

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 8381.7—2005

饲料中喹乙醇的测定 高效液相色谱法

Determination of olaquinox in feed—
High performance liquid chromatography

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

前 言

本标准是在参阅了美国公职分析化学家协会(AOAC)方法及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。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

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:农业部饲料工业中心。

本标准参加起草单位:国家饲料工程技术研究中心、国家饲料质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人:李德发、杨文军、张丽英、王凤来、李兰。

饲料中喹乙醇的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了以高效液相色谱(HPLC)测定饲料中喹乙醇的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和预混合饲料中喹乙醇的测定,检出限为 2 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

3 原理

饲料样品中的喹乙醇以甲醇溶液提取,过滤后用反相液相色谱柱分离测定,紫外检测器检测,外标法定量分析。

4 试剂和材料

本标准所用试剂,除特别注明外,均为分析纯。水为蒸馏水,色谱用水为去离子水,符合 GB/T 6682 用水的规定。

4.1 乙酸。

4.2 提取液:5%甲醇(色谱纯)溶液。

4.3 流动相:15%甲醇(色谱纯)溶液(用乙酸调 pH2.8)。

4.4 喹乙醇标准溶液

4.4.1 喹乙醇标准储备液:准确称取喹乙醇标准品 0.050 20 g(含量大于等于 99.6%,使用前于 105℃ 烘箱中干燥 2 h,贮存于硅胶干燥器中),精确至 0.01 mg,置于 50 mL 棕色容量瓶中,用提取液(4.2)在 60℃ 超声波水浴超声振荡 15 min 溶解并定容至刻度,摇匀,其溶液浓度为 1 mg/mL,贮于 4℃~6℃ 冰箱中,有效期为 1 周。

4.4.2 喹乙醇标准工作液:分别用吸管准确移取合适体积的 1.0 mg/mL 的储备液(4.4.1),置于 10 mL 棕色容量瓶中,用提取液(4.2)稀释至刻度,配制成 10.0,20.0,40.0,60.0,80.0,100.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准工作液。

5 仪器、设备

5.1 离心机:3 000 r/min。

5.2 超声波振荡器。

5.3 微孔滤膜(孔径 0.45 μm)。

5.4 pH 计:精度 0.01 mV。

5.5 恒温振荡器:300 r/min。

5.6 分析天平:感量 0.1 mg。

5.7 分析天平:感量 0.01 mg。