

前 言

本标准等效采用日本农牧水产畜牧局发布并实施的日本饲料分析基准《氯化胆碱》。

在技术内容上,日本饲料分析基准《氯化胆碱》中“氯化胆碱雷氏盐的生成和溶出”的部分内容,即“精确吸取上述提取液 5mL~50mL 茄形烧瓶中,于 50℃水浴上减压浓缩后,通氮气下除去溶剂”,可简化为本标准的“精确吸取上述提取液 5.00~10.00mL 于 100mL 高形烧杯中,在 50℃水浴上蒸发至干”。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准由国家饲料质量监督检验测试中心(武汉)负责起草。

本标准主要起草人:杨先奎、钱沁、钱方。



中华人民共和国国家标准

预混料中氯化胆碱的测定 分光光度法

GB/T 17481—1998

The method for determination of choline chloride
in premix—Spectrophotometry

1 范围

本标准规定了雷氏盐比色法测定复合预混料中氯化胆碱的方法。
本标准适用于复合预混料中氯化胆碱的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

用甲醇-三氯甲烷混合溶剂提取试样中的氯化胆碱,将溶剂蒸干后用水溶解残渣,再在低温下加入雷氏盐生成氯化胆碱雷氏盐的结晶,过滤出结晶,用丙酮溶解,定容。将其丙酮溶液在波长 525nm 下进行分光光度测定。

4 试剂

本标准所用试剂,除特殊说明外,均为分析纯。

实验室用水符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

4.1 甲醇

4.2 丙酮

4.3 甲醇-三氯甲烷混合液(10+1)

量取 900 mL 甲醇和 90 mL 三氯甲烷,混匀。

4.4 雷氏盐(二氨基四硫代氰酸铬铵)甲醇溶液{ $[\text{NH}_4\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{SCN})_4]$ 为 40 g/L}

称取 4 g 雷氏盐溶于甲醇,加甲醇稀释至 100 mL,混匀,置冰箱内保存。

4.5 氯化胆碱标准溶液

4.5.1 氯化胆碱标准储备溶液:精确称取氯化胆碱 10.000 0 g 溶解于水,定量转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此液 1.00 mL 含 0.10 g 氯化胆碱。

4.5.2 氯化胆碱标准工作溶液:临用时精确吸取氯化胆碱标准储备液(4.5.1)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。此液 1.00 mL 含氯化胆碱 1.0 mg。

5 仪器、设备

5.1 实验室常用仪器。

5.2 电动振荡器。

国家质量技术监督局 1998-08-28 批准

1999-01-01 实施

- 5.3 恒温水浴槽。
 5.4 真空泵。
 5.5 离心机:转速能达到 3 000 r/min。
 5.6 分光光度计:有 1.0 cm 比色皿,可在 525 nm 下测定吸光度。
 5.7 具塞锥形瓶:200 mL。
 5.8 高形烧杯:100 mL。
 5.9 抽滤瓶:250 mL。
 5.10 坩埚式过滤器:孔径 4~7 μ m。

6 试样制备

取具有代表性样品至少 2 kg,用四分法缩分至 250 g,粉碎至过 0.42 mm 孔筛,混均,装入样品瓶内密闭,保存备用。

7 测定步骤

7.1 提取

精确称取试样约 5 g(含氯化胆碱约 0.04~0.4 g)于具塞锥形瓶中,精确移入甲醇-三氯甲烷混合液(4.3)100.00 mL,加塞,在振荡器上振荡 30 min 后,用慢速滤纸过滤,得试样提取液。

7.2 氯化胆碱雷氏的生成和溶出

精确吸取上述提取液(7.1)5.00~10.00 mL 于 100 mL 高形烧杯中,在 50 $^{\circ}$ C 水浴上蒸发至干,加水 40 mL 使残渣溶解,再在冰浴中冷却到 5 $^{\circ}$ C 以下,加 3 mL 雷氏盐溶液(4.4),间断搅拌反应 30 min,得到氯化胆碱雷氏盐的结晶。

将生成的结晶转入坩埚式过滤器中真空抽滤,烧杯用水洗净,洗液一并抽滤。滤毕,结晶用 3 \times 5 mL 水洗,再用 5 \times 1 mL 甲醇洗,抽干,向过滤器中加入丙酮,使结晶溶解,转入 50 mL 容量瓶中,用丙酮洗净过滤器,洗液一并转入 50 mL 容量瓶中,加丙酮至刻度,混匀,得试样溶液。

7.3 测定步骤

7.3.1 试样的测定

吸取 5.0 mL 所得试样液(7.2)于 10 mL 离心管中,离心 5 min,转速为 3 000 r/min,取上层清液,以丙酮作参比,用 1.0 cm 比色皿在 525 nm 波长下,用分光光度计测定吸光度,在工作曲线上查得试样中氯化胆碱的含量。

7.3.2 工作曲线的绘制

精确吸取氯化胆碱标准工作液(4.5.2)5.00、10.00、15.00、20.00 mL 分别置于 100 mL 高形烧杯中,加水 40 mL,以下按 7.2 中“再在冰浴中冷却到 5 $^{\circ}$ C 以下”以后的操作及 7.3.1 试样的测定进行,测各标准工作液的吸光度,绘制工作曲线。

8 测定结果的计算及表示

8.1 测定结果按式(1)计算:

$$X = m_1 V / m V_1 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X —— 每千克试样中氯化胆碱的含量, g;

m_1 —— 标准曲线上查得测定时所取试样液中氯化胆碱的含量, mg;

V —— 试样提取液的总体积, mL;

m —— 试样质量, g;

V_1 —— 试样测定时吸取试样提取液的体积, mL。

所得结果表示到小数点后一位。

- 8.2 重复性:每个试样取两份试料进行平行测定,以其算术平均值为测定结果。
测定结果的相对偏差应不大于 15%。
-

美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686