

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 724—2022

代替 NY/T 724—2003

饲料中拉沙洛西钠的测定 高效液相色谱法

Determination of lasalocid sodium in feeds—
High performance liquid chromatography

2022-07-11 发布

2022-10-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 NY/T 724—2003《饲料中拉沙洛西钠的测定 高效液相色谱法》，与 NY/T 724—2003 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了检出限，增加了定量限(见第1章，2003年版的第1章)；
- b) 更改了试样提取(见8.1，2003年版的7.1)；
- c) 更改了色谱参考条件(见8.2，2003年版的7.2)；
- d) 更改了试验数据处理(见第9章，2003年版的8.1)。

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专利的责任。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本文件起草单位：中国农业大学、中国农业科学院北京畜牧兽医研究所。

本文件主要起草人：程林丽、沈建忠、吴聪明、粟金梅、陈可心、武英豪、陈亚南。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2003年首次发布为 NY/T 724—2003；

——本次为第一次修订。

饲料中拉沙洛西钠的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了饲料中拉沙洛西钠的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和添加剂预混合饲料中拉沙洛西钠的测定。

本文件的检出限为 0.5 mg/kg,定量限为 1.0 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的拉沙洛西钠经酸性甲醇溶液提取,高效液相色谱仪测定,外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1 水:GB/T 6682,一级。

5.2 甲醇:色谱纯。

5.3 乙腈:色谱纯。

5.4 三氟乙酸:色谱纯。

5.5 乙酸铵:色谱纯。

5.6 盐酸甲醇溶液:取甲醇 995 mL,加入盐酸 5 mL,混匀。

5.7 乙酸铵溶液(0.125 mol/L):称取乙酸铵 9.635 g,用水溶解并定容至 1 L,混匀。

5.8 流动相:乙酸铵溶液(5.7)+乙腈=15+85。

5.9 三氟乙酸溶液:取 1 mL 三氟乙酸(5.4)与 1 000 mL 水混合。

5.10 三氟乙酸-乙腈溶液:三氟乙酸溶液(5.9)+乙腈=50+50。

5.11 拉沙洛西钠标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):称取拉沙洛西钠标准品(CAS号:25999-20-6,纯度不低于 98%)25 mg(精确至 0.000 01 g)于 25 mL 容量瓶中,用甲醇溶解,定容,混匀。—18℃以下密闭保存,有效期为 12 个月。

5.12 拉沙洛西钠标准中间溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):准确移取 5 mL 拉沙洛西钠标准储备溶液(5.11)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,混匀。—18℃以下密闭保存,有效期为 12 个月。

5.13 拉沙洛西钠标准系列工作溶液:准确移取适量拉沙洛西钠标准中间溶液(5.12)于 10 mL 容量瓶中,用盐酸甲醇溶液(5.6)稀释成 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 标准系列工作溶液,临用现配。

5.14 滤膜:0.22 μm ,有机相。

6 仪器设备

- 6.1 高效液相色谱仪:配荧光检测器。
- 6.2 天平:感量 0.1 mg 和 0.01 mg。
- 6.3 涡旋混合器。
- 6.4 离心机:转速不低于 8 000 r/min。

7 样品

按照 GB/T 20195 制备试样,至少 200 g,粉碎后过 0.42 mm 孔径的分析筛,充分混匀,装入密闭容器中,备用。

8 试验步骤

8.1 试样提取

平行做 2 份试验。称取试样 2 g(添加剂预混合饲料称取 1 g),精确至 0.1 mg,置于 50 mL 离心管中,准确加入 20 mL 盐酸甲醇溶液(5.6),涡旋混合 1 min,于 8 000 r/min 离心 5 min。取上清液约 1 mL 过 0.22 μm 有机滤膜,待测。

8.2 测定

8.2.1 液相色谱参考条件

- 色谱柱: C₁₈ 柱,长 250 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μm,或性能相当者。
- 柱温: 35 ℃。
- 流动相: 0.125 mol/L 乙酸铵溶液+乙腈=15 + 85(5.8)。
- 流速: 1.0 mL/min。
- 进样体积: 25 μL。
- 激发波长: 314 nm。
- 发射波长: 418 nm。

注:必要时,色谱柱和液相色谱管路宜采用三氟乙酸-乙腈溶液(5.10)以 1 mL/min 冲洗 2 h,其后执行常规色谱柱清洗程序即可。

8.2.2 标准系列工作溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下,分别取拉沙洛西钠标准系列工作溶液(5.13)和试样溶液(8.1)上机测定。拉沙洛西钠标准溶液色谱图见附录 A。

8.2.3 定性

以保留时间定性,试样溶液中拉沙洛西钠保留时间应与标准系列工作溶液中浓度相当者的保留时间一致,其相对偏差在±2.5%之内。

8.2.4 定量

以拉沙洛西钠标准系列工作溶液的浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,标准曲线的相关系数不应低于 0.99。试样溶液与标准系列工作溶液中拉沙洛西钠的响应值均应在仪器检测的线性范围内,如超出线性范围,应将试样提取液用盐酸甲醇溶液(5.6)稀释(稀释倍数 *n*)至线性范围内,重新试验。单点校准定量时,试样溶液中拉沙洛西钠的浓度与标准系列工作溶液浓度相差不超过 30%。

