

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 13080.2—2005

GB/T 13080.2—2005

饲料添加剂 蛋氨酸铁(铜、锰、锌) 螯合率的测定 凝胶过滤色谱法

Feed additive—Determination of chelation percentage of iron, copper,
manganese and zinc methionine—Gel filtration chromatography

中华人民共和国
国家标准
饲料添加剂 蛋氨酸铁(铜、锰、锌)
螯合率的测定 凝胶过滤色谱法
GB/T 13080.2—2005

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2006年2月第一版 2006年2月第一次印刷

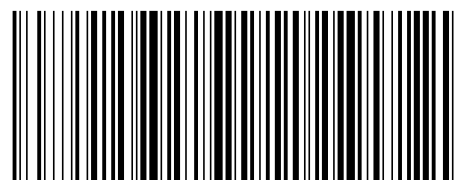
*

书号:155066·1-26933 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 13080.2—2005

2005-09-05 发布

2006-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

4.6 葡聚糖凝胶:G-15。

4.7 盐酸溶液:将1体积的盐酸加入到10体积的水中,混匀。

5 仪器

5.1 恒温水浴锅:30℃~80℃可调。

5.2 原子吸收分光光度计:波长范围190 nm~900 nm。

5.3 离心机:3 000 r/min。

5.4 色谱柱:长300 mm,内径9 mm。

5.5 恒流泵。

6 试样制备

按GB/T 14699.1取有代表性的样品至少2 kg,用四分法缩减至约250 g,粉碎过0.42 mm孔筛,混匀,装入样品瓶内密闭保存,备用。

7 测定步骤

7.1 试样预处理

称取试样约0.5 g,精确到0.000 2 g,置于25 mL离心管中,加入15 mL水,于60℃水浴中加热30 min,不时搅拌,使试样充分溶解,用离心机于3 000 r/min离心10 min。将上清液小心移入25 mL容量瓶中,沉淀分别用4 mL热水(60℃)洗涤、离心三次,上清液一并移入25 mL容量瓶中,定容,得到可溶性氨基酸螯合物及游离金属离子溶液,称为溶液A。沉淀用10 mL盐酸溶液(4.7)溶解,转入另一25 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,得沉淀态氨基酸螯合物溶液,称为溶液B。

7.2 凝胶色谱

7.2.1 凝胶的制备

称取约10 g G-15凝胶(4.6)于50 mL水中,室温下溶胀3 h以上,配制成凝胶悬浮液。

7.2.2 凝胶的装柱及平衡

将色谱柱垂直安装在无直接光照射处,加入pH7.0(4.4.1)洗脱液,除去气泡,气泡除尽后立即关闭出口开关。沿玻璃棒将排尽气泡的凝胶悬浮液(7.2.1)一次倾入色谱柱内,待凝胶全部倾入柱内后,开启柱下面的出口开关,使凝胶自然沉降(注意不得流干),控制凝胶部分长度在15 cm~20 cm。接上恒流泵,开启柱下面出口开关,用约50 mL pH7.0洗脱液(4.4.1)洗涤凝胶柱。

7.2.3 上样

排出洗脱液至凝胶表面近于流干,关闭出口开关。用吸管移取0.2 mL溶液A(7.1),吸管口离凝胶表面约1 mm,小心加入,使之均匀渗入凝胶表面。打开出口开关,用少量洗脱液小心洗涤柱壁周围及残留在凝胶表面的样品。注入洗脱液,并接上恒流泵。测定铜、铁、锌的螯合物时,用pH9.0洗脱液(4.4.2);测定锰的螯合物时,用pH10.0洗脱液(4.4.3)。

7.2.4 洗脱分离

7.2.4.1 可溶性螯合金属元素的分离

用相应pH的洗脱液洗脱,流速为0.7 mL/min,收集洗出组分约100 mL,定容至100 mL,得可溶性氨基酸螯合物溶液,称为溶液C。

7.2.4.2 游离态金属离子的分离

可溶性氨基酸螯合物分离完成后,在色谱柱顶端用吸管移入1 mL EDTA溶液(4.5),用pH7.0洗脱液(4.4.1)继续洗脱,合并所有洗出组分,定容至100 mL,得金属离子溶液,称为溶液D。

8 测定

将上述溶液A(7.1)、溶液B(7.1)、溶液C(7.2.4.1)、溶液D(7.2.4.2)稀释至一定浓度(稀释倍数

前 言

本标准是在国内生产实际基础上研究制定的。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:国家饲料质量监督检验中心(武汉)、长沙兴嘉生物工程有限公司、广州康瑞德生物技术有限公司。

本标准主要起草人:杨林、杨海鹏、杨先奎、刘贤荣、黄逸强、陈璇、钱沁。