

# T/FDSA

## 团 体 标 准

T/ACEF—202×

### 养殖场粪污露天存放场氨挥发强度测定 技术指南

Technical guide for determination of ammonia emission rates from open  
storage of manure in intensive animal operations

(征求意见稿)

202×-××-×× 发布

202×-××-×× 实施

中华环保联合会 发布

## 目 次

前 言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 原理 .....	2
4.1 密闭室间歇抽气-酸碱滴定/分光光度法 .....	2
4.2 通气式氨气捕获-分光光度法 .....	2
5 试剂、仪器和材料 .....	3
5.1 试剂 .....	3
5.2 仪器 .....	3
5.3 材料 .....	3
6 监测点 .....	4
6.1 选择原则 .....	4
6.2 设计 .....	4
7 采样和测定步骤 .....	4
7.1 密闭室间歇抽气-酸碱滴定/分光光度法 .....	4
7.2 通气式氨气捕获-分光光度法 .....	5
8 氨挥发强度计算 .....	5
8.1 密闭室间歇抽气-分光光度法 .....	5
8.2 密闭室间歇抽气-酸碱滴定法 .....	5
8.3 通气式氨气捕获-分光光度法 .....	6
9 异常值的判断与处理 .....	6
10 监测报告 .....	6
附 录 A（规范性附录） 监测点设计 .....	7
A.1 密闭室间歇抽气-酸碱滴定/分光光度法 .....	7
A.2 通气式氨气捕获-分光光度法 .....	7
附 录 B（规范性附录） 密闭室间歇抽气法氨气采样装置 .....	8
B.1 装置结构 .....	8
B.2 装置工作原理 .....	8
附 录 C（规范性附录） 通气式氨气采样装置 .....	9
C.1 装置结构 .....	9
C.2 装置工作原理 .....	9

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法（2014 修订）》、《中华人民共和国大气污染防治法（2018 修正）》等法律，防治养殖业氨污染，改善环境质量，加强对养殖业氨排放的控制和管理，制定本标准。

本技术指南规定了规模化奶牛养殖场、规模化肉牛养殖场、规模化生猪养殖场和规模化肉鸡/蛋鸡等畜禽养殖场粪污露天存放时的氨挥发测定技术。

本技术指南为首次制定。

本技术指南由中华环保联合会提出并归口管理。

主编单位：河北农业大学

参编单位：北京市环境保护科学研究院，中国科学院南京土壤研究所

本标准主要起草人：高志岭，李珊珊，刘春敬，田玉华，唐傲寒，江磊，廖文华

# 养殖场粪污露天存放场氨挥发强度测定技术指南

## 1 范围

本技术指南规定了测定养殖场粪污露天存放场氨挥发强度测定技术的范围、规范性引用文件、术语和定义、原理与适用范围、试剂、仪器和材料、监测点、采样和测定步骤、通量计算、异常值的判断与处理、监测报告。本标准适用于畜禽粪便露天堆存、液态粪尿存贮过程的氨挥发强度。测定技术：密闭室间歇抽气-酸碱滴定/分光光度法、通气式氨气捕获-分光光度法。

## 2 规范性引用文件

本技术指南内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB/T 601-2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 4883-2008 数据的统计处理和解释-正态样本离群值的判断和处理

GB/T 18204.2-2014 公共场所卫生检验方法第2部分：化学污染物 氨

## 3 术语和定义

### 3.1

**规模化畜禽养殖场 Intensively confined animal feeding operation**

指以企业化运营为主要模式从事畜禽养殖活动的场所，或者以个体经营模式从事经营性畜禽养殖活动但达到省级人民政府规定的养殖规模标准的场所（表1），以及从事畜禽养殖科研活动的场所。

表1 集约化畜禽养殖场的适用规模（以存栏数计）

类别规模分级	猪（头） (25kg 以上)	鸡（万只）		牛（头）	
		蛋鸡	肉鸡	成年奶牛	肉牛
一级	$\geq 3000$	$\geq 10$	$\geq 20$	$\geq 200$	$\geq 400$
二级	$500 \leq Q < 3000$	$1.5 \leq Q < 10$	$3 \leq Q < 20$	$100 \leq Q < 200$	$200 \leq Q < 400$