9 试验数据处理

试样中拉沙洛西钠的含量以质量分数计,多点校准按公式(1)计算,单点校准按公式(2)计算。

$$w = \frac{\rho \times V \times 1000}{m \times 1000} \times n \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w ——试样中拉沙洛西钠含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ ——从标准曲线查得的试样溶液拉沙洛西钠质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——提取溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量的数值,单位为克(g);
- n ——稀释倍数。

$$w = \frac{A \times c_s \times V \times 1000}{A_s \times m \times 1000} \times n \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- A ——试样溶液中拉沙洛西钠色谱峰面积;
- c_s ——标准溶液中拉沙洛西钠质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- A_s ——标准溶液中拉沙洛西钠色谱峰面积。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

10 精密度

在重复性条件下,2 次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 15%。

附 录 A

(资料性)

拉沙洛西钠标准溶液液相色谱图

拉沙洛西钠标准溶液液相色谱图见图 A. 1。

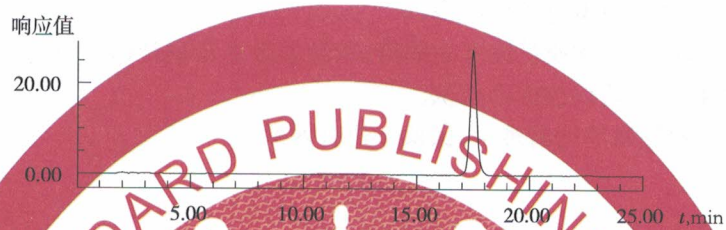
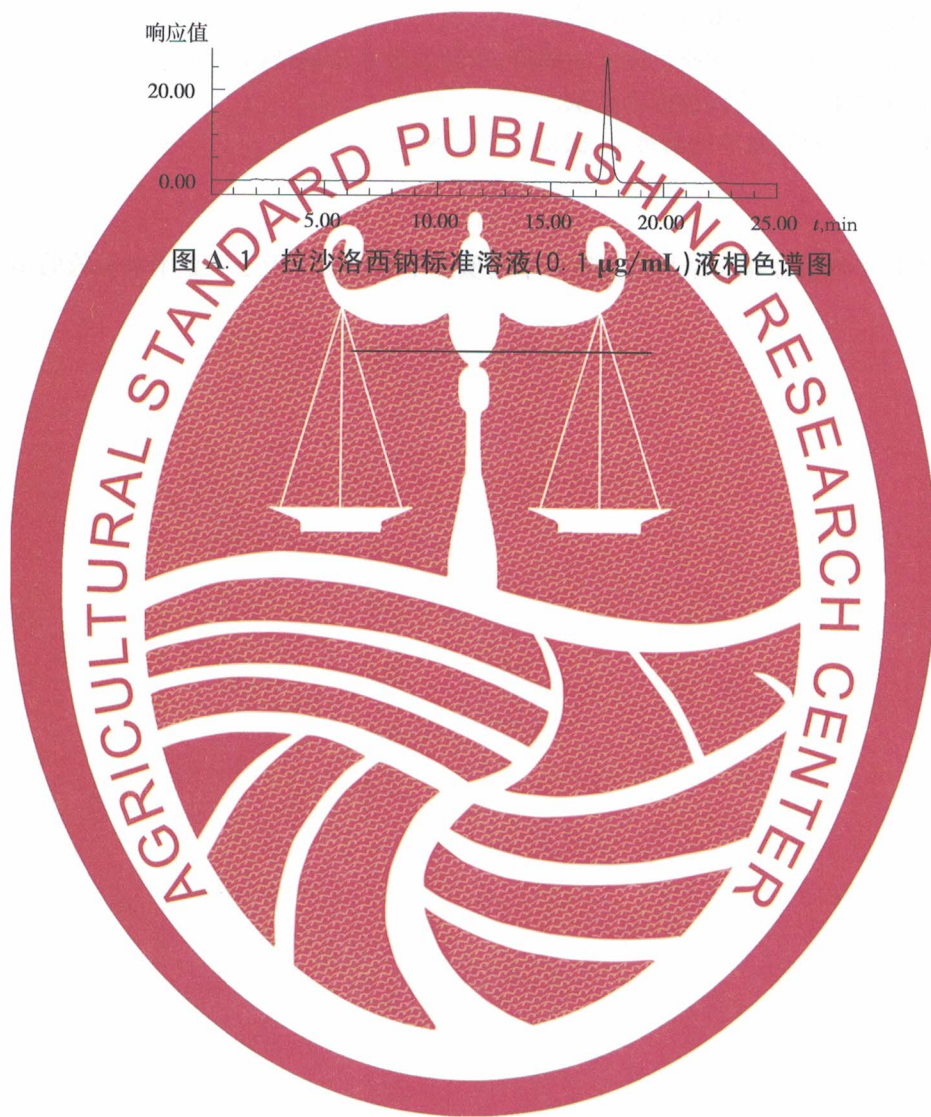


图 A. 1 拉沙洛西钠标准溶液(0.1 $\mu\text{g/mL}$)液相色谱图



中 华 人 民 共 和 国
农 业 行 业 标 准
饲料中拉沙洛西钠的测定 高效液相色谱法
NY/T 724—2022

* * *

中 国 农 业 出 版 社 出 版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码:100125 网址:www.ccap.com.cn)

北京印刷一厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

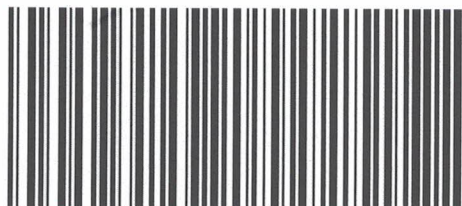
* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2022 年 8 月第 1 版 2022 年 8 月北京第 1 次印刷

书号: 16109 · 9086

定价: 24.00 元



NY/T 724—2022

版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 59194261