

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1619—2008

饲料中甜菜碱的测定 离子色谱法

Determination of betaine in feeds ion chromatography

2008-05-16 发布

2008-07-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部畜牧业司提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

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）。

参加起草单位：中国农业科学院饲料研究所。

本标准起草人：闫惠文、索德成、张萍、刘庆生。

饲料中甜菜碱的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了离子交换色谱法测定配合饲料、浓缩饲料和预混合饲料中甜菜碱的方法。本标准还适用于甜菜碱(盐酸盐)纯品和复合甜菜碱中甜菜碱含量的测定。

本标准定量限为 200 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用成为本标准的条款,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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料采样方法

3 原理

用水溶解或提取样品中的甜菜碱,饲料样品经过液-液萃取净化,将提取液稀释至合适的浓度后,使用阳离子交换柱和非抑制型电导检测器分离测定。

4 试剂和溶液

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯或色谱纯试剂。

4.1 水:符合 GB/T 6682 一级用水的规定。

4.2 甲磺酸(纯度 $\geq 99\%$)。

4.3 三氯甲烷。

4.4 流动相:1.5 mmol/L 甲磺酸水溶液(pH=2.8~3.0)。

4.5 甜菜碱标准储备液

准确称取 0.1 g 于 105℃干燥过的甜菜碱标样于 100 mL 容量瓶中,用水定容。该标准溶液的浓度为 1 mg/mL。4℃冰箱保存,有效期两个月。

4.6 甜菜碱标准工作液

准确吸取 25.0 mL、5.0 mL、2.5 mL、0.5 mL 甜菜碱标准储备液于 50 mL 容量瓶中,用水定容。该标准工作液的浓度分别为:0.5 mg/mL、0.1 mg/mL、0.05 mg/mL、0.01 mg/mL。该溶液用时现配。

5 仪器设备

5.1 振荡器(或超声波提取器):水平方向振荡,频率 250 r/min~300 r/min。

5.2 离心机。

5.3 离子色谱系统,由下述部件组成:

5.3.1 泵(无脉冲)。

5.3.2 电子电导检测器:适合阳离子测定。

5.3.3 分析柱:阳离子交换分离柱或性能相当的其他分析柱。

6 采样

6.1 采样步骤 按 GB/T 14699.1 采集实验室样品。

6.2 试样的制备 将实验室样品粉碎,全部通过孔径 0.45 mm 筛,充分混匀,贮于磨口瓶中备用。

7 分析步骤

7.1 提取和净化

7.1.1 饲料样品

称取浓缩饲料和预混合饲料试样 2 g、配合饲料试样 5g(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入大约 80 mL 水,混合后置于振荡器上剧烈振荡或超声提取 30 min,静置 10 min,定容,离心或过滤。取 2 mL 滤液于离心管中,加入 2 mL 三氯甲烷,剧烈震荡后放置 10 min,5 000 r/min 离心 10 min,移取上层清液,过 0.45 μm 滤膜,上机测定。

7.1.2 甜菜碱盐酸盐纯品和复合甜菜碱样品

称取甜菜碱盐酸盐试样 0.1 g、复合甜菜碱试样 1 g(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入大约 80 mL 水,混合后置于振荡器上剧烈振荡或超声提取 30 min,静置 10 min,定容,离心或过滤,滤液用水稀释至适当的浓度后过 0.45 μm 滤膜,上机测定。

7.2 测定

7.2.1 色谱条件

流速:1.0 mL/min。

柱温:40℃。

进样量:10 μL~20 μL。

7.2.2 测定

向 IC 分析仪连续注入甜菜碱标准溶液,直至得到基线平稳,峰形对称且峰面积能够重现的色谱峰。依次注入标准、试样溶液,积分得到峰面积,用标准系列进行单点或多点校准。