注：Q 表示养殖量。对具有不同畜禽种类的养殖场和养殖区，其规模可将鸡、牛的养殖量换算成猪的养殖量，换算比例为：30 只蛋鸡折算成 1 头猪，60 只肉鸡折算成 1 头猪，1 头奶牛折算成 10 头猪，1 头肉牛折算成 5 头猪。

### 3.2

**畜禽养殖区 Collectively confined animal feeding operation**

指以集中建造畜禽圈舍、农户分户饲养为主要模式，按照畜禽养殖场与居民生活区分

离的原则，由地方人民政府、村民委员会、农村集体经济组织、畜牧业合作经济组织划定，或者由专门从事畜禽产品生产经营的龙头企业按照有关规定设置，集中从事畜禽养殖活动达到省级人民政府规定的养殖规模标准的区域（参见表2）。

表2 集约化畜禽养殖区的适用规模（以存栏数计）

类别规模分级	猪（头） (25kg 以上)	鸡（万只）		牛（头）	
		蛋鸡	肉鸡	成年奶牛	肉牛
一级	≥6000	≥20	≥40	≥400	≥800
二级	3000≤Q<6000	10≤Q<20	20≤Q<40	200≤Q<400	400≤Q<800

注：Q 表示养殖量。对具有不同畜禽种类的养殖场和养殖区，其规模可将鸡、牛的养殖量换算成猪的养殖量，换算比例为：30 只蛋鸡折算成 1 头猪，60 只肉鸡折算成 1 头猪，1 头奶牛折算成 10 头猪，1 头肉牛折算成 5 头猪。

### 3.3

#### 粪污 Manure

指畜禽排泄的粪便、尿液。

### 3.4

#### 畜禽养殖氨挥发 Ammonia volatilization from manure storage in animal operations

畜禽粪污露天存放场所（运动场、自然堆肥、氧化塘、沼液贮存池等）向大气排放气态氨的过程。

### 3.5

#### 密闭室间歇抽气 Intermittent airflow enclosure

用封闭的罩子将测定区域隔离开，抽气泵驱动气流，在 24h 内抽气-停止-抽气-停止的方式，经吸收液收集气流中氨的一种采样方法。

### 3.6

#### 通气式氨气捕获 Vented chamber for ammonia capture

用无封口的罩子将测定区域隔离开，利用经氨吸收液浸润的海绵，在自然通气条件下采集挥发氨的一种采样方法。

## 4 原理

### 4.1 密闭室间歇抽气-酸碱滴定/分光光度法

4.1.1 利用空气置换密闭室内的氨，挥发出来的氨随着抽气气流进入吸收瓶中，被瓶中氨吸收液吸收，通过酸碱滴定或分光光度法测定氨浓度，估算固态粪尿堆体或液体表面挥发氨量及累积量。

