



中华人民共和国国家标准

GB/T 8381.10—2005

饲料中磺胺喹噁啉的测定 高效液相色谱法

Determination of sulfaquinoxaline in feed—
High-performance liquid chromatography

2005-09-05 发布

2006-02-01 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

本标准是在参考国内外资料的基础上,经过大量实验,结合饲料行业的特点而制定的。

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家饲料产品质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人:范理、高生、赵根龙、李丽蓓、杨文军、张丽英、苏晓鸥。

饲料中磺胺喹噁啉的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了以高效液相色谱(HPLC)仪测定饲料中磺胺喹噁啉的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中磺胺喹噁啉的测定,最小检测浓度为5.0 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(不包括勘误内容)或修订版均不适用本标准,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

用甲醇水溶液提取饲料中的磺胺喹噁啉,离心,过滤,在 HPLC 仪上分离测定。

4 试剂和溶液

以下所用的试剂,除特别注明外均为分析纯试剂;水为蒸馏水,色谱用水符合 GB/T 6682 一级水的规定。

4.1 磺胺喹噁啉标准品:含磺胺喹噁啉($C_{14}H_{12}N_4O_2S$) 95.0%。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 磷酸盐溶液:取磷酸二氢钾 3.40 g 和磷酸氢二钾 5.71 g,加水溶解并稀释至 1 000 mL。

4.4 磺胺喹噁啉标准溶液:准确称取磺胺喹噁啉(4.1)50 mg,溶于甲醇并稀释成 0.1 mg/mL 的储备液,置 4℃ 冰箱中避光保存。有效期 1 个月。临用前,取此储备液用水稀释成适当浓度的标准工作液。

4.5 提取液:甲醇 100 mL+水 50 mL。

5 仪器

5.1 实验室常用仪器设备。

5.2 高效液相色谱仪(配紫外检测器)。

5.3 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.001 g。

5.4 旋涡振荡器。

5.5 离心机:4 000 r/min。

5.6 针头过滤器:备孔径为 0.45 μm 微孔滤膜。

6 试样的制备

按 GB/T 14699.1 规定方法采样,选取有代表性的饲料样品,至少 500 g,四分法缩减至 100 g,磨碎,通过 0.45 mm 孔筛,混匀,装入密闭容器中,避光低温保存备用。

7 分析步骤

7.1 提取

称取 5 g 试样,精确至 0.001 g,加入提取液(4.5)50 mL,旋涡振荡器混匀,超声水浴中提取 15 min,中间取出摇动 1 次,然后以 4 000 r/min 离心 5 min,静置,取上清液过 0.45 μm 滤膜,供液相色谱测定。

7.2 标准曲线的制备

准确吸取储备液适量,用水或流动相稀释成浓度分别为 0.10、0.50、1.00、2.00、10.0 μg/mL 的磺胺喹噁啉标准溶液,作出标准曲线。

7.3 测定

7.3.1 色谱条件

色谱柱: C₁₈ 柱,柱长 150 mm,柱内径 4.6 mm,粒度 5 μm,或性能相当者。

流动相: 磷酸盐溶液 75 mL + 甲醇 25 mL,用前过 0.45 μm 滤膜,并超声脱气。

流速: 1 mL/min。

检测波长: 240 nm。

进样量: 10 μL ~ 20 μL。

7.3.2 定性与定量方法

根据标准品色谱的保留时间定性,定量由标准曲线或单点校准。

7.4 结果的计算和表述

试样中磺胺喹噁啉的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1}{m} \times n \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中磺胺喹噁啉的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——色谱峰面积对应的磺胺喹噁啉的质量,单位为微克(μg);

n ——稀释倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

平行测定结果用算术平均值表示,保留至小数点后 1 位。

8 重复性

在同一实验室,由同一操作人员使用同一台仪器完成的两个平行测定结果的相对偏差不大于 10%。