



中华人民共和国国家标准

GB/T 13087—2020
代替 GB/T 13087—1991

饲料中异硫氰酸酯的测定方法

Determination of isothiocyanates in feeds

2020-07-21 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13087—1991《饲料中异硫氰酸酯的测定方法》。本标准与 GB/T 13087—1991 相比,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 删除了银量法(见 1991 年版的第二篇);
- 增加了方法的检出限和定量限(见第 1 章);
- 修改了方法的适用范围(见第 1 章,1991 年版的第 1 章);
- 修改了白芥子酶的制备方法(见 4.10,1991 年版的 3.5);
- 修改了白芥子酶的用量(见 7.1,1991 年版的 6.1);
- 增加了异硫氰酸酯混合标准溶液的配制和应用(见 4.12、4.13、7.3 和第 8 章);
- 修改了气相色谱测定条件(见 7.2,1991 年版的 6.2);
- 修改了测定结果计算公式(见第 8 章,1991 年版的第 7 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:四川威尔检测技术股份有限公司、中国农业科学院北京畜牧兽医研究所、通威股份有限公司。

本标准主要起草人:张凤枰、佟建明、张艳红、李德祥、杨发树。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13087—1991。

饲料中异硫氰酸酯的测定方法

1 范围

本标准规定了饲料中异硫氰酸酯的气相色谱测定方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料中异硫氰酸酯的测定。

本标准的检出限为 2 mg/kg,定量限为 5 mg/kg。

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 5520 粮油检验 发芽试验

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 原理

试样中的硫葡萄糖苷在 pH7.0 缓冲液中,在白芥子酶作用下生成丙烯基异硫氰酸酯、丁烯基异硫氰酸酯和戊烯基异硫氰酸酯,用二氯甲烷提取,脱水、过滤后以气相色谱仪测定,内标法定量,结果以丙烯基异硫氰酸酯计。

4 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.1 水:GB/T 6682,一级。

4.2 二氯甲烷。

4.3 石油醚(沸程 30 °C~60 °C)。

4.4 无水硫酸钠。

4.5 柠檬酸溶液(0.1 mol/L):准确称取 4.20 g 柠檬酸($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)溶解于水中,用水稀释并定容至 200 mL,混匀。临用现配。

4.6 磷酸氢二钠溶液(0.2 mol/L):准确称取 28.39 g 无水磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)溶解于水中,用水稀释并定容至 1 L,混匀。临用现配。

4.7 盐酸溶液(0.01 mol/L):准确移取 0.9 mL 浓盐酸,用水稀释并定容至 1 L,混匀。

4.8 氢氧化钠溶液(0.01 mol/L):准确称取 0.40 g 氢氧化钠加水溶解,用水稀释并定容至 1 L,混匀。

4.9 pH7.0 缓冲溶液:量取 176.5 mL 柠檬酸溶液(4.5)于 1 000 mL 容量瓶中,用磷酸氢二钠溶液(4.6)稀释并定容至 1 000 mL,混匀,用盐酸溶液(4.7)或氢氧化钠溶液(4.8)调整 pH 至 7.0。临用现配。

4.10 白芥子酶:称取 50 g 白芥(*Sinapis alba* L.)种子(按照 GB/T 5520 做发芽试验,72 h 内发芽率应大于 85%,保存期不超过两年)粉碎后,置于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 石油醚(4.3),搅拌 2 min,静置,弃去上层液体,重复脱脂 10 次,使脂肪含量低于 2%,置通风橱内使溶剂挥干,然后再粉碎一次,