

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1032—2006

饲料中胆固醇的测定 气相色谱法

Determination of hydrocortisone in feeds
— Gas chromatography method

2006-01-26 发布

2006-04-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

饲料中胆碱的测定 气相色谱法

前 言

本标准由中华人民共和国农业部兽医局提出。

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：中华人民共和国农业部饲料质量监督检验测试中心(成都)。

本标准起草人：柏凡、李云、李琳、杨汉卿。

本标准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(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准。然而，鼓励使用本标准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 6082 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 方法原理

用三氯甲烷(氯仿)提取试样中的胆碱酯,以氮气作为流动相,用气相色谱法分离测定。

4 试剂和溶液

除另有说明外,本标准试剂均为分析纯,用水符合 GB/T 6082 一级水的规定。

4.1 三氯甲烷(氯仿):优级纯。

4.2 乙醇:优级纯。

4.3 胆碱酯标准品

4.3.1 胆碱酯标准品溶液

称取胆碱酯标准品(纯度 $\geq 98\%$)10.100 0 g,置于 100 mL 容量瓶中,用氯仿溶解,定容,其浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,置于 4℃ 冰箱中保存。

4.3.2 胆碱酯标准工作液

分别准确吸取一定量的标准品溶液(4.3.1),稀释 10 倍,用乙醇稀释,定容,配制浓度为 2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、25.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、40.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液。

5 仪器和设备

实验室常用仪器、设备等。

5.1 气相色谱仪,配氢火焰检测器(FID)。

5.2 电子天平,感量 0.100 1 g。

5.3 振荡器。

5.4 玻璃纤维三角瓶,150 mL。

5.5 微孔滤膜,0.45 μm 。

6 试样制备

按 GB/T 14699.1 抽样,取有代表性的样品,四分法称取约 200 g,经粉碎,全部过 40 目筛,混

饲料中胆固醇的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法(GC)检测饲料中胆固醇的含量。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中胆固醇的测定。本方法最低检测限为0.02 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

3 方法原理

用三氯甲烷(氯仿)提取试样中的胆固醇,以氮气作为流动相,用气相色谱法分离测定。

4 试剂和溶液

除特殊注明外,本法所用试剂均为分析纯,用水符合 GB/T 6682 一级水的规定。

4.1 三氯甲烷(氯仿):优级纯。

4.2 乙醚:优级纯。

4.3 胆固醇标准液

4.3.1 胆固醇标准贮备液

准确称取胆固醇标准品(纯度 $\geq 98\%$)0.100 0 g,置于100 mL容量瓶中,用氯仿溶解,定容,其浓度为1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,置于4℃冰箱中保存。

4.3.2 胆固醇标准工作液

分别准确吸取一定量的标准贮备液(4.3.1),稀释10倍,用乙醚稀释、定容,配制成浓度为2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$,5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,40.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液。

5 仪器和设备

实验室常用仪器、设备及

5.1 气相色谱仪:配氢火焰检测器(FID)。

5.2 电子天平:感量0.000 1 g。

5.3 振荡器。

5.4 玻璃具塞三角瓶:150 mL。

5.5 微孔滤膜:0.45 μm 。

6 试样制备

按 GB/T 14699.1 抽样,取有代表性的样品,四分法缩减取约200 g,经粉碎,全部过40目孔筛,混

匀装入磨口瓶中备用。

7 测定步骤

7.1 提取

称取 1 g~5 g 试样(准确至 0.000 2 g),置于 150 mL 玻璃具塞三角瓶中,准确加入 50 mL 氯仿,往复震荡 30 min 过滤。取滤液 2 mL~10 mL 置具塞试管中,用氮气吹干,准确加入 1 mL~5 mL 乙醚,此液用 0.45 μm 微孔有机滤膜过滤作为试样溶液,供气相色谱分析。

7.2 测定

7.2.1 色谱条件

色谱柱:HP-5,或相当者。

柱温:160℃恒温 1 min,以 30℃/min 速度升温至 280℃,恒温 6 min。

进样口温度:280℃。

检测器温度:280℃。

载气:氮气(N₂)(纯度≥99.99%),流速:3.0 mL/min。

氢气流速:30 mL/min。

空气流速:350 mL/min。

7.2.2 定量测定

按仪器说明书操作,取适量试样制备液和相应浓度的标准工作液,作单点或多点校准,以色谱峰面积积分值定量。

8 结果计算与表述

8.1 试样中胆固醇的含量 X,以质量分数表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1}{m \times n} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中胆固醇的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m₁——试样色谱峰对应的胆固醇的质量,单位为微克(μg);

m——试样质量,单位为克(g);

n——稀释倍数。

8.2 测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后 1 位。

9 精密度

两个平行测定的相对偏差不大于 10%。