



# 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,

80%通过 0.28 mm 试验筛,装在密闭容器中,置于-18 ℃ 以下保存,有效期为 6 个月。为保证白芥子酶活性,制备过程中环境温度应保持在 30 ℃ 以下,两次粉碎注意少量多次,防止粉碎机过热。

4.11 丁基异硫氰酸酯内标溶液(0.1 mg/mL):准确称取 50 mg(精确至 0.000 01 g)丁基异硫氰酸酯 [ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{NCS}$ ,CAS 号:592-82-5,纯度 $\geq 99\%$ ]于 500 mL 棕色容量瓶中,用二氯甲烷溶解并定容,混匀,于-18 ℃ 以下保存,有效期为 3 个月。

4.12 异硫氰酸酯混合标准溶液(1.0 mg/mL):分别准确称取 10 mg(精确至 0.000 01 g)丙烯基异硫氰酸酯 [ $\text{CH}_2 = \text{CHCH}_2\text{NCS}$ ,CAS 号:57-06-7,纯度 $\geq 99.7\%$ ]、丁烯基异硫氰酸酯 [ $\text{CH}_2 = \text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{NCS}$ ,CAS 号:3386-97-8,纯度 $\geq 95.0\%$ ]、戊烯基异硫氰酸酯 [ $\text{CH}_2 = \text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NCS}$ ,CAS 号:18060-79-2,纯度 $\geq 95.0\%$ ]于 10 mL 棕色容量瓶中,用丁基异硫氰酸酯内标溶液(4.11)溶解并定容,混匀,于-18 ℃ 以下保存,有效期 3 个月。

4.13 异硫氰酸酯混合标准系列工作溶液:精确移取适量异硫氰酸酯混合标准溶液(4.12)于 10 mL 容量瓶中,用丁基异硫氰酸酯内标溶液(4.11)稀释定容配制成标准系列工作溶液,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的浓度分别为 0 mg/mL、0.001 mg/mL、0.02 mg/mL、0.05 mg/mL、0.1 mg/mL、0.5 mg/mL、1.0 mg/mL。丁基异硫氰酸酯内标浓度均为 0.1 mg/mL。临用现配。

4.14 定性滤纸:快速,内径 7.0 cm。

## 5 仪器设备

5.1 气相色谱仪:配有氢火焰检测器(FID)。

5.2 分析天平:感量 0.01 g、0.000 1 g 和 0.000 01 g。

5.3 实验用样品粉碎机。

5.4 振荡器:往复,不低于 200 次/min。

5.5 离心机:转速不低于 5 000 r/min。



## 6 样品

按照 GB/T 20195 规定制备试样,至少 200 g,粉碎使其全部过 0.42 mm 分析筛,混合均匀,装入密闭容器中,备用。

## 7 试验步骤

### 7.1 试样溶液制备

平行做两份试验。称取约 2.0 g(精确至 0.000 1 g)试样置于 100 mL 具塞三角瓶中,加入 0.5 g 白芥子酶(4.10)、5.0 mL pH7.0 缓冲溶液(4.9)、10 mL 丁基异硫氰酸酯内标溶液(4.11),于室温下 200 次/min 振荡提取 2 h,将具塞三角瓶中内容物全部转入离心试管中,5 000 r/min 离心 10 min,取下层溶液,用铺有 2 g~3 g 无水硫酸钠层的定性滤纸过滤,滤液备用。

### 7.2 气相色谱参考条件

色谱柱:聚乙二醇(FFAP)毛细管柱,长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ,或性能相当者。

色谱柱温度:起始温度 100 ℃,保持 10 min,以 10 ℃/min 升到 200 ℃,保持 2 min。

进样口温度:220 ℃。

检测器温度:230 ℃。

载气:高纯氮气。

载气流速:1.0 mL/min。

氢气流速:35 mL/min。

空气流速:400 mL/min。

尾吹流速:20 mL/min。

进样量:1  $\mu$ L。

分流比:5:1。

### 7.3 测定

#### 7.3.1 标准溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下,分别取异硫氰酸酯混合标准系列工作溶液(4.13)和试样溶液(7.1)上机测定。各异硫氰酸酯标准溶液的气相色谱图参见附录 A。

#### 7.3.2 定性和定量

以保留时间定性,试样溶液中各异硫氰酸酯保留时间应与标准溶液中各异硫氰酸酯的保留时间一致,其相对偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内,内标法定量。

