

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 13084—2006
代替 GB/T 13084—1991

饲料中氰化物的测定

Determination of cyanide in feed

2006-12-20 发布

2007-03-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料中氰化物的测定
GB/T 13084—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2007年4月第一版 2007年4月第一次印刷

*

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准是 GB/T 13084—1991《饲料中氰化物的测定方法》的修订版。

本标准与 GB/T 13084—1991 的主要区别是：

——将原标准名称的“方法”二字去掉，英文由“Method for determination of glycosidic hydrocyanic acid in feeds”改为“Determination of cyanide in feed”；

——增加定性快速方法及定性检测限；

——增加比色法及检测限，并规定比色法为仲裁法。

本标准自实施之日起，同时代替 GB/T 13084—1991。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人：屈利文、钱昉。

饲料中氰化物的测定

1 范围

本标准规定了饲料中氰化物的定性和定量测定方法。
本标准适用于饲料原料、配合饲料中氰化物的测定。

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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 试样的制备

按 GB/T 14699.1 进行采样,选取饲料样品至少 500 g,四分法缩减至 100 g,磨碎,通过 1 mm 孔筛,混匀,装入密闭容器中,保存备用。

4 定性法

4.1 原理

氰化物遇酸产生氢氰酸,氢氰酸与苦味酸钠作用,生成红色异氰紫酸钠。

定性测定方法的最低检出量为 0.15 mg(取样 10 g 时,最低检测限为 15 mg/kg)。

4.2 试剂和材料

除特殊规定外,本标准所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 中二级纯度的水。

4.2.1 无水乙醇。

4.2.2 酒石酸。

4.2.3 碳酸钠溶液(100 g/L)。

4.2.4 苦味酸试纸:取定性滤纸剪成长 7 cm、宽 0.3 cm~0.5 cm 的纸条,浸入饱和苦味酸-乙醇溶液中,数分钟后取出,在空气中阴干,贮存备用。

4.3 分析步骤

取 200 mL~300 mL 锥形瓶,配备一适宜的单孔软木塞或橡皮塞,孔内塞以内径 0.4 cm~0.5 cm,长 5 cm 的玻璃管,管内悬一条苦味酸试纸,临用时,试纸条以碳酸钠溶液(100 g/L)湿润。

迅速称取 5 g 试样,置于 100 mL 锥形瓶中,加 20 mL 水及 0.5 g 酒石酸,立即塞上悬有苦味酸并以碳酸钠湿润的试纸条的木塞,置 40℃~50℃水浴中,加热 30 min,观察试纸颜色变化。如试纸不变色,表示氰化物为负反应或未超过规定;如试纸变色,需再做定量试验。

5 比色法(仲裁法)

5.1 原理

以氰甙形式存在于植物体内的氰化物经水浸泡水解后,在酸性溶液中进行水蒸气蒸馏,蒸出的氢氰酸被碱液吸收。在 pH7.0 溶液中,用氯胺 T 将氰化物转变为氯化氰,再与异烟酸-吡啶酮作用,生成蓝

色染料,与标准系列比较定量。

比色测定方法的最终蒸馏收集液中氢氰酸检出限为 $0.01 \mu\text{g/mL}$ 。

5.2 试剂和材料

5.2.1 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

5.2.2 乙酸锌溶液(100 g/L)。

5.2.3 酒石酸。

5.2.4 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

5.2.5 氢氧化钠溶液(1 g/L)。

5.2.6 酚酞-乙醇指示液(10 g/L)。

5.2.7 乙酸溶液:乙酸+水=1+24。

5.2.8 磷酸盐缓冲溶液(pH7.0):称取 34.0 g 无水磷酸二氢钾和 35.5 g 无水磷酸氢二钠,溶于水并稀释至 1 000 mL。

5.2.9 氯胺 T 溶液:称取 1 g 氯胺 T(有效氯含量应在 11%以上),溶于 100 mL 水中,临用时现配。

5.2.10 异烟酸-吡唑酮溶液:称取 1.5 g 异烟酸溶于 24 mL 氢氧化钠溶液(4.2.1)中,加水至 100 mL,另称取 0.25 g 吡唑酮,溶于 20 mL *N,N*-二甲基甲酰胺中,合并上述两种溶液,混匀。