4.1.2 适用于固态粪尿堆体和沼液贮存池、稳定塘等液面氨挥发强度的测定。

### 4.2 通气式氨气捕获-分光光度法

4.2.1 通过通气式氨气捕获装置将固态粪尿罩住，利用装置内含氨吸收液的海绵吸收粪尿挥

发出来的氨气，通过测定海绵内氨的含量，估算不同存放场表面氨挥发强度。

#### 4.2.2 适用于固态粪尿堆体氨挥发强度的测定

### 5 试剂、仪器和材料

#### 5.1 试剂

##### 5.1.1 0.05 mol/L 硫酸溶液

按照 GB/T 18204.2 配制。

##### 5.1.2 2%硼酸+甲基红-溴甲酚绿混合指示剂

称量 20 g 硼酸溶于 950 mL 热蒸馏水，加入 20 mL 混合指示剂，然后调节 pH 至约 4.5，定容至 1 L。

##### 5.1.3 0.01 mol/L 硫酸标准溶液

按照 GB/T 601 配制。

##### 5.1.4 磷酸甘油混合液

将 100 mL 磷酸与 80 mL 甘油混合，定容至 2 L。

##### 5.1.5 1 mol/L 氯化钾溶液

称量 149.1 g 氯化钾溶于 500 mL 水中，定容至 1 L。

##### 5.1.6 2%草酸溶液

称量 20 g 草酸溶于 950 mL 热蒸馏水，定容至 1 L。

##### 5.1.7 0.1 mol/L 硫酸铵溶液

称量 6.607 g 硫酸铵溶于水中，定容至 1 L。

##### 5.1.8 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液

称量 4 g 氢氧化钠溶于水中，定容至 1 L。

除非另有注明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，实验用水为无氨蒸馏水或去离子水。

#### 5.2 仪器

本文件规定的方法涉及的仪器包括：

pH 计；

真空泵；

流量计；

温度计；

风速计；

分光光度计；

天平（精度为 0.001 g）；

摇床；

冰箱；

半自动滴定管。

#### 5.3 材料

本文件规定的方法涉及的材料包括：

有机玻璃罩；

PVC 管；

螺纹管；

橡胶管；  
 大气冲击式吸收瓶（250 mL）；  
 玻璃缓冲瓶；  
 聚胺脂材质、硬度 B8 软海绵；  
 具塞比色管；  
 聚乙烯瓶；  
 玻璃烧杯（2 L）；  
 蒸发皿（50 mL）。

## 6 监测点

### 6.1 选择原则

养殖场上有多个类似排放源时，选择有代表性、受周围其他排放源干扰较小的作为监测位点。

### 6.2 设计

按照附录 A。

## 7 采样和测定步骤

### 7.1 密闭室间歇抽气-酸碱滴定/分光光度法

#### 7.1.1 安装采样装置

装置结构和工作原理按照附录 B。

#### 7.1.2 准备氨吸收液

密闭室间歇抽气-分光光度法：每次加入 60 mL 0.05 mol/L 稀硫酸溶液（5.1.1）。

密闭室间歇抽气-酸碱滴定法：每次加入 80 mL 2%硼酸+甲基红-溴甲酚绿混合指示剂（5.1.2）。

#### 7.1.3 样品采集

每次连续监测 5-7 天，采样时间为每日的 7:00~9:00 和 15:00~17:00。

采样时应打开气体采样泵，控制气室内的换气速率在 15~20 次/min。

#### 7.1.4 氨吸收液的测定

密闭室间歇抽气-分光光度法：铵态氮的浓度（C）按照 GB/T 18204.2-2014 靛酚蓝分光光度法执行，如当天未能测定，应放置在 4℃冰箱内保存，在一周内完成测定。

密闭室间歇抽气-酸碱滴定法：用 0.01 mol/L 硫酸标准溶液（5.1.3）滴定，记录所用酸的体积（V）。

#### 7.1.5 回收率和精确度测定

将 3 套蒸发皿中分别加入已知铵态氮量的纯溶液作为气态氨的挥发源，调整溶液的 pH 值至 9.0 以上，置入氨挥发采样装置内。

参照 7.1.2，7.1.3，7.1.4 的采样和测定步骤测定气态氨挥发强度。

测定蒸发皿中残留溶液中铵量，确定理论气态氨的挥发量，与测得氨挥发量进行比对计算回收率、重复性以及标准偏差，回收率和精确度应达 90%以上。

## 7.2 通气式氨气捕获-分光光度法

### 7.2.1 安装采样装置

装置结构和工作原理按照附录 C。

### 7.2.2 准备气态氨吸收液

磷酸甘油混合液 (5.1.4)。

### 7.2.3 样品采集:

每次样品采集时间为 24 h。

记录采样前的下层海绵干重 ( $m_1$ )。

采样后, 将 2 L 烧杯置于天平上调零后, 放入下层海绵, 加入 60 mL 氯化钾溶液 (5.1.5), 记录质量 ( $m_2$ )。

挤压下层海绵不少于 15 次, 取 2 mL 洗脱液称重 ( $m_3$ ), 洗脱液总体积 ( $V$ )。

### 7.2.4 氨吸收液的测定

铵态氮的浓度 ( $C$ ) 按照 GB/T 18204.2-2014 的靛酚蓝分光光度法执行, 如当天未能测定, 应放置在 4 °C 冰箱内保存, 在一周内完成测定。

### 7.2.5 回收率和精确度测定

将 10 mL 硫酸铵溶液 (5.1.7) 和 20 mL 氢氧化钠 (5.1.8) 溶液按顺序分别加入 3 套 50 mL 蒸发皿, 快速置入通气式氨气捕获装置内, 并密封。

