

## 中华人民共和国国家标准

## 饲料中噁唑烷硫酮的测定方法

GB 13089—91

Method for determination of oxazolidinethione  
in feeds

本标准参照采用国际标准 ISO 5504—1983《含油种子及其去油后饼粕中异硫氰酸酯和噁唑烷硫酮的测定》。

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了饲料中噁唑烷硫酮的测定方法。

本标准适用于菜子饼粕和配合饲料中噁唑烷硫酮的测定。

## 2 原理

饲料中的硫葡萄糖苷被硫葡萄糖苷酶(芥子酶 EC 3.2.3.1)水解,再用乙醚萃取生成的噁唑烷硫酮,用紫外分光光度计测定。

## 3 试剂和溶液

除特殊规定外,本标准所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水或相应纯度的水。

3.1 乙醚:光谱纯或分析纯。

3.2 去泡剂:正辛醇( $C_8H_{17}OH$ )。

3.3 pH7.0缓冲液:取35.3 mL 0.1 mol/L 柠檬酸( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ , HG 3—1108)溶液(21.01 g/L)于一个200 mL 容量瓶中,再用0.2 mol/L 磷酸氢二钠(GB 1263)溶液调节 pH 至7.0。

3.4 酶源:用白芥(*Sinapis alba* L.)种子(72 h 内发芽率必须大于85%,保存期不得超过两年)制备。将白芥籽磨细,使80%通过0.28 mm 孔径筛子,用正己烷或石油醚(沸程40~60℃)提取其中脂肪,使残油不大于2%,操作温度保持30℃以下,放通风橱于室温下使溶剂挥发。此酶源置具塞玻璃瓶中4℃下保存,可用6周。

## 4 仪器、设备

4.1 分析天平:感量0.000 1 g。

4.2 样品筛:孔径0.28 mm。

4.3 样品磨。

4.4 玻璃干燥器。

4.5 恒温干燥箱:103±2℃。

4.6 三角烧瓶:25、100、250 mL。

4.7 容量瓶:25、100 mL。

4.8 烧杯:50 mL。

4.9 分液漏斗:50 mL。

国家技术监督局 1991-07-16 批准

1992-04-01 实施

## GB 13089—91

- 4.10 移液管:2 mL。  
 4.11 振荡器:振荡频率100次/min(往复)。  
 4.12 分光光度计:有10 mm 石英比色池,可在200~300 nm 处测量吸光度。

## 5 试样制备

采集具有代表性的样品至少500 g,四分法缩分至50 g,再磨细,使其80%能通过0.28 mm 筛。

## 6 测定步骤

6.1 称取试样(菜籽饼粕1.1 g,配合饲料5.5 g)于事先干燥称重(精确到0.001 g)的烧杯中,放入恒温干燥箱(4.5),在 $103 \pm 2^\circ\text{C}$ 下烘烤至少8 h,取出置干燥器(4.4)中冷至室温,再称重,精确到0.001 g。

## 6.2 试样的酶解

将干燥称重的试样全倒入一250 mL 三角烧瓶(4.6)中,加入70 mL 沸缓冲液(3.3),并用少许冲洗烧杯,使冷却至 $30^\circ\text{C}$ ,然后加入0.5 g 酶源(3.4)和几滴去泡剂(3.2),于室温下振荡2 h。立即将内容物定量转移至100 mL 容量瓶(4.7)中,用水洗涤三角烧瓶(4.6),并稀释至刻度,过滤至100 mL 三角烧瓶(4.6)中,滤液备用。

## 6.3 试样测定

取上述滤液(菜籽饼粕1.0 mL,配合饲料2.0 mL),至50 mL 分液漏斗(4.9)中,每次用10 mL 乙醚(3.1)提取两次,每次小心从上面取出上层乙醚。合并乙醚层于25 mL 容量瓶(4.7)中,用乙醚(3.1)定容至刻度。从200 nm 至280 nm 测定其吸光度值,用最大吸光度值减去280 nm 处的吸光度值得试样测定吸光度值  $A_E$ 。

6.4 试样空白测定(菜籽饼粕此项免去,  $A_B$  为零)

按6.1、6.2、6.3同样操作,只加试样不加酶源(3.4),测得值为试样空白吸光度值  $A_B$ 。

## 6.5 酶源空白测定

按6.1、6.2、6.3同样操作,不加试样只加酶源(3.4),测得值为酶源空白吸光度值  $A_C$ 。

## 7 测定结果

## 7.1 计算公式

$$X = (A_E - A_B - A_C) \times C_P \times 25 \times 100 \times 10^{-3} \times \frac{1}{m} = \frac{A_E - A_B - A_C}{m} \times 20.5$$

式中:  $X$  —— 试样中噻唑烷硫酮的含量,以每克绝干样中噻唑烷硫酮的毫克数表示;

$A_E$  —— 试样测定吸光度值;

$A_B$  —— 试样空白吸光度值;

$A_C$  —— 酶源空白吸光度值;

$C_P$  —— 转换因素,吸光度为1时,每升溶液中噻唑烷硫酮的毫克数,其值为8.2;

$m$  —— 试样绝干质量,g。

若试样测定液经过稀释,计算时应予考虑。

## 7.2 结果表示

每个试样取2个平行样进行测定,以其算术平均值为结果。

结果表示到0.01 mg/g。

## 7.3 重复性

同一分析者对同一试样同时或快速连续地进行两次测定,所得结果之间的差值:

在噻唑烷硫酮含量小于或等于0.20 mg/g 时,不得超过平均值的20%;

**GB 13089—91**

---

在噁唑烷硫酮含量大于0.20 mg/g 而小于0.50 mg/g 时,不得超过平均值的15%;  
在噁唑烷硫酮含量等于或大于0.50 mg/g 时,不得超过平均值的10%。

---

**附加说明:**

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出。

本标准由中国农业科学院畜牧研究所负责起草。

本标准主要起草人李建凡、姜云侠、高振川。