

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 919—2020
代替 NY/T 919—2004

饲料中苯并(a)芘的测定

Determination of benzo (a) pyrene in feeds

行业标准信息服务平台

2020-11-12 发布

2021-04-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 NY/T 919—2004《饲料中苯并(a)芘的测定 高效液相色谱法》。与 NY/T 919—2004 相比,除编辑性修改外主要内容差异如下:

- 修改了标准名称;
- 修改了方法的适用范围(见第 1 章,2004 年版的第 1 章);
- 修改了液相色谱法的检出限(见第 1 章,2004 年版的第 1 章);
- 增加了液相色谱方法的定量限(见第 1 章,2004 年版的第 1 章);
- 增加了液相色谱 串联质谱法(见第 3 章);
- 修改了高效液相色谱法的试验步骤(见 4.5,2004 年版的第 7 章);
- 修改了高效液相色谱法的试验数据处理(见 4.6,2004 年版的第 8 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由农业农村部畜牧兽医局提出。

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:山东新希望六和集团有限公司、中国饲料工业协会、广东省农业科学院农产品公共监测中心。

本标准主要起草人:杨青、王黎文、郭吉原、孔凡科、王威利、周桂莲、孙春华、姜晓霞、郭丽君。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- NY/T 919—2004。

行业标准信息服务平台

饲料中苯并(a)芘的测定

1 范围

本标准规定了饲料中苯并(a)芘测定的液相色谱-串联质谱法和高效液相色谱法。

本标准中液相色谱-串联质谱法适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料和饲料原料(硅铝酸盐等具有吸附性的矿物质饲料原料和油脂除外)中苯并(a)芘的测定,检出限为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,定量限为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

本标准中高效液相色谱法适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和添加剂预混合饲料中苯并(a)芘的测定,检出限为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,定量限为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 20195 动物饲料 试样的制备

3 液相色谱-串联质谱法

3.1 原理

试样中的苯并(a)芘经正己烷丙酮溶液提取后,用固相萃取柱净化,经洗脱、浓缩、复溶后,用液相色谱-串联质谱仪测定,内标法定量。

3.2 试剂或材料

警告:苯并(a)芘是一种已知致癌物,标准物质使用中应特别注意安全防护。测定应在通风柜中进行并戴手套,尽量减少暴露。如已污染了皮肤,应采用 10% 次氯酸钠水溶液浸泡和洗刷,在紫外光下观察皮肤上是否有蓝紫色斑点,一直洗到蓝紫色斑点消失为止。

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

3.2.1 水:GB/T 6682,一级。

3.2.2 乙腈:色谱纯。

3.2.3 正己烷。

3.2.4 正己烷丙酮混合溶液:取 850 mL 正己烷(3.2.3),加入 150 mL 丙酮,混匀。

3.2.5 苯并(a)芘标准储备溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确称取 10 mg(精确至 0.01 mg)苯并(a)芘标准品(CAS 号:50-32-8,纯度 $\geq 97\%$),用乙腈(3.2.2)溶解转移至 100 mL 容量瓶中,定容,摇匀。于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 6 个月。也可使用市售有证标准储备溶液。

3.2.6 苯并(a)芘标准中间溶液 I (5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确移取苯并(a)芘标准储备溶液(3.2.5)5 mL 于 100 mL 容量瓶中,用乙腈(3.2.2)定容,摇匀。临用现配。

3.2.7 苯并(a)芘标准中间溶液 II (500 $\mu\text{g}/\text{L}$):准确移取苯并(a)芘标准中间溶液 I (3.2.6)5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用乙腈(3.2.2)定容,摇匀。临用现配。

3.2.8 氘代苯并(a)芘标准储备溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确称取 10 mg(精确至 0.01 mg)氘代苯并(a)芘标准品[苯并(a)芘-D12,CAS 号:63466-71-7,纯度 $\geq 97\%$],用乙腈(3.2.2)溶解转移至 100 mL 容量瓶中,定容,摇匀。于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期为 6 个月。也可使用市售有证标准储备溶液。

3.2.9 氘代苯并(a)芘标准中间溶液(1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确移取氘代苯并(a)芘标准储备溶液(3.2.8)1 mL 于 100 mL 容量瓶中,用乙腈(3.2.2)定容,摇匀。临用现配。