

附录 A
(资料性附录)
维吉尼亚霉素标准溶液图谱

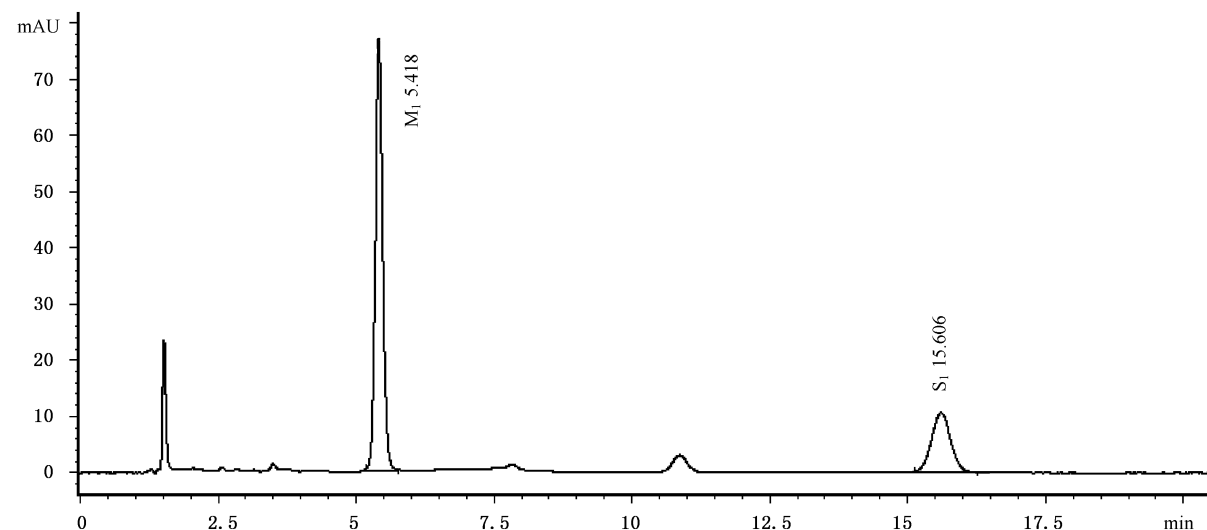


图 A.1 维吉尼亚霉素标准溶液图谱(10 µg/mL)



版权专有 侵权必究

书号:155066·1-33926

定价: 10.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 22261—2008

GB/T 22261—2008

饲料中维吉尼亚霉素的测定 高效液相色谱法

Determination of virginiamycin in feeds—
High performance liquid chromatography

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

- 7.3.2 柱温:室温。
- 7.3.3 流动相:同 4.12。
- 7.3.4 流速:1.0 mL/min。
- 7.3.5 检测器:紫外检测器(或二极管阵列检测器),检测波长 210 nm。
- 7.3.6 进样体积:20 μL。

7.4 定量测定

按上述色谱条件,分别将维吉尼亚霉素标准系列工作液(4.13.3)及试样溶液(7.2)上机测定,根据维吉尼亚霉素 M₁ 和 S₁ 峰面积加和值,用外标法定量。

7.5 结果计算

试样中维吉尼亚霉素的含量(X)以质量分数(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{c_x \times V_1 \times V_3 \times \rho}{m \times V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——试样中维吉尼亚霉素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_x——试样溶液中 M₁ 和 S₁ 色谱峰面积加和值对应的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V₁——加入试样中的乙酸乙酯总体积,单位为毫升(mL);
- V₃——最终溶解残渣用流动相的体积,单位为毫升(mL);
- ρ——维吉尼亚霉素标准品含量,%;
- m——试样质量,单位为克(g);
- V₂——移取的乙酸乙酯体积,单位为毫升(mL)。

结果用平行测定的算术平均值表示,保留三位有效数字。

8 精密度

在重复性试验条件下两次平行测定结果的相对偏差不大于 10%。

中 华 人 民 共 和 国
 国 家 标 准
 饲料中维吉尼亚霉素的测定
 高效液相色谱法
 GB/T 22261—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 9 千字
 2008 年 9 月第一版 2008 年 9 月第一次印刷
 *
 书号: 155066·1-33926 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

量瓶中,用乙腈(4.5)溶解定容,摇匀,该溶液中维吉尼亚霉素浓度为 1 mg/mL。贮存于 4 ℃冰箱中,有效期三个月。

4.13.3 维吉尼亚霉素标准系列工作液:准确吸取维吉尼亚霉素标准贮备液(4.13.2)置于棕色量瓶中,用流动相(4.12)配制浓度分别为 2、5、10、25、50、100 μg/mL 的标准系列工作溶液。贮存于 4 ℃冰箱中,有效期一周。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3 涡旋混合器。

5.4 超声波水浴仪。

5.5 离心机:4 000 r/min。

5.6 氮吹仪:可控温 50 ℃。

5.7 固相萃取柱

5.7.1 硅胶柱:690 mg/3 mL。

5.7.2 亲水亲脂平衡型固相萃取柱:60 mg/3 mL。

5.8 固相萃取装置。

5.9 pH 计。

5.10 0.45 μm 微孔滤膜。

6 试样制备

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 测定步骤

7.1 提取

称取试样适量(配合饲料、浓缩饲料 2 g~5 g,预混料 1 g~2 g),精确至 1 mg,置于 50 mL 离心管中,加 2 mL 水,使试样充分湿润并混匀,加入 20 mL 乙酸乙酯(4.1),加盖,置涡旋混合器上混匀后,置超声波水浴中超声提取 30 min。于离心机上以 4 000 r/min 离心 10 min。

准确吸取 10 mL 上层乙酸乙酯清液于另一离心管中,加入 5 g 无水硫酸钠(4.2)和 10 mL 正己烷(4.3),置涡旋混合器上充分混匀后,于离心机上以 4 000 r/min 离心 10 min,上清液备用。

7.2 净化

用 2.5 mL 无水乙酸乙酯-正己烷(4.4)预淋洗活化硅胶柱(5.7.1),将上清液(7.1)小心转移入硅胶柱内(保持过柱流速不超过 2 mL/min,且不得抽干),用 5 mL 无水乙酸乙酯-正己烷(4.4)洗涤离心管中无水硫酸钠,洗涤液一并转移入硅胶柱内,抽干,用 2 mL 乙腈(4.5)淋洗硅胶柱,抽干。

用 1 mL 甲醇(4.6)和 1 mL 乙酸铵缓冲溶液(4.7)预淋洗活化亲水亲脂平衡型固相萃取柱(5.7.2),将抽干的硅胶柱安装在亲水亲脂平衡型固相萃取柱(5.7.2)的上面,用 5 mL 甲醇-乙酸铵缓冲溶液(4.8)淋洗硅胶柱,淋洗液正好通过亲水亲脂平衡型固相萃取柱(5.7.2),保持过柱流速不超过 2 mL/min。淋洗完毕后,弃去硅胶柱,用 5 mL 40% 甲醇-水溶液(4.9)淋洗亲水亲脂平衡型固相萃取柱(5.7.2),弃去淋洗液。最后用 5 mL 甲醇(4.6)进行洗脱,收集洗脱液,于 50 ℃氮吹仪上蒸发至干,用 0.5 mL~5 mL 的流动相(4.12)溶解残渣,过 0.45 μm 微孔滤膜,供上机测定。

7.3 色谱条件

7.3.1 色谱柱:C₁₈柱,长 150 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μm,或相当者。

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:农业部饲料质量监督检验测试中心(南京)。

本标准主要起草人:冯三令、耿士伟、储瑞武、冯群科、贾书静。