

前 言

饲料中维生素 D₃ 的测定目前尚无国家标准和国际标准,本标准是参照美国公职分析化学家协会 AOAC (1995 年版)《混合饲料、预混合物和宠物食品中维生素 D₃ 液相色谱法》及瑞士罗氏药品化学有限公司维生素研究部发表的《饲料中维生素和类胡萝卜素——现代分析方法》“用高效液相色谱法测定配合饲料和预混合饲料中维生素 D₃”而制定的。在技术内容上参照两法,在编写格式上依据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定》和 GB/T 1.4—1988《标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定》。

为了使饲料中维生素 D₃ 测定方法科学、准确、经济、实用,适合于我国不同实验室大量饲料样品的测定,在参照国外分析方法的基础上,增加了反相色谱测定条件。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准由国家饲料质量监督检验中心(北京)负责起草。

本标准主要起草人:陈必芳、赵小阳。

中华人民共和国国家标准

饲料中维生素 D₃ 的测定 高效液相色谱法

GB/T 17818—1999

Determination of vitamin D₃ in feeds—
High-pressure liquid chromatography

1 范围

本标准规定了饲料中维生素 D₃ 的测定——高效液相色谱法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、复合预混料和维生素预混料中维生素 D₃ 的测定。测量范围为每千克样品中含维生素 D₃ (胆钙化醇) 的量在 500IU 以上。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

用碱溶液皂化试验样品,乙醚提取未皂化的化合物,蒸发乙醚,残渣溶解于甲醇并将部分溶液注入高效液相色谱净化柱中除去干扰物,收集含维生素 D₃ 淋洗液馏分,蒸发至干,溶解于正己烷中,注入高效液相色谱分析柱,用紫外检测器在 264 nm 处测定,通过外标法计算维生素 D₃ 的含量。

当样品中维生素 D₃ 标示量超过每千克 10 000 IU 时,可省去高效液相色谱净化柱,试验溶液直接注入色谱分析柱分析。

4 试剂和材料

除特殊注明外,本标准所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水,色谱用水为去离子水,符合 GB/T 6682 用水的规定。

4.1 无水乙醚:无过氧化物。

4.1.1 过氧化物检查方法:用 5 mL 乙醚加 1 mL 10% 碘化钾溶液,振摇 1 min,如有过氧化物则放出游离碘,水层呈黄色。若加 0.5% 淀粉指示液,水层呈蓝色。该乙醚需处理后使用。

4.1.2 去除过氧化物的方法:乙醚用 5% 硫代硫酸钠溶液振摇,静置,分取乙醚层,再用蒸馏水振摇洗涤两次,重蒸,弃去首尾 5% 部分,收集馏出的乙醚,再检查过氧化物,应符合规定。

4.2 乙醇。

4.3 正己烷:重蒸馏(或光谱纯)。

4.4 1,4-二氧六环。

4.5 甲醇:优级纯。

国家质量技术监督局 1999-08-10 批准

2000-02-01 实施