



中华人民共和国国家标准

GB/T 19542—2004

饲料中磺胺二甲基嘧啶和磺胺间甲氧嘧啶的测定 高效液相色谱法

Determination of sulfamethazine and sulfamonomethoxine in feeds—High-performance liquid chromatography

2004-06-09 发布

2004-10-01 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

前　　言

本标准在查阅了大量文献资料的基础上,经过方法筛选,确立了用高效液相色谱分析方法测定饲料中磺胺二甲基嘧啶和磺胺间甲氧嘧啶的试验方法。

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准由国家饲料质量监督检验中心(北京)负责起草。

本标准主要起草人:李兰、索德成、李丽蓓、魏秀莲、董焕程、杨文军。

饲料中磺胺二甲基嘧啶和磺胺间甲氧嘧啶的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱仪测定饲料中磺胺二甲基嘧啶和磺胺间甲氧嘧啶含量的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料中磺胺二甲基嘧啶和磺胺间甲氧嘧啶的测定,最低检出浓度为 20 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 饲料采样方法

3 原理

试样中磺胺二甲基嘧啶和磺胺间甲氧嘧啶经酸性甲醇溶液超声提取后,注入高效液相色谱仪反相色谱系统中进行分离,用紫外检测器(或二极管矩阵检测器)检测,外标法计算磺胺二甲基嘧啶和磺胺间甲氧嘧啶的含量。

4 试剂和溶液

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水;色谱用水符合 GB/T 6682 中一级用水规定。

4.1 冰乙酸:优级纯。

4.2 盐酸。

4.3 盐酸溶液 $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$:取盐酸(4.2)8.5 mL,溶解于 1 000 mL 水中。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 甲醇:色谱纯。

4.6 N,N-二甲基甲酰胺。

4.7 提取液:在 1 000 mL 容量瓶中加入盐酸溶液(4.3)300 mL,用甲醇(4.5)定容至刻度,摇匀。

4.8 流动相:在 1 000 mL 容量瓶中加入 700 mL~800 mL 去离子水,移取冰乙酸(4.1)3 mL 加入水中,用水定容至刻度,摇匀,过 0.45 μm 滤膜。取上述溶液 880 mL 与乙腈(4.4)120 mL 混合,摇匀,脱气,待用。

4.9 磺胺二甲基嘧啶标准品:纯度均应大于 97%。

4.10 磺胺间甲氧嘧啶标准品:纯度均应大于 97%。

4.11 磺胺二甲基嘧啶标准溶液

4.11.1 磺胺二甲基嘧啶标准贮备液:准确称取已知纯度的磺胺二甲基嘧啶标准品 100 mg,精确至 0.000 1 g,置于一只 100 mL 棕色容量瓶中,加 2 mL N,N-二甲基酰胺(4.6)及少量甲醇(4.5)超声使之完全溶解,用甲醇(4.5)定容至刻度,摇匀,该溶液中磺胺二甲基嘧啶浓度为 1 mg/mL,于冰箱 4℃ 保存可使用 1 个月。