

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1819—2009

**饲料中胆碱的测定
离子色谱法**

**Determination of choline in feeds
Ion chromatography**

2009-12-22 发布

2010-02-01 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：国家饲料质量监督检验中心(北京)、北京英惠尔生物技术有限公司。

本标准主要起草人：索德成、冯忠华、赵根龙、余东游、刘士杰、任泽林。

饲料中胆碱的测定

离子色谱法

1 范围

本标准规定了饲料中胆碱的离子色谱检测方法。

本标准适用于配合饲料、添加剂预混合饲料、谷物籽实、饼粕和鱼粉中胆碱的测定。

本标准定量限：添加剂预混合饲料为 40 mg/kg，配合饲料、谷物籽实、饼粕和鱼粉为 80 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

用盐酸溶液水解或直接用水提取样品中的胆碱，用水稀释至合适的浓度后，使用阳离子交换柱和电导检测器分离测定。

4 试剂

除非另有规定，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中一级水。

4.1 甲磺酸：色谱纯。

4.2 盐酸。

4.3 盐酸溶液[$C(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]：取 9 mL 盐酸于 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

4.4 甲醇。

4.5 氯化胆碱标准品：纯度应大于 95%。

4.6 氯化胆碱标准储备液：准确称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）于 105℃ 干燥恒重的氯化胆碱标准品于 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容。该标准溶液的浓度为 1 mg/mL。2℃~8℃ 冷藏保存，有效期两个月。

4.7 氯化胆碱标准工作液：精密量取适量氯化胆碱标准储备液（4.5）置于一棕色容量瓶中，用水稀释成浓度为 2 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL 的氯化胆碱对照品工作液。2℃~8℃ 冷藏保存，有效期一个月。

4.8 流动相（4.5 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 150 mL 该溶液，用水定容至 1 000 mL。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱(IC)仪，带有电导检测器。

5.2 天平:感量 0.000 1 g。

5.3 离心机:转速大于 5 000 r/min。

5.4 超声波提取器。

5.5 滤膜:0.45 μm,水系。

6 采样和试样的制备

6.1 按 GB/T 14699.1 采样。

6.2 选取有代表性饲料样品至少 500 g,按 GB/T 20195 制备样品。

7 实验方法

7.1 提取

7.1.1 饲料、谷物籽实、饼粕和鱼粉中胆碱的提取

称取试样 2 g(精确至 0.01 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液,混合后超声提取 10 min,于 80℃提取 2 h,定容。5 000 r/min 离心或过滤。移取上层清液,用水稀释使其浓度在 2 μg/mL~100 μg/mL 之间,过 0.45 μm 滤膜,上机测定。

7.1.2 预混合饲料中胆碱的提取

称取试样 2 g(精确至 0.01 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入 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,用水稀释使其浓度在 2 μg/mL~100 μg/mL 之间,过 0.45 μm 滤膜,上机测定。

7.2 测定

7.2.1 色谱条件

色谱柱:阳离子交换分离柱(长 250 mm,内径 4 mm)或性能相当的其他分析柱。

流速:1.0 mL/min。

柱温:40℃

进样量:25 μL。

检测器:电导检测器。

7.2.2 测定

待 IC 分析仪基线平稳后,连续注入氯化胆碱标准溶液,直至得到峰面积能够重现的色谱峰。

依次注入标准、试样溶液,以色谱峰的保留时间定性,面积积分值定量,用标准系列进行单点或多点校准。样品溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内。

8 计算

试样中胆碱的含量 X ,以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{C \times V \times 1\,000}{m} \times 0.868 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——由标准曲线查得的试样测定液中氯化胆碱的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——稀释体积,单位为毫升(mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。

0.868——氯化胆碱与胆碱之间的换算系数。

平行测定结果用算术平均值表示,保留三位有效数字。

9 重复性

在重复性条件下,完成的两次平行测定结果的相对偏差不大于10%。

附录 A
(资料性附录)
氯化胆碱标准图谱

A.1 氯化胆碱标准溶液色谱图见图 A.1。

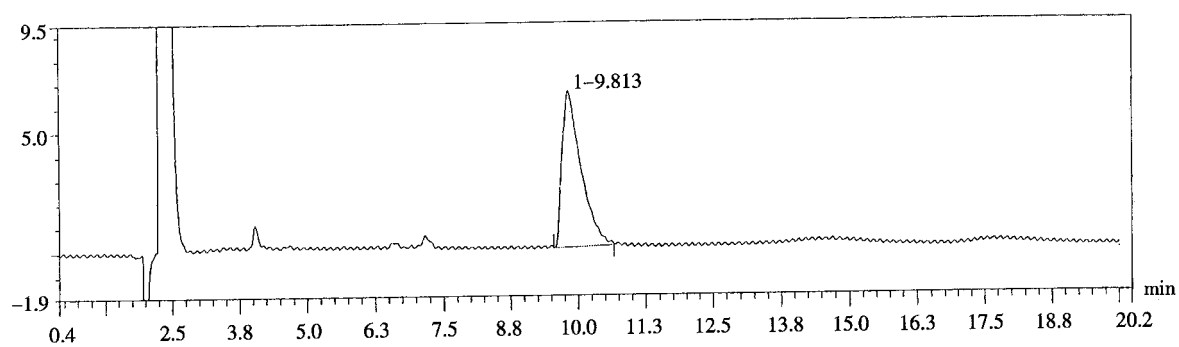


图 A.1 50 µg/mL 氯化胆碱标准溶液色谱图

中华人民共和国
农业行业标准
饲料中胆碱的测定
离子色谱法

NY/T 1819—2009

* * *

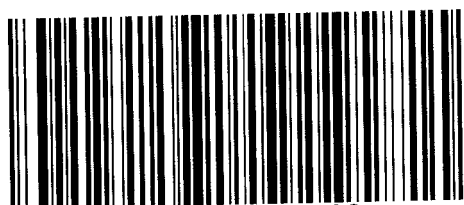
中国农业出版社出版
(北京市朝阳区麦子店街18号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)
北京昌平环球印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 7.5 千字
2009年12月第1版 2009年12月北京第1次印刷

书号: 16109·1943

定价: 18.00元



NY/T 1819-2009

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 65005894