

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 22262—2008

GB/T 22262—2008

饲料中氯羟吡啶的测定 高效液相色谱法

Determination of clopidol in feeds—
High performance liquid chromatography

中华人民共和国
国家标准
饲料中氯羟吡啶的测定
高效液相色谱法
GB/T 22262—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:155066·1-33922 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 22262-2008

2008-08-01 发布

2008-11-01 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

- 5.5 离心机:5 000 r/min。
 5.6 旋转蒸发器:50 ℃。
 5.7 涡轮混合器:2 500 r/min。
 5.8 氧化铝净化柱:长度 200 mm,内径 10 mm 玻璃柱。柱底部装有 G4 砂芯板,装入氧化铝约 10 cm 的高度,使用前用 20 mL 甲醇淋洗。

6 试样的选取和制备

- 6.1 按 GB/T 14699.1 采样。
 6.2 选取有代表性饲料样品至少 500 g,按 GB/T 20195 制备样品。

7 分析步骤

7.1 试液的制备

7.1.1 提取

准确称取配合饲料 5 g~10 g 或浓缩饲料 1 g~5 g、复合预混合饲料 1 g~5 g(精确至 0.001 g),于 50 mL 离心管中,加入甲醇 25 mL,旋涡混合,于振荡器振荡 30 min,3 000 r/min 离心 5 min,取上清液备用。

7.1.2 净化

准确吸取上清液 10 mL,移入氧化铝净化柱中,用 10 mL 甲醇洗柱内壁。将过柱溶液及洗脱液全部接收于旋转蒸发瓶中,用 50 ℃水浴的旋转蒸发器将溶剂蒸干。用 1 mL 甲醇溶解残渣,过 0.45 μm 的滤膜,滤液进液相色谱仪检测。

7.2 测定

7.2.1 液相色谱条件

色谱柱:具有 C₁₈ 填料的柱子(粒度为 5 μm),柱长 150 mm,内径 4.6 mm。

流动相:乙腈+水=10+90(体积比),以 1.0 mL/min 流速洗脱。

检测器:二极管矩阵检测器或紫外检测器,检测波长为 270 nm。

7.2.2 定量测定

按高效液相色谱仪说明书调整仪器操作参数。向液相色谱柱中注入待测定氯羟吡啶标准工作液(4.5.2)及试液(7.1),得到色谱峰面积响应值,用外标法定量。

7.2.3 结果计算

试样中氯羟吡啶的含量 X 以质量分数(mg/kg)表示,按式(1)计算:

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

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(μg/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)。

平行测定结果用算术平均值表示,保留三位有效数字。

8 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%。

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

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。

本标准起草单位:中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心(北京)]。

本标准主要起草人:索德成、李兰、魏书林。