.000 g,溶于硫酸溶液(5.4.2.2),定容至 500.0 mL。

5.4.2.9 尿素标准工作液(1.0 mL 相当于 1.0 mg 尿素):量取尿素标准贮备液(5.4.2.8)10.0 mL,用硫酸溶液(5.4.2.2)定容至 100.0 mL。

5.4.3 仪器

一般实验室用仪器和分光光度计。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 标准曲线的绘制

按表 3 所示量将各溶液分别加入 7 支具塞带刻度的 10 mL 试管中,塞紧、混匀后置于沸水浴中加热 10 min,再置于 15℃~25℃冷水中冷却 3 min,在 30 min 内于 540 nm 波长处进行吸光度测定,以空白管调零,测定各试管的吸光度,分别以各试管尿素含量与相对应的吸光度为 X 轴与 Y 轴,绘制出标准曲线,或求线性回归方程。

表 3

单位为毫升

试 剂	试管序号						
	空白管	1	2	3	4	5	6
二乙酰一肟标准工作液(5.4.2.5)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
尿素标准工作液(5.4.2.9)	—	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6
硫酸溶液(5.4.2.2)	0.6	0.5	0.4	0.3	0.2	0.1	—
氯化铁—磷酸工作液(5.4.2.6)	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5

5.4.4.2 试样及试液制备

称取 1 g 左右的试样,准确至 0.000 1 g,溶于硫酸溶液(5.4.2.2)中,并稀释至 250.0 mL,摇匀备用。

5.4.4.3 试样溶液与空白比色溶液的制备

取两支具塞带刻度的 10 mL 试管分别作为空白管与测定管,按表 4 所示量将各溶液分别加入两支试管中,塞紧、混匀后置于沸水浴中加热 10 min,再置于 15℃~25℃ 冷水中冷却 3 min。

表 4

单位为毫升

试 剂	空白管	测定管
二乙酰-肟标准工作液(5.4.2.5)	3.0	3.0
试样溶液(5.4.4.2)	—	0.6
硫酸溶液(5.4.2.2)	0.6	—
氯化铁—磷酸工作液(5.4.2.6)	2.5	2.5

5.4.4.4 吸光度测定

在 30 min 内,用分光光度计于 540 nm 波长处分别对试样溶液与空白比色溶液进行吸光度测定。

5.4.5 结果计算

从标准曲线查出试样比色溶液和空白比色溶液所测吸光度对应的尿素质量,或由回归方程求出试样比色溶液和空白比色溶液的尿素质量。

试样中尿素含量用质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$W_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 250 \times 0.001}{0.6 \times m} \times 100 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.4167}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——分取的 0.6 mL 试样比色溶液中测得的尿素质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——分取的 0.6 mL 空白比色溶液中测得的尿素质量,单位为毫克(mg);

250——试样溶解稀释的体积,单位为毫升(mL);

0.001——将毫克转换为克的系数;

0.6——分取的试样比色溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

所得结果表示至两位小数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.4.6 允许差

重复测定的绝对差值不大于 0.2%。

5.5 水分含量的测定

采用 GB/T 2441.3—2001 所规定的方法测定。

5.6 缩三脲与三聚氰酸含量的计算

5.6.1 原理

饲料级缩二脲内除缩二脲、尿素、水分外,就是缩三脲与三聚氰酸,其他不纯物(重金属等)含量可略而不计。因此,饲料级缩二脲中的缩三脲与三聚氰酸含量可通过 100 减缩二脲、尿素和水分的含量计算获得。

5.6.2 计算方法

缩三脲与三聚氰酸的含量 W_2 ,用质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$W_2 = 100 - W_3 - W_4 - W_5 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

W_3 ——试样中缩二脲含量,单位为质量百分数(%);

W_4 ——试样中尿素含量,单位为质量百分数(%);

W_5 ——试样中水分含量,单位为质量百分数(%)。

所得结果表示至两位小数。

5.7 重金属含量的测定(以 Pb 计)

采用 GB 13080 所规定的方法测定。

5.8 砷含量的测定

采用 GB/T 13079 所规定的方法测定。

5.9 水不溶物的测定

采用 GB/T 2441.6—2001 所规定的方法测定。

5.10 粒度的测定

5.10.1 仪器设备

5.10.1.1 孔径 800 μm 试验筛(GB/T 6003.1—1997 中的 R20 系列),附筛盖和底盘。

5.10.1.2 感量为 0.5 g 的天平。

5.10.1.3 振荡器,能垂直和水平振荡。

5.10.2 分析步骤

将筛子装上底盘,称取约 100 g 试样(精确到 0.5 g),置于筛子上,盖好筛盖,将其置于振荡器上,夹紧,振荡 3 min,称量通过筛子的试样,夹在塞孔中的颗粒按不通过计。

5.10.3 结果计算

粒度 W_6 ,以试样筛下物的质量分数(%)表示,按式(4)计算:

$$W_6 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——通过筛子的试样质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)。

所得结果表示至一位小数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.10.4 允许差

重复测定的绝对差值不大于 2.0%。

6 检验规则

6.1 饲料级缩二脲在生产厂的质量检验部门按本标准进行检验,合格后方可出厂。每批产品出厂时应附有质量合格证。

6.2 使用单位有权按本标准的规定对所收到的产品进行验收。

6.3 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样核验。核验结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品判为不合格。

6.4 当供需双方对产品质量发生异议时,按《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6.5 采用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标签、包装、运输和贮存

7.1 标签

包装袋上应有牢固清晰的标签标志,应符合 GB 10648 的规定。内容包括:产品名称、产品成分分析保证值及组成成分、净重、生产日期、保质期、生产厂名、厂址、生产许可证号、商标、批号、贮存条件和用途,并标有“饲料级”和“不能用于泌乳牛”等字样。

7.2 包装

本产品采用双层包装,内包装采用食品级聚乙烯塑料薄膜袋,用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相应的其他方式封口;外包装采用塑料编织袋,在距边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口,针距 7 mm~12 mm,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。其性能和检验方法应符合 GB 8946—1998 中 A 型的规定,每袋净重 25 kg,附有质量合格证。

7.3 运输

本产品在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮、受热,不得与有毒有害物质混运。

7.4 贮存

本产品应贮存在阴凉干燥通风的仓库内,防止日晒、雨淋、受潮、受热,不得与有毒有害物质混贮。自生产之日起保质期为两年。
