

ICS 65.120
B 20



中华人民共和国国家标准

GB/T 20196—2006

GB/T 20196—2006

饲料中盐霉素的测定

Determination of salinomycin in feeds

中华人民共和国
国家标准
饲料中盐霉素的测定
GB/T 20196—2006

*

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 1 字数 20 千字
2006年7月第一版 2006年7月第一次印刷

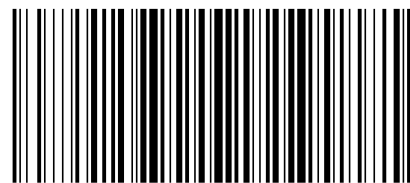
*

书号:155066·1-27757 定价 12.00 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 20196-2006

2006-02-24 发布

2006-07-01 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

本标准在查阅国内外文献基础上,提出饲料中盐霉素测定的两种方法。

第一法为微生物检验法(仲裁法),微生物检验方法主要参考了我国原进出口商品检验局 SN 0673—1997《出口肉及肉制品中盐霉素残留量检验方法 滤纸片法》和日本厚生省 1990 年编写的《畜、水产食品中的残留物质检验方法》中盐霉素残留量检测方法制定的。其方法原理、微生物检定操作步骤基本相同,方法的范围、称样量、试样提取条件进行了改进,改进技术内容如下:

——将提取液由甲醇,四氯化碳分离提取改为用甲醇和水直接提取;

——由先过硅胶柱再过氧化铝层析柱净化改为直接用氧化铝层析柱净化。

第二法为高效液相色谱柱前衍生化法,参考《Journal of Chromatography A》1999 报导《高效液相色谱柱前衍生化法测定动物饲料中拉沙里霉素、莫能霉素、盐霉素、甲基盐霉素》制定。其方法原理、基本操作步骤相同,方法的范围、试样称样量根据试验进行了改进,改进技术内容如下:

——本标准范围适用于配合饲料、浓缩饲料、预混合饲料、盐霉素预混剂,较文献扩大;

——本标准称样量、盐霉素提取液稀释度见附录 A。

以上两种方法均增加了“重复性”。

本标准的附录 B、附录 C 为规范性附录,附录 A 为资料性附录。

本标准由全国饲料标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准起草人:刘小敏、张勇、高利红、何一帆。

附录 B
(规范性附录)
培养基和试剂制备

B.1 培养基 I**B.1.1 成分**

蛋白胨	5.0 g
牛肉浸膏	1.0 g
氯化钠	5.0 g
酵母浸膏	2.0 g
琼脂	15.0 g
水	1 000 mL

B.1.2 制法

将上述各成分于水中加热溶解,调节 pH 值 7.4 ± 0.1 ,分装于试管中,于 121°C 灭菌 15 min。制成斜面备用。

B.2 培养基 II**B.2.1 成分**

胰蛋白胨	5.0 g
葡萄糖	1.0 g
酵母浸膏	2.5 g
琼脂	15.0 g
水	1 000 mL

B.2.2 制法

将上述各成分于水中加热溶解,调节 pH 值 7.0 ± 0.1 ,分装于锥形瓶中,于 121°C 灭菌 15 min。

B.3 生理盐水

称取 8.5 g 氯化钠,溶于 1 L 水中,于 121°C 高压灭菌 15 min。

饲料中盐霉素的测定

1 范围

本标准规定了饲料中盐霉素的微生物检验方法和高效液相色谱仪柱前衍生化检验方法。

本标准两种方法均适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料中盐霉素的测定。最低检出限为 1.25 mg/kg 。其微生物检验方法为仲裁法。本标准高效液相色谱柱前衍生化法也适用于盐霉素预混剂中盐霉素的测定。

注 1: 1 000 盐霉素单位(U)相当于 1 mg 的盐霉素($\text{C}_{42}\text{H}_{70}\text{O}_{11}$)。

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 4789.1 食品卫生微生物学检验 总则

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 方法 1:微生物检验方法(仲裁法)**3.1 原理**

用甲醇和水提取试样中盐霉素,提取液过氧化铝层析柱净化,除去饲料中的干扰性物质。洗脱液经稀释(或浓缩),利用试液中盐霉素与嗜热脂肪芽孢杆菌作用产生抑菌圈,根据抑菌圈大小用标准曲线法定量测定盐霉素含量。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 甲醇溶液

$9+1(V+V)$ 。

3.2.2 氧化铝

270 目~335 目;经 300°C 活化 3 h,于干燥器冷却备用。

3.2.3 氧化铝层析柱

将活化氧化铝装填入层析柱中(高 20 mm,内径 10 mm),同时轻轻拍柱至氧化铝表面不再下降。氧化铝的高度为 8 cm~9 cm。

3.2.4 试验菌种

嗜热脂肪芽孢杆菌(*Bacillus stearothermophilus* var. *calidolactis*)。

3.2.5 盐霉素标准溶液**3.2.5.1 盐霉素标准贮备溶液**

精确称取盐霉素钠标准品(含量 94.1%)0.106 3 g,置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解,稀释至刻度,摇匀,其浓度为 $1\ 000 \mu\text{g/mL}$,置于 0°C 冰箱中,有效期两周。

3.2.5.2 盐霉素标准中间液

准确移取 10.00 mL 标准贮备液(3.2.5.1)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,其浓度分别为 $100.0 \mu\text{g/mL}$ 。当日配制和使用。