## 8 试验数据处理

试样中异硫氰酸酯(以丙烯基异硫氰酸酯计)的含量以质量分数  $w$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = w_a + w_b \times \frac{99.15}{113.18} + w_p \times \frac{99.15}{127.21} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w_a$ 、 $w_b$ 、 $w_p$  ——试样中丙烯基异硫氰酸酯、丁烯基异硫氰酸酯和戊烯基异硫氰酸酯的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

99.15、113.18、127.21 ——分别为丙烯基异硫氰酸酯、丁烯基异硫氰酸酯和戊烯基异硫氰酸酯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)。

试样中各异硫氰酸酯的含量以质量分数  $w_i$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,多点校正按式(2)计算,单点校正按照式(3)计算:

$$w_i = \frac{\rho_i V \times 1\,000}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$\rho_i$  ——由标准曲线得出的试样溶液中各异硫氰酸酯的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V$  ——提取溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——试样质量,单位为克(g)。

$$w_i = \frac{A_i A'_{es} \rho_{is} \rho_{es} V \times 1\,000}{A_{es} A_{is} \rho'_{es} m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$A_i$  ——试样溶液中各异硫氰酸酯色谱峰面积;

$A'_{es}$  ——混合标准溶液中丁基异硫氰酸酯内标的峰面积;

$\rho_{is}$  ——用于校准的混合标准溶液中各异硫氰酸酯的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$\rho_{es}$  ——试样溶液中丁基异硫氰酸酯内标的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V$  ——试样提取溶液的体积,单位为毫升(mL);

$A_{es}$  ——试样溶液中丁基异硫氰酸酯内标的峰面积;

$A_{is}$  ——用于校准的混合标准溶液中各异硫氰酸酯的峰面积;

$\rho'_{es}$  ——混合标准溶液中丁基异硫氰酸酯内标的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$  ——试样质量,单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

## 9 精密度

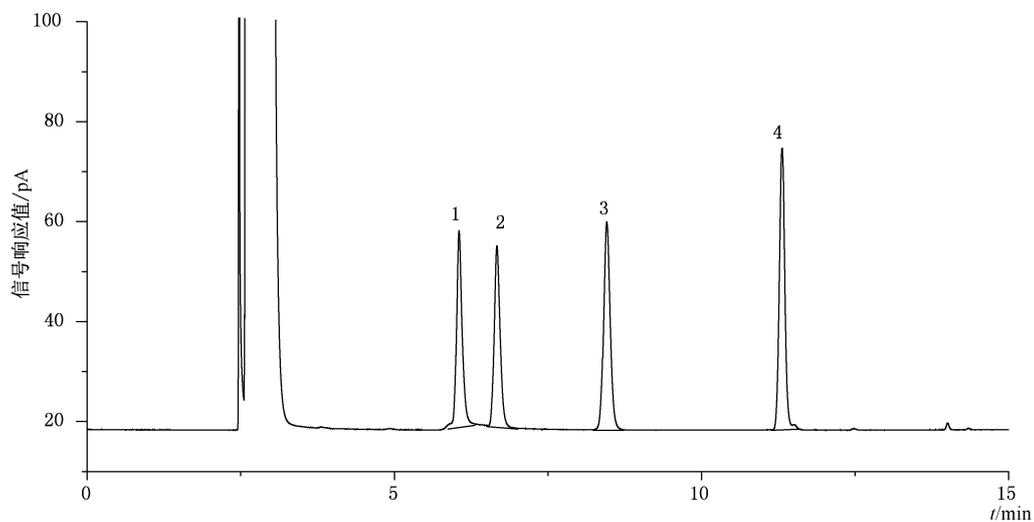
在重复性条件下,应符合下述规定:

当异硫氰酸酯含量小于或等于 100 mg/kg 时,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不超过该算术平均值的 15%;当异硫氰酸酯含量大于 100 mg/kg 时,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不超过该算术平均值的 10%。

附录 A  
(资料性附录)

## 异硫氰酸酯标准溶液气相色谱图

异硫氰酸酯标准溶液气相色谱图,见图 A.1。



说明:

- 1——丙烯基异硫氰酸酯;
- 2——丁基异硫氰酸酯(内标);
- 3——丁烯基异硫氰酸酯;
- 4——戊烯基异硫氰酸酯。

图 A.1 异硫氰酸酯标准溶液(0.1 mg/mL)气相色谱图