

ICS 65.02

B40

团 体 标 准

T/NAIA 0005—2020

瘤胃液中挥发性脂肪酸的测定 气相色谱法

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本标准的编写格式符合 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分 标准的结构和编写》规定编写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准由宁夏大学、宁夏饲料工程技术研究中心、宁夏兽药饲料监察所、宁夏昊标检测服务研究院、宁夏化学分析测试协会起草。

本标准主要起草人：辛国省、刘辉、卜姣姣、燕翀、杨仪、丁园、高巧仙、武晓宏、谢荣国、张小飞、王京、佐婷婷。

本标准于 2020 年 XX 月 XX 日首次发布。

瘤胃液中挥发性脂肪酸的测定

气相色谱法

1 范围

本标准规定了测定瘤胃液中挥发性脂肪酸的气相色谱法。

本标准适用于瘤胃液中挥发性脂肪酸的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本标准中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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

3 原理

利用挥发性脂肪酸易溶于水的特点，用偏磷酸除去可溶性蛋白质，直接进样，用外标法定量测定挥发性脂肪酸的含量。

4 试剂与材料

4.1 偏磷酸。

4.2 乙酸。

4.3 丙酸。

4.4 丁酸。

4.5 戊酸。

4.6 异戊酸。

4.7 25%偏磷酸：称取 25g 溶于 100mL 水中。

4.8 标准储备液：称取乙酸（4.2）1250mg、丙酸（4.3）750mg、丁酸（4.4）500mg、戊酸（4.5）500mg、异戊酸（4.6）500mg 标准品(均为色谱纯或更高级别)，用水定容至 250mL，浓度分别为 5mg / mL、3mg / mL、2mg / mL、2mg / mL、2mg / mL。置于 4℃ 冰箱保存，有效期为 3 个月。

5 仪器和设备

5.1 分析天平：感量 0.0001 g。

5.2 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）。

5.3 高速台式离心机。

5.4 漩涡振荡器。

6 瘤胃液的采集与保存

瘤胃液的采集在晨饲前进行，方法一般有两种，一种是通过瘤胃瘘管进行采集，另一种是采用特定的胃管通过食道插入瘤胃进行采集。将采集好的瘤胃液用4层纱布过滤装入离心管或其他相当的容器封口后放入液氮或-80℃冰箱保存。

7 测定步骤

7.1 试样制备与保存

取经4层纱布过滤后的瘤胃液1mL，置于2mL离心管中，加入25%的偏磷酸200 μ L，涡旋混匀摇匀，10000r/min离心10min，上清液经0.45 μ m滤膜过滤装入进样小瓶待测。

7.2 色谱条件

色谱柱：安捷伦 DB-FFAP 毛细管柱（30m \times 0.32mm \times 0.25 μ m），或性能相当；

柱温：程序升温，初始温度60℃，以12.5℃/min速率升至190℃，保持1min；

进样口温度：220℃；

检测器温度：280℃；

载气为高纯氮气；

恒压：100KPa；

空气流量：400mL/min；

氢气流量：40mL/min；

尾吹气流量：25mL/min；

分流进样方式，分流比为30:1；

进样量：1 μ L。

7.3 标准系列溶液

准确吸取混合储备液（4.8）0.2、5mL、10mL、20mL、40mL、50mL用水定容至100mL，配制成相应的上机浓度（ μ g/mL）。

7.4 测定

按照7.2给出参考色谱条件，依次上机测定标准系列溶液和试样溶液。

7.5 标准曲线绘制

试样溶液与标准溶液中各挥发性脂肪酸保留时间（相对偏差在 \pm 2.5%之内）。线性范围

内，以各挥发性脂肪酸浓度为横坐标，以其响应值（峰面积）为纵坐标，绘制标准曲线，标准曲线相关系数不低于 0.999。

8 分析结果的计算

按式(1)计算试样中的各挥发性脂肪酸含量，其数值用 ug/mL 表示。

$$w(\text{挥发性脂肪酸}) = \frac{C \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：C—标准曲线下查得各挥发性脂肪酸浓度(ug/mL)；

V—试样定容体积(mL)；

m—试样量(mL)。

9 允许差

在重复性条件下，完成两个平行测定的结果的相对偏差不大于 5%。

附录

(资料性附录)

挥发性脂肪酸标准溶液气相色谱图

