



GB 45.120 2003



国家标准
标准化

前 言

本标准代替 GB/T 8381.7—2005《饲料中噻乙醇的测定 高效液相色谱法》。

本标准与 GB/T 8381.7—2005 相比主要变化如下：

——在试样提取过程中增加了固相萃取净化方法，流动相不再做 pH 调整。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准负责起草单位：农业部饲料工业中心、农业部饲料效价与安全监督检验测试中心(北京)、中国农业大学。

本标准主要起草人：杨文军、张丽英、王宗义、贺平丽。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8381.7—2005。

饲料中喹乙醇的测定

1 范围

本标准规定了以高效液相色谱测定饲料中喹乙醇的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混液中喹乙醇的测定,最低定量限为 1 mg/kg,检出限为 0.1 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,其随后所有的修订单(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决定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 6682—2003,ISO 3694:1987,MOD)

3 原理

试样中的喹乙醇以甲醇溶液提取,固相萃取小柱净化,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 试剂和溶液

除非另有规定,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂或符合 GB/T 6682 规定的三级纯水。

警告——喹乙醇对光敏感,应避免光操作及使用棕色容器。

4.1 甲醇(色谱纯)

4.2 提取液:甲醇+水=5+95。

4.3 高效液相色谱流动相:甲醇和磷酸缓冲液(见附录 A)

A.4 淋洗液 1: 0.02 mol/L 磷酸, 移取 1.00 mL 磷酸定容至 100 mL。

A.5 淋洗液 2: 0.01 mol/L 磷酸, 移取 1.00 mL 磷酸定容至 100 mL。

4.6 喹乙醇标准储备液:准确称取喹乙醇标准品(0.050 20 g,含量 $\geq 99.0\%$),于 50 mL 棕色容量瓶中,超声溶解,冷却至室温,定容至刻度,摇匀,使其溶液浓度为 1 mg/mL,避光保存,有效期 1 个月。

4.7 喹乙醇标准工作液:准确量取标准储备液(4.6)于容量瓶中,用流动相(4.7)稀释,依次配制或浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液,现配现用。

1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液。

5 仪器

5.1 离心机,3 500 r/min。

5.2 振荡床,转速可达 110 r/min。

5.3 螺口离心管,50 mL。

9 结果计算

9.1 试样中唑乙醇的质量分数 w_i (mg/kg) 按式(1)计算:

$$w_i = \frac{P_i \times V \times c_i \times V_{st}}{P_{st} \times m \times V_i} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

P_i ——试样溶液峰面积值;

V ——样品的总稀释体积,单位为毫升(mL);

c_i ——标准溶液浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_{st} ——标准溶液进样体积,单位为微升(μL);

P_{st} ——标准溶液峰面积平均值;

m ——试样质量,单位为克(g);

V_i ——试样溶液进样体积,单位为微升(μL)。

9.2 平行测定结果用算术平均值表示,保留三位有效数字。

10 重复性

同一分析者对同一试样同时两次平行测定结果的相对偏差不大于10%。