5.2.11 试银灵(对二甲氨基亚苄基罗丹宁)溶液:称取 0.02 g 试银灵,溶于 100 mL 丙酮中。

5.2.12 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.020 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 规定配制和标定。

5.2.13 氰化钾标准贮备溶液:称取 0.25 g 氰化钾,溶于水中,并稀释至 1 000 mL,此溶液每毫升约相当于 0.1 mg 氰化物,其准确度可在使用前用下法标定。

取上述溶液 10.0 mL,置于锥形瓶中,加 1 mL 氢氧化钠溶液(5.2.1),使溶液 pH 大于 11,加 0.1 mL 试银灵溶液(5.2.11),用硝酸银标准溶液(5.2.12)滴定至橙红色。

5.2.14 氰化钾标准工作液:根据氰化钾标准溶液的浓度吸取适量,用氢氧化钠溶液(5.2.5)稀释成每毫升相当于 $1 \mu\text{g}$ 氢氰酸。

警告:氰化钾属剧毒危险物,配制和使用该试剂时,请戴上保护眼镜和乳胶手套,实验时一旦皮肤或眼睛接触了氰化钾,应及时用大量的水冲洗。接触过氰化钾的容器和废液可用碱液调至 $\text{pH}>10$,再加入 200 g/L 的硫酸亚铁溶液 50 mL,搅拌,充分反应后排放。

5.3 仪器、设备

5.3.1 250 mL 玻璃水蒸气蒸馏装置。

5.3.2 分光光度计。

5.4 分析步骤

称取 10 g~20 g 试样于 250 mL 蒸馏瓶中,精确到 0.001 g,加水约 200 mL,塞严瓶口,在室温下放置 2 h~4 h,使其水解。加 20 mL 乙酸锌溶液(5.2.2),加 1 g~2 g 酒石酸(5.2.3),迅速连接好全部蒸馏装置,将冷凝管下端插入盛有 5 mL 氢氧化钠溶液(5.2.4)的 100 mL 容量瓶的液面下,缓缓加热,通水蒸气进行蒸馏,收集蒸馏液近 100 mL,取下容量瓶,加水至刻度(V_1),混匀,取 10 mL 蒸馏液(V_2)置于 25 mL 比色管中。

吸取 0 mL、0.3 mL、0.6 mL、0.9 mL、1.2 mL、1.5 mL 氰化钾标准工作液(5.2.14)(相当于 $0 \mu\text{g}$ 、 $0.3 \mu\text{g}$ 、 $0.6 \mu\text{g}$ 、 $0.9 \mu\text{g}$ 、 $1.2 \mu\text{g}$ 、 $1.5 \mu\text{g}$ 氢氰酸),分别置于 25 mL 比色管中,各加水至 10 mL。于试样溶液及标准溶液中各加 1 mL 氢氧化钠溶液(5.2.4)和 1 滴酚酞指示液(5.2.6),用乙酸(5.2.7)调至红色刚刚消失,加 5 mL 磷酸盐缓冲溶液(5.2.8),加温至 37°C 左右,再加入 0.25 mL 氯胺 T 溶液(5.2.9),加塞混合,放置 5 min,然后加入 5 mL 异烟酸-吡唑酮溶液(5.2.10),加水至 25 mL,混匀,于 25°C ~ 40°C 放置 40 min,用 2 cm 比色杯,以零管调节零点,于波长 638 nm 处测吸光度。

5.5 结果计算

试样中氰化物(以氢氰酸计)的含量 X ,以质量分数(mg/kg)表示,按式(1)进行计算。

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times V_2 / V_1 \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A ——测定试样溶液氢氰酸的质量,单位为微克(μg)[1 mL 浓度 $c(\text{AgNO}_3) = 0.020 \text{ mol/L}$ 硝酸银标准溶液相当于 1.08 mg 氢氰酸];

m ——试样质量,单位为克(g);

V_1 ——试样蒸馏液总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定用蒸馏液体积,单位为毫升(mL)。