参照 7.2.2, 7.2.3, 7.2.4 的采样和测定步骤进行测定。实际测得的铵离子含量占挥发出铵离子理论值的百分数即为装置回收率 ( $R$ ), 回收率和精确度应达 90% 以上。

## 8 氨挥发强度计算

### 8.1 密闭室间歇抽气-分光光度法

氨挥发强度计算公式如下:

$$F = C \times 10^{-6} \times 60 \times \frac{10^4}{\pi \times r^2} \times 6 \quad (1)$$

式中:

$F$ ——氨挥发强度,  $\text{kg}/\text{hm}^2/\text{d}$ ;

$C$ ——吸收液铵态氮的浓度,  $\text{mg}/\text{mL}$ ;

60——稀硫酸吸收液的体积,  $\text{mL}$ ;

$10^{-6}$ ——质量转换系数;

$10^4$ ——面积转换系数;

$r$ ——气室的半径,  $\text{m}$ ;

6——24 h 与日氨挥发收集时间 4 h 的比值。

### 8.2 密闭室间歇抽气-酸碱滴定法

氨挥发强度计算公式如下:

$$F = V \times 10^{-3} \times C \times 0.014 \times \frac{10^4}{\pi \times r^2} \times 6 \quad (2)$$

式中:

$F$ ——氨挥发强度,  $\text{kg}/\text{hm}^2/\text{d}$ ;

- $V$ ——滴定用硫酸的体积，mL；  
 $10^3$ ——体积转换系数；  
 $C$ ——滴定用硫酸的标定浓度，mol/L；  
 $0.014$ ——氮原子的相对原子质量，kg/mol；  
 $10^4$ ——面积转换系数；  
 $r$ ——气室的半径，m；  
 $6$ ——24 h 与日氨挥发收集时间 4 h 的比值。

### 8.3 通气式氨气捕获-分光光度法

氨挥发强度计算公式如下：

$$F = \frac{C \times V \times 10^{-6} \times 10^4}{\pi \times r^2 \times D_i \times R} \quad (3)$$

其中：

- $F$ ——氨挥发强度，kg/hm<sup>2</sup>/d；  
 $C$ ——洗脱液中的铵态氮的浓度，mg/mL；  
 $V$ ——洗脱液总体积，mL；  
 $10^6$ ——质量转换系数；  
 $10^4$ ——面积转换系数。  
 $r$ ——气室的半径，m；  
 $i$ ——表示第  $i$  次取样；  
 $D_i$ ——第  $i$  次取样时装置实际累积吸收氨的时间，d；  
 $R$ ——氨挥发捕获装置的氨回收率。

### 9 异常值的判断与处理

按照GB/T 4883-2008执行。

### 10 监测报告

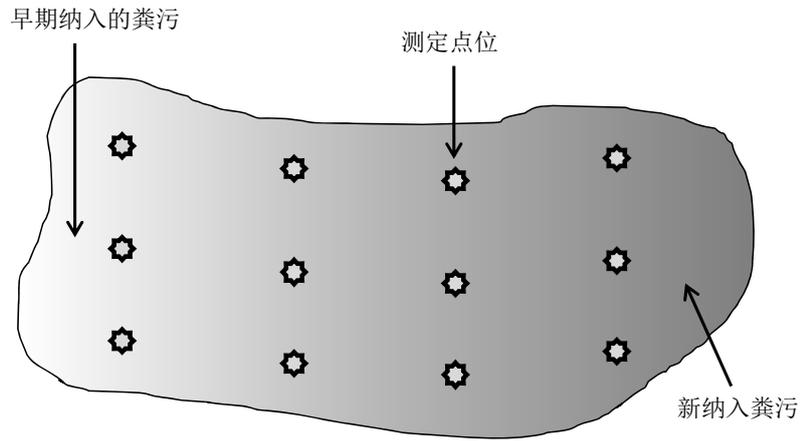
应形成监测报告，主要包括以下内容：  
 养殖场类型、排放源类型、气候状况；  
 采样人、采样时间和地点、采样方法；  
 分析人、检测仪器、分析方法、数据；  
 检测结果。

