



中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1463—2007

饲料中安眠酮的测定 高效液相色谱法

Determination of methaqualone in feeds
by high-performance liquid chromatography

2007-12-18 发布

2008-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

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。

本标准起草单位：农业部饲料质量监督检验测试中心（济南）、农业部饲料质量监督检验测试中心（西安）。

本标准主要起草人：汤文利、任爱丽、梁萌、徐强、陈淑沂、忽桂香。

饲料中安眠酮的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱仪(HPLC)测定饲料中安眠酮的检测方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料的检测。方法的定量限为 1.5 mg/kg, 检测限为 0.5 mg/kg。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料采样

3 原理

在碱性条件下,用三氯甲烷和异丙醇的混合溶液将饲料中的安眠酮提取出来,将提取液蒸至近干,用甲醇溶解残渣,在 HPLC 上分离、测定。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。水符合 GB/T 6682 中一级水和三级水的规定。一般化学分析用三级水,高效液相色谱分析用一级水。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 碳酸钠饱和溶液。

4.4 氯化钠。

4.5 提取液:异丙醇+三氯甲烷=1+3。

4.6 乙酸铵溶液: $c(\text{CH}_3\text{COONH}_4)=25\text{ mmol/L}$,准确称取 1.927 g 乙酸铵于 1 000 mL 容量瓶中,用一级水溶解、定容,用 $\Phi 0.45\ \mu\text{m}$ 的水相微孔滤膜过滤。

4.7 HPLC 流动相:乙腈(4.1)+乙酸铵溶液(4.6)=30+70,用前超声脱气 5 min。

4.8 安眠酮标准贮备溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):准确称取 10.1 mg 安眠酮标准品($\geq 99.0\%$)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.2)溶解、定容。置于 4℃ 冰箱中保存,有效期 1 个月。

4.9 安眠酮标准工作溶液:分别准确移取安眠酮标准贮备溶液(4.8) 1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 于 10 mL 容量瓶中,用甲醇稀释、定容,配制成标准工作溶液,质量浓度分别为 1.00 mg/L、3.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、20.00 mg/L、30.00 mg/L、50.00 mg/L。现用现配。

5 仪器

5.1 实验室用样品粉碎机。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。