5.6 结果表示

每个试样取两份试料进行平行测定,以其算术平均值为测定结果,结果表示到三位有效数。

5.7 重复性

同一分析者,同一实验室,使用同一台仪器,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:

在氰化物含量小于或等于 50 mg/kg 时,不得超过平均值的 20%;

在氰化物含量大于 50 mg/kg 时,不得超过平均值的 10%。

6 滴定法

6.1 原理

以氰甙形式存在于植物体内的氰化物经水浸泡水解后,进行水蒸气蒸馏,蒸出的氢氰酸被碱液吸收。在碱性条件下,以碘化钾为指示剂,用硝酸银标准溶液滴定定量。

6.2 试剂和材料

6.2.1 氢氧化钠溶液: 0.5 g/L。

6.2.2 硝酸铅溶液: 0.05 g/L。

6.2.3 氨水: 浓氨水 + 水 = 400 mL + 600 mL。

6.2.4 碘化钾溶液: 0.5 g/L。

6.2.5 铬酸钾溶液: 0.5 g/L。

6.2.6 硝酸银标准贮备液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 规定配制和标定。

6.2.7 硝酸银标准滴定液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$,于临用前将 0.1 mol/L 硝酸银标准贮备液(6.2.6)用煮沸并冷却的水稀释 10 倍,必要时重新标定。

6.3 仪器、设备

6.3.1 水蒸气蒸馏装置: 蒸馏烧瓶 2 500 mL 3 000 mL。

6.3.2 微量滴定管: 2 mL。

6.3.3 分析天平: 感量 0.000 1 g。

6.3.4 凯氏烧瓶: 500 mL。

6.3.5 容量瓶: 250 mL(棕色)。

6.3.6 锥形瓶: 250 mL。

6.3.7 吸量管: 2 mL、10 mL。

6.3.8 移液管: 100 mL。

6.4 测定步骤

称取 10 g~20g 试样于凯氏烧瓶(6.3.4)中,精确到 0.001 g,加水约 200 mL,塞严瓶口,在室温下放置 2 h~4 h,使其水解。将盛有水解试样的凯氏烧瓶(6.3.4)迅速连接于水蒸气蒸馏装置(6.3.1),使冷凝管下端浸入盛有 20 mL 氢氧化钠溶液(6.2.1)锥形瓶(6.3.6)的液面下,通水蒸气进行蒸馏,收集蒸馏液 150 mL~160 mL,取下锥形瓶(6.3.6),加入 10 mL 硝酸铅溶液(6.2.2),混匀,静置 15 min,经

滤纸过滤于 250 mL 容量瓶(6.3.5)中,用水洗涤沉淀物和锥形瓶(6.3.6)3次,每次 10 mL,并入滤液中,加水稀释至刻度,混匀。

准确移取 100 mL 上述滤液,置另一锥形瓶(6.3.6)中,加入 8 mL 氨水(6.2.3)和 2 mL 碘化钾溶液(6.2.4),混匀,在黑色背景衬托下,用微量滴定管(6.3.2)以硝酸银标准滴定液(6.2.7)滴定至出现混浊时为终点,记录硝酸银标准滴定液(6.2.7)消耗体积(V)。

在和试样测定相同的条件下,做试剂空白试验,即以蒸馏水代替蒸馏液,用硝酸银标准滴定液(6.2.7)滴定,记录其消耗体积(V_0)。

6.5 结果计算

试样中氰化物(以氢氰酸计)的含量 X ,以质量分数(mg/kg)表示,按式(2)进行计算。

$$X = c \times (V - V_0) \times 54 \times \frac{250}{100} \times \frac{1\ 000}{m} = \frac{c(V - V_0)}{m} \times 135\ 000 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m ——试样质量,单位为克(g);

c ——硝酸银标准工作滴定液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试样测定硝酸银标准工作滴定液消耗体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验硝酸银标准工作滴定液消耗体积,单位为毫升(mL);

54——氢氰酸的摩尔质量数, $M(2\text{HCN}) = 54\ \text{g/mol}$ 。

6.6 结果表示

同 5.6。

6.7 重复性

同 5.7。



GB/T 13084-2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-29191