8 结果计算

试样中甜菜碱的含量 X_1 以 mg/kg 表示,按公式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \times v \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——由标准曲线查得的试样测定液中甜菜碱的浓度,mg/mL;

v ——定容体积,mL;

m ——试样质量,g。

试样中甜菜碱盐酸盐的含量 X_2 以 mg/kg 表示,按公式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c \times v \times 1\,000}{m} \times 1.311\,7 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——由标准曲线查得的试样测定液中甜菜碱的浓度,mg/mL;

v ——定容体积,mL;

m ——试样质量,g。

1.311 7——由甜菜碱换算成甜菜碱盐酸盐的系数。

每个试样取两份试料进行平行测定,以两次平行测定的算术平均值为测定结果,结果保留三位有效数字。

9 精密度

两个平行试样测定值的相对偏差不大于5%。

附录 A
(资料性附录)
甜菜碱标准色谱图和典型样品色谱图

A.1 甜菜碱标准色谱图见图 A.1

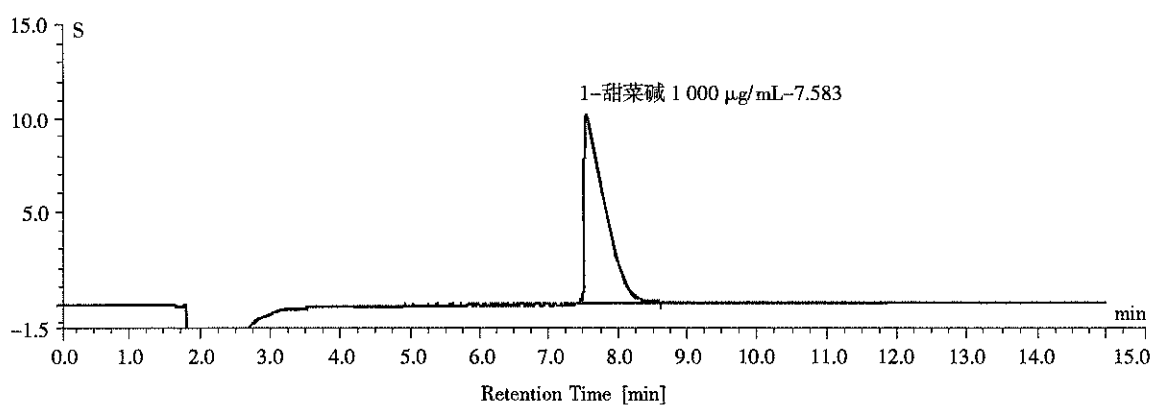


图 A.1 甜菜碱标准色谱图(1 mg/mL)

A.2 配合饲料中甜菜碱色谱图见图 A.2

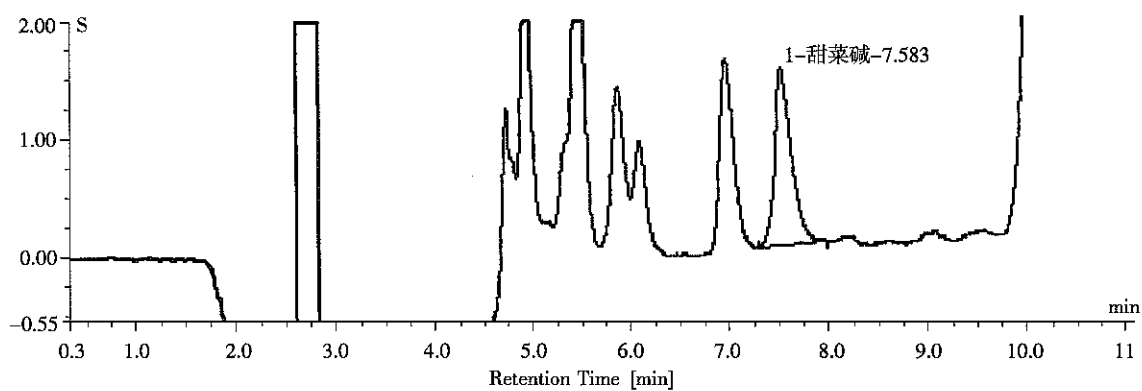


图 A.2 配合饲料中甜菜碱色谱图