

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 22146—2008

GB/T 22146—2008

饲料中洛克沙肿的测定 高效液相色谱法

Determination of roxarsone in animal feeds—
High performance liquid chromatography

中华人民共和国
国家标准
饲料中洛克沙肿的测定
高效液相色谱法
GB/T 22146—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址: www.spc.net.cn
电话: 68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

*
书号: 155066·1-33309 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话: (010)68533533



GB/T 22146—2008

2008-06-27 发布

2008-10-01 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

5 仪器、设备

- 5.1 分析天平：感量为 0.000 1 g。
- 5.2 离心机：转速能达 3 000 r/min~4 000 r/min。
- 5.3 固相萃取(SPE)装置。
- 5.4 恒温水浴和氮吹仪。
- 5.5 涡旋混合器。
- 5.6 复合阴离子固相萃取小柱。
- 5.7 高效液相仪(配有紫外检测器)。
- 5.8 超声波仪。

6 试样制备

按照 GB/T 14699.1 规定方法采样,采取样品量至少 500 g,以四分法缩减至 200 g,粉碎过孔径 0.45 mm 目筛,充分混匀,装瓶,备用。

7 分析步骤

7.1 试样溶液的准备

7.1.1 提取

准确称取适量试样(配合饲料 5 g,浓缩饲料 2 g,添加剂预混合饲料 1 g,准确至 0.000 1 g)于 50 mL 离心管中,加磷酸氢二钾溶液(4.2)40 mL,盖好管盖,充分振摇后,在 60 °C 超声水浴上提取 30 min,然后于离心机以 4 000 r/min 离心 10 min。上清液倒入 100 mL 棕色容量瓶中,残渣再分别用上述提取剂 30 mL、20 mL 重复提取 2 次,每次 15 min,离心后合并上清液于 100 mL 棕色容量瓶中,然后加硫酸铜溶液(4.3)2 mL,并用磷酸氢二钾溶液(4.2)稀释至刻度,摇匀,过滤,滤液待用。

浓缩饲料和添加剂预混合饲料的滤液需分别做 2 倍和 5 倍稀释。

7.1.2 净化

将固相萃取柱(5.6)固定于 SPE 系统(5.3)上,依次用 1.0 mL 甲醇和 1.0 mL 水活化、平衡 SPE 小柱(5.6)。吸取 7.1.1 得到的样品提取滤液 1 mL 加到 SPE 小柱上,控制过柱流速不超过 1.0 mL/min,然后依次用乙酸钠-甲醇溶液(4.4.1)和无水甲醇溶液(4.4.2)各淋洗一次,最后用 1.0 mL 洗脱液(4.4.3)洗脱,洗脱速度不超过 1.0 mL/min。洗脱液于 65 °C 水浴中以氮气吹干,准确加入 1.0 mL 磷酸氢二钾溶液(4.2)充分溶解混匀,并转移到样品瓶中,盖好,待用。

7.2 色谱条件

- 7.2.1 色谱柱:具有 C₁₈ 填料的柱子(粒径为 3 μm),内径 3.9 mm,柱长 150 mm。
- 7.2.2 流动相:A 液(4.5.1)+B 液(4.5.2)=95+5(体积比),以 1.0 mL/min 流速洗脱。
- 7.2.3 进样体积:20 μL。
- 7.2.4 检测器:紫外检测器(或二极管矩阵检测器),检测波长 266 nm。

7.3 定量方法

按高效液相色谱仪说明书调整仪器操作参数。向色谱柱中注入洛克沙肿标准工作液(4.6.2)及试样溶液(7.1.2),得到色谱峰面积响应值,用外标法定量。

8 结果计算与表述

- 8.1 试样中洛克沙肿含量(w)以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按照式(1)计算。

前 言

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:中国农业大学、农业部饲料效价与安全监督检验测试中心(北京)。

本标准主要起草人:张丽英、王金荣、杨文军、王宗义。