## 附录 A (规范性附录)

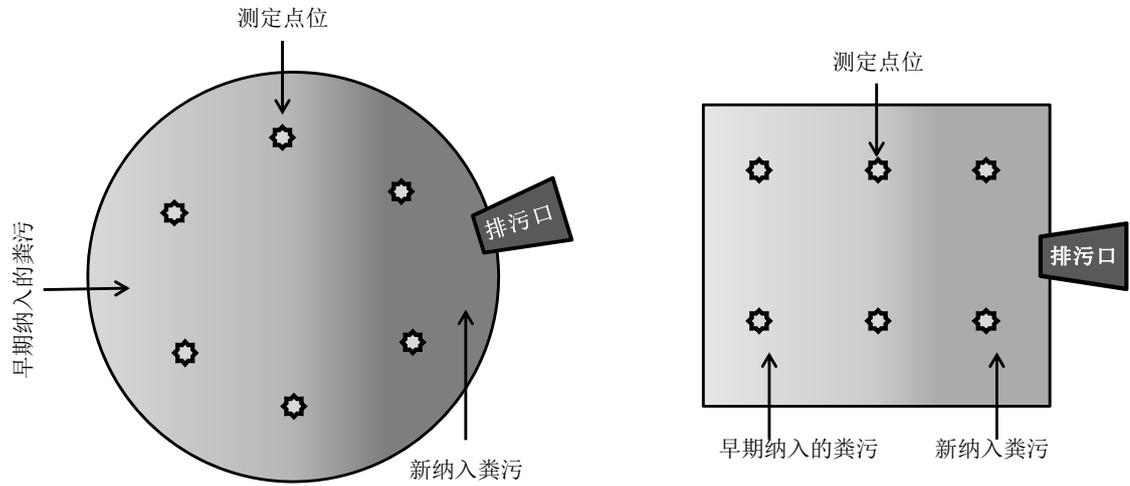
### 监测点设计

#### A.1 密闭室间歇抽气-酸碱滴定/分光光度法

在粪污露天存放场所（自然堆肥、氧化塘、沼液存贮池等）选择9-12个监测点，



图A.1 大面积氨排放源（堆肥场、氧化塘）氨排放测定点位布置



图A.2 面积小且形状规则的排放源测定点位布置

#### A.2 通气式氨气捕获-分光光度法

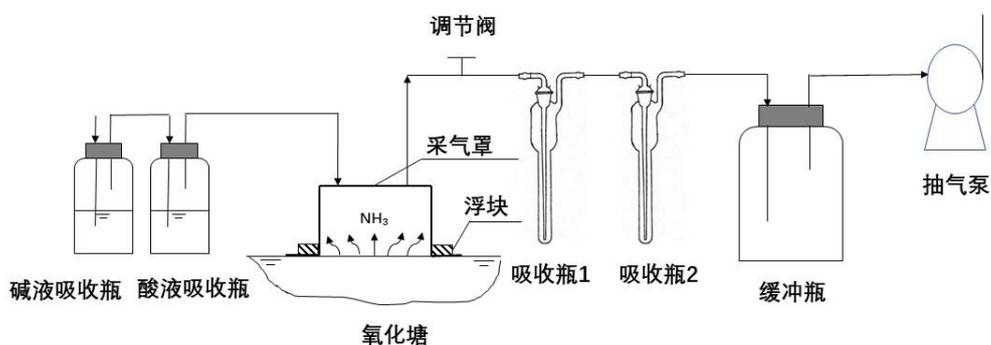
方法同A.1。

## 附录 B（规范性附录）

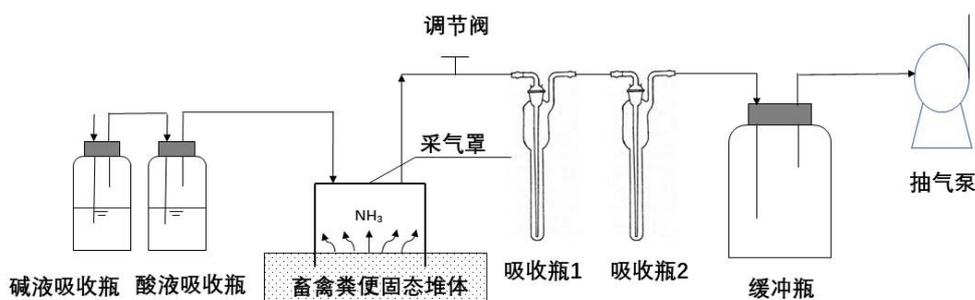
## 密闭室间歇抽气法氨气采样装置

## B.1 装置结构

测定畜禽养殖场沼气池、氧化塘等液面的氨挥发的整套装置主要包括酸、碱吸收瓶、采气罩（PVC 或者有机玻璃，直径 20cm，高 15cm，底部开放，顶部有 2 个通气孔，两侧安装有浮块以维持采气罩能够浮在液面之上）、大型气泡吸收管、调节阀、流量计、气体采样泵及连接各部件的乳胶管，见图 B.1。采用密闭式间歇抽气法测定畜禽粪便固态堆体的氨挥发的装置同 B.1，但不用再采气罩两侧安装浮块，见图 B.2。



图A.1 密闭式间歇抽气法装置示意图（氧化塘等粪尿存贮场所）



图A.2 密闭式间歇抽气法装置示意图（畜禽粪便固态堆体）

