



中华人民共和国国家标准

GB/T 23710—2009

饲料中甜菜碱的测定 离子色谱法

Determination of betaine in feeds—
Ion chromatography

2009-06-12 发布

2009-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准负责起草单位：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)〕。

本标准参加起草单位：中国农业科学院饲料研究所。

本标准主要起草人：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

本标准规定了离子色谱法测定配合饲料、浓缩饲料、预混合饲料、饲料添加剂甜菜碱(或盐酸盐)和复合甜菜碱中甜菜碱(或盐酸盐)的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、预混合饲料、饲料添加剂甜菜碱(或盐酸盐)和复合甜菜碱中甜菜碱(或盐酸盐)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 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

3 原理

用水溶解或提取试样中的甜菜碱,溶液经过液-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 采样

按 GB/T 14699.1 执行。

5 试样的制备

按 GB/T 20195 制备样品。

6 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。

6.1 水:符合 GB/T 6682 一级用水的规定。

6.2 甲磺酸(纯度 $\geq 99\%$)。

6.3 三氯甲烷。

6.4 流动相:1.5 mmol/L 甲磺酸水溶液。

称取 2.88 g 甲磺酸(精确至 0.01 g),用水定容至 1 000 mL,该溶液浓度为 30 mmol/L。取 50 mL 该溶液,用水定容至 1 000 mL(pH=2.8~3.0)。

6.5 甜菜碱(或甜菜碱盐酸盐)标准品:纯度大于 98%。

6.6 甜菜碱标准储备液:

准确称取 0.100 0 g 于 105 °C 干燥过的甜菜碱(或 0.131 2 g 于 105 °C 干燥过的甜菜碱盐酸盐)标准品于 100 mL 容量瓶中,用水定容。该标准溶液中甜菜碱的浓度为 1 mg/mL。4 °C 冰箱保存,有效期两个月。

6.7 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(6.6)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。

7 仪器设备

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

7.2 离心机。

7.3 离子色谱系统,由下述部件组成:

- 泵(无脉冲);
- 电子电导检测器:适合阳离子测定;
- 分析柱:阳离子交换分离柱或性能相当的其他分析柱。

7.4 电子天平:感量为 0.000 1 g。

8 分析步骤

8.1 提取和净化

8.1.1 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 5 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。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 滤膜后上机测定。

8.1.2 甜菜碱(或盐酸盐)和复合甜菜碱样品

称取添加剂甜菜碱(或盐酸盐)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。

8.2 测定

8.2.1 色谱条件

流速:1.0 mL/min。

柱温:40 ℃。

进样量:10 μL~20 μL。

8.2.2 测定

向离子色谱(IC)分析仪连续注入甜菜碱标准工作液,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。参见附录 A。

9 结果计算

试样中甜菜碱的含量 X_1 以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(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,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

试样中甜菜碱盐酸盐的含量 X_2 以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

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

式中:

c ——由标准曲线查得的试样测定液中甜菜碱的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(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。

10 重复性

两个平行试料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。

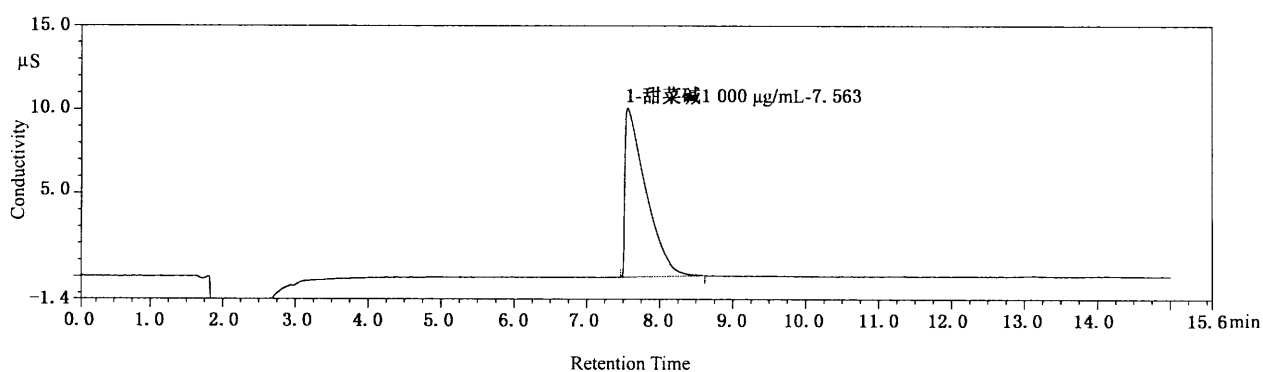


图 A.1 甜菜碱标准色谱图

A.2 配合饲料中甜菜碱标准色谱图见图 A.2。

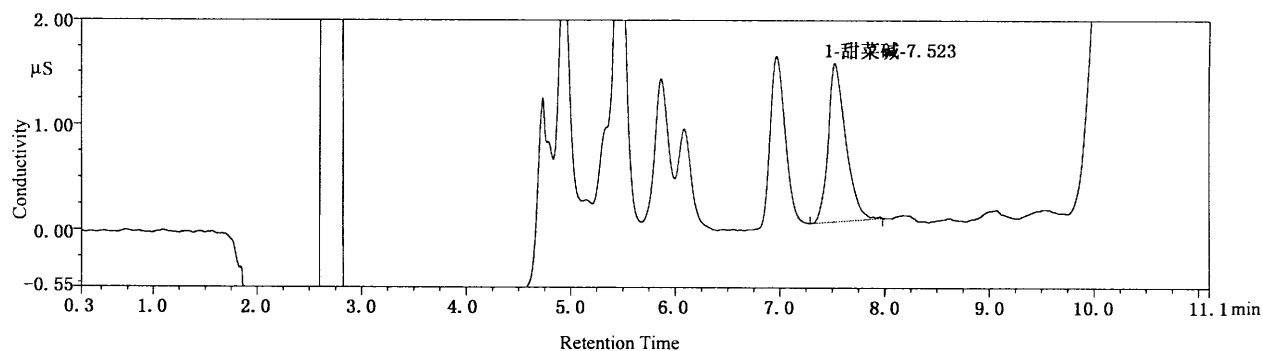


图 A.2 配合饲料中甜菜碱色谱图