

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2297—2012

饲料中苯甲酸和山梨酸的测定 高效液相色谱法

Determination of benzoic acid and sorbic acid in feeds—
High performance liquid chromatography

2012-12-24 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本标准由农业部畜牧业司提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本标准起草单位:农业部饲料质量监督检验测试中心(成都)。

本标准主要起草人:张静、魏敏、王宇萍、赵立军、林顺全、高庆军、冯娅、陈红、程传民。

饲料中苯甲酸和山梨酸的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了饲料中苯甲酸和山梨酸的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料和精料补充料中苯甲酸和山梨酸的测定。

本标准的检测限：苯甲酸和山梨酸均为 20 mg/kg。

本标准的定量限：苯甲酸和山梨酸均为 50 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

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

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 原理

饲料中的苯甲酸和山梨酸经提取液提取、离心后，取部分上清液经混合型阴离子固相萃取柱净化，用高效液相色谱仪—紫外检测器检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂，色谱分析用水符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

- 4.1 甲醇：色谱纯。
- 4.2 甲酸：色谱纯。
- 4.3 氨水。
- 4.4 亚铁氰化钾溶液(0.25 mol/L)：称取亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 10.6 g，加水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.5 乙酸锌溶液(1.0 mol/L)：称取乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 22 g，加入冰乙酸 3 mL，加水稀释至 100 mL。
- 4.6 磷酸盐缓冲液(pH=6.7)：分别称取磷酸二氢钾(KH_2PO_4)2.5 g 和磷酸氢二钾($\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)2.5 g，用水溶解后定容至 1 000 mL。
- 4.7 2%氨水溶液：量取氨水 2 mL，加水至 100 mL，混匀。
- 4.8 5%甲酸甲醇溶液：量取甲酸 5 mL，加甲醇至 100 mL，混匀。
- 4.9 流动相：量取磷酸盐缓冲液(4.6)900 mL，加入甲醇 100 mL，混匀。
- 4.10 苯甲酸对照品： $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$ ，纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.11 山梨酸对照品： $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_2$ ，纯度 $\geq 98\%$ 。
- 4.12 标准溶液的配制
- 4.12.1 标准溶液贮备液：准确称取适量苯甲酸和山梨酸对照品各 50.0 mg，用甲醇溶解并定容至