

中华人民共和国国家标准

农业部 783 号公告—6—2006

饲料中碘化酪蛋白的测定 液相色谱质谱联用法

Determination of iodinated casein in feeds
Liquid chromatography/Mass spectrometry

2006-12-19 发布

2006-12-19 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准是在查阅了国内外大量文献基础上,根据我国技术发展水平研究制定的,采用了液相色谱质谱联用检测法。

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。

本标准负责起草单位:中国农业大学、农业部饲料工业中心。

本标准主要起草人:张丽英 王宗义 常碧影 杨文军。

饲料中碘化酪蛋白的测定

液相色谱质谱联用法

1 范围

本标准规定了液相色谱质谱联用(LC-MS)法测定饲料中碘化酪蛋白的含量。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中碘化酪蛋白的测定。以含 1% T₄ 碘化酪蛋白计,本方法的检测限为 10 mg/kg,定量限为 25 mg/kg,相当于 T₄ 含量分别为 0.1 mg/kg 和 0.25 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。凡是注日期的文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修改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 分析实验室用水规则和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 方法原理

饲料中的碘化酪蛋白经碱水解,产生甲状腺素类活性物质,沉淀去除钡离子并通过固相萃取净化,然后在高效液相色谱柱上分离,以甲状腺素(T₄)和三碘原氨酸(T₃、rT₃)的色谱峰保留时间和特征离子定性、确证,用标准加入法定量。

4 试剂和溶液

除特殊注明外,本标准所用试剂均为分析纯。水为符合 GB/T 6682 二级用水规定。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 甲醇。

4.3 氢氧化钡[Ba(OH)₂·8H₂O]。

4.4 氨水,25%。

4.5 碳酸氢钠溶液(7 g/L):称取 3.5 g 碳酸氢钠于 200 mL 的烧杯中,加入 150 mL 水溶解,并定容于 500 mL 容量瓶中。

4.6 硫化钠溶液(1 g/L):称取 0.250 g 硫化钠(Na₂S·9H₂O)用水溶解,并定容于 250 mL 容量瓶中。

4.7 盐酸溶液(10%):准确量取 270 mL 浓盐酸,并用水稀释至 1 000 mL。

4.8 氢氧化钠溶液[c(NaOH) = 10 mol/L]:称取 200 g 氢氧化钠于 200 mL 的烧杯中,加水溶解,冷却至室温,然后用水定容至 500 mL。

4.9 硫酸溶液[c(H₂SO₄) = 1.0 mol/L]:移取 27.8 mL 浓硫酸溶于 200 mL 水中,并定容至 500 mL。

4.10 固相萃取(SPE)柱净化用液

4.10.1 淋洗液 1:溶解 4.10 g 无水乙酸钠于 950 mL 去离子水中,用 10% 的乙酸溶液调 pH 至 7.0,再加入 50 mL 甲醇,然后定容至 1 000 mL。

4.10.2 淋洗液 2:吸取 1.00 mL 甲酸于 50 mL 容量瓶中,加 15 mL 甲醇,用水定容并混匀。