



中华人民共和国国家标准

GB/T 8381.11—2005

饲料中盐酸氨丙啉的测定 高效液相色谱法

Determination of amprolium 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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准是在查阅了大量国内外文献的基础上,根据我国的技术发展水平研究制定的。

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。

本标准起草单位:国家饲料质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人:赵根龙、高生、李兰、魏秀莲、范理、苏晓鸥、靳松。

饲料中盐酸氨丙啉的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了以高效液相色谱法测定饲料中盐酸氨丙啉的方法。

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盐酸氨丙啉的测定,最低检测浓度为 1.0 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

饲料样品中的盐酸氨丙啉以含有离子对试剂的甲醇溶液超声提取,离心后过滤,用离子对反相液相色谱法测定。

4 试剂和材料

除特殊注明外,本法所用的试剂均为分析纯,水为蒸馏水,色谱用水符合 GB/T 6682 一级水的规定。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 甲醇。

4.3 十二烷基磺酸钠。

4.4 二乙胺。

4.5 冰乙酸。

4.6 提取液:称取 1.36 g 十二烷基磺酸钠(4.3),溶于适量 2+1(V_1+V_2)的甲醇水溶液中,并用该混合液稀释至 1 L。

4.7 盐酸氨丙啉标准品:纯度 99.8%。

4.8 盐酸氨丙啉标准溶液

4.8.1 盐酸氨丙啉标准储备液:准确称取盐酸氨丙啉标准品(4.7)0.050 0 g,置于 100 mL 容量瓶中,用提取液(4.6)溶解并定容至刻度,摇匀,其浓度为 500 $\mu\text{g/mL}$,贮于 4℃~6℃冰箱中,有效期一个月。

4.8.2 盐酸氨丙啉标准工作液:准确吸取盐酸氨丙啉标准储备液(4.8.1)10.00 mL,置于 50 mL 容量瓶中,用提取液(4.6)溶解并定容至刻度,摇匀,其浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。再以此稀释液配置 50 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。

4.9 HPLC 流动相:称取 1.09 g 十二烷基磺酸钠(4.3),溶于适量体积分数为 30% 的乙腈水溶液中,加

入 3 mL 二乙胺(4.4)和 10 mL 冰乙酸(4.5),用体积分数为 30% 的乙腈水溶液稀释至 1 L 混匀,用 0.45 μm 滤膜过滤,使用前超声脱气。

5 仪器

- 5.1 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.001 g,各一台。
 5.2 超声水浴。
 5.3 离心机:4 000 r/min~5 000 r/min。
 5.4 高效液相色谱仪:具有紫外或二极管阵列检测器。

6 试样制备

按 GB/T 14699.1 采取有代表性的样品 200 g~500 g,用四分法缩至 100 g,粉碎,使全部通过 0.45 mm 孔径的筛,充分混匀,贮于磨口瓶中备用。

7 分析步骤

7.1 提取

称取饲料样品 5 g(准确至 0.001 g),置于 50 mL 离心管中,准确加入提取液(4.6)50.00 mL,加塞,充分摇动 1 min,再置超声水浴中超声提取 20 min,其间用手充分摇动两次。取出后于离心机上 4 000 r/min 离心 10 min,将上清液用 0.45 μm 滤膜过滤,滤液作为试样溶液。

7.2 测定

7.2.1 HPLC 测定参数的设定

色谱柱: C_{18} 柱,柱长 150 mm,柱内径 4.6 mm,粒度 5 μm ,或性能类似的分析柱。

柱温:室温。

检测器:紫外检测器,检测波长 267 nm。

流动相流速:1.5 mL/min。

进样量:10 μL ~20 μL 。

7.2.2 定量测定

取适量由 7.1 获得的试样溶液和相应浓度的盐酸氨丙咪标准工作液(4.8.2)进行测定,以色谱峰面积做单点校准定量。

8 结果计算与表述

分析结果表示为盐酸氨丙咪在饲料中的质量分数 X ,以毫克每千克(mg/kg)表示,用式(1)计算:

$$X = \frac{P_2 \times V_1 \times c \times V_2}{P_1 \times m \times V_3} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——加入提取液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——盐酸氨丙咪标准溶液的进样体积,单位为微升(μL);

V_3 ——试样溶液的进样体积,单位为微升(μL);

P_1 ——盐酸氨丙咪标准溶液对应的色谱峰面积响应值;

P_2 ——试样溶液对应的色谱峰面积响应值;

c ——盐酸氨丙咪标准溶液的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试样质量,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。

9 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的相对偏差不大于7%。
