



中华人民共和国国家标准

GB/T 15399—2018
代替 GB/T 15399—1994

饲料中含硫氨基酸的测定 离子交换色谱法

Determination of sulfur amino acids in feeds—
Ion exchange chromatography

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局
中国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 15399—1994《饲料中含硫氨基酸测定方法 离子交换色谱法》。

本标准与 GB/T 15399—1994 相比,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 范围中适用对象增加了精料补充料,并增加了方法的定量限(见第 1 章);
- 修改了原理的表述(见第 3 章,1994 年版的第 3 章);
- 过甲酸氧化溶液中添加了苯酚(见 4.5,1994 年版的 4.1);
- 偏重亚硫酸钠作终止剂水解时给出警示(见 7.1.2);
- 测定中增加了对蛋氨酸砒的分离度及试样峰面积大小的要求(见 7.2);
- 修改了试验数据处理中的计算公式(见第 8 章);
- 增加了氨基酸混合标准溶液的色谱图(见附录 A)。

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:中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心(北京)]、通威股份有限公司。

本标准主要起草人:赵根龙、贾铮、李兰、宋军、赵艳、张凤枰。

本标准所代替标准历次版本发布情况:

- GB/T 15399—1994。

饲料中含硫氨基酸的测定

离子交换色谱法

1 范围

本标准规定了饲料中含硫氨基酸(蛋氨酸、胱氨酸和半胱氨酸)的离子交换色谱法测定法。本标准适用于饲料原料、配合饲料、浓缩饲料和精料补充料中含硫氨基酸的测定。胱氨酸(含半胱氨酸)和蛋氨酸的定量限均为 0.01%。

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 6439 饲料中水溶性氯化物的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

JJG 1064 氨基酸分析仪

3 原理

饲料中的含硫氨基酸用过甲酸氧化和盐酸溶液水解生成磺基丙氨酸和蛋氨酸砷,经离子交换色谱法分离,茚三酮柱后衍生,分光光度法检测,外标法定量。

4 试剂或材料

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯。

4.1 水:应符合 GB/T 6682 中一级用水的规定。

4.2 盐酸:优级纯。

4.3 甲酸:浓度为 88%。

4.4 氢氧化钠:优级纯。

4.5 过甲酸溶液 I:将过氧化氢+甲酸=1+9,混合,并按每毫升添加 5 mg 比例加入苯酚,于室温下放置 1 h,置冰水浴中冷却 30 min。临用现配。

4.6 过甲酸溶液 II:在过甲酸溶液 I (4.5)中按每毫升添加 3 mg 比例加入硝酸银。

4.7 过甲酸溶液 III:在过甲酸溶液 I (4.5)中加入适量硝酸银,每毫升添加量按式(1)计算:

$$m_R \geq 1.454 \times m \times C_N \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_R ——每毫升过甲酸中硝酸银的量,单位为毫克(mg);

C_N ——样品中氯化钠含量,%;

m ——样品质量,单位为毫克(mg)。