## B.2 装置工作原理

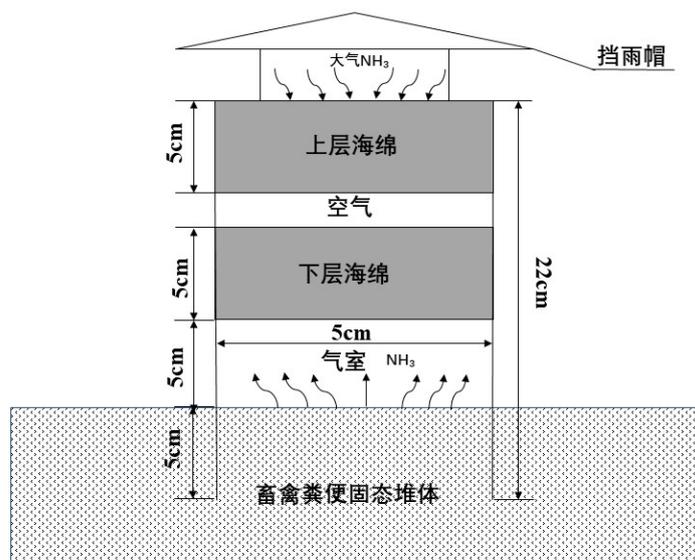
在抽气泵的作用下，外界空气经酸碱吸收瓶去除干扰气体后，进入采气罩，并带动粪尿中挥发的氨进入吸收瓶，通过吸收瓶中的吸收液将氨吸收，通过测定吸收液中氨的总量计算其氨挥发强度。采集样品前，将氨吸收液注入吸收瓶，将各部件依次连接，把采气罩放置于待测区域，测定固态堆体时，底部插入堆体 2cm，控制调节阀保持空气交换室内空气交换速率为 15~20 次/min，抽气结束后测定吸收液中氨的总量。

## 附录 C（规范性附录）

## 通气式氨气采样装置

## C.1 装置结构

整套装置包含圆柱形气室（高 22cm，内径 15cm，材质可为聚氯乙烯或聚甲基丙烯酸甲酯）、2 块圆片形海绵（直径 15cm，厚 5cm，测定前两层海绵灌注磷酸甘油混合液（5.1.4））和挡雨帽，见图 C.1。



图A.3 通气式氨气捕获装置示意图

## C.2 装置工作原理

利用经酸液浸润的海绵吸收地表挥发的氨，洗脱海绵吸收到的氨，以靛酚蓝分光光度法测定存放场氨挥发强度的方法。本法适用于测定畜禽粪尿固态堆体的氨挥发，测定时，先将两层圆片形吸收海绵中分别用注射器注入 20 mL 磷酸甘油（5.1.4）后将两层海绵分别放置到气室内，其中，下层吸收海绵距离挥发面 5cm，用于捕获挥发的氨；上层吸收海绵用于消除外界空气中的氨对下层吸收海绵的干扰。然后将圆柱形气室垂直插入堆体中，插入深度为 5 cm，遮雨板固定在圆柱形支柱顶端，与圆柱型气室间距 5 cm。