

ICS 65.120  
B 46

**NY**

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 919—2004

---

## 饲料中苯并(a)芘的测定 高效液相色谱法

Determination of benzo(a)pyrene in feeds  
—High performance liquid chromatography

2005-01-04 发布

2005-02-01 实施

---



中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准在参阅了国内、外大量文献基础上,经过方法筛选,确立了用高效液相色谱法测定饲料中苯并(a)芘含量。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位:农业部饲料质量监督检验测试中心(沈阳)。

本标准起草人:徐国荣、田晓玲、曹东、柏云江、张建勋、田颖、徐世行。

## 饲料中苯并(a)芘的测定 高效液相色谱法

### 1 范围

本标准规定了用高效液相色谱仪测定动物饲料中苯并(a)芘的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料中苯并(a)芘的测定,检测限为 2.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 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 分析实验室用水规则和试验方法

GB/T 14699.1 饲料采样方法

### 3 原理

试样中的苯并(a)芘经环己烷提取,再经二甲基亚砜萃取。试样溶液过  $\text{C}_{18}$  小柱,用环己烷洗脱。将洗脱液于旋转蒸发器上蒸干,残渣用乙腈溶解,于高效液相色谱仪测定。

### 4 试剂和材料

除另有规定外,仅使用分析纯试剂。水,GB/T 6682,二级用水。

#### 4.1 乙腈

色谱纯。

#### 4.2 环己烷

加活性炭重蒸馏。

#### 4.3 二甲基亚砜

#### 4.4 甲醇

色谱纯。

#### 4.5 标准溶液

##### 4.5.1 标准贮备液

准确称取苯并(a)芘标准品(纯度 $\geq 97\%$ 、HPLC级)10 mg,置于100 mL量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,该贮备液浓度为100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。置4  $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存(可保存2个月)。

##### 4.5.2 标准工作液

准确吸取1 mL的标准贮备液(4.5.1),置于100 mL量瓶中,用乙腈稀释至刻度。分别准确吸取一定体积的该溶液,加乙腈制成浓度为25 ng/mL、50 ng/mL、75 ng/mL、100 ng/mL、150 ng/mL、200 ng/mL的标准工作液。

### 5 仪器设备

#### 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 离心机

3 000 r/min。

5.4 超声波振荡器

5.5 旋转蒸发器

65 ℃。

5.6 C<sub>18</sub>净化富集柱

250 mg。

5.7 分析天平

感量 0.000 1 g。

5.8 天平

感量 0.001 g。

6 试样制备

按照 GB/T 14699.1 饲料采样方法采样,选取具有代表性的样品,至少 500 g,用四分法缩减至 200 g,经粉碎,全部过 1 mm 孔筛,装入磨口瓶中备用。

7 分析步骤

7.1 试样溶液的制备

称取试样 10 g,准确至 0.002 g,置于 250 mL 具塞三角瓶中。加入环己烷(4.2)30 mL,超声振荡 25 min,倾出上清液。残渣 2 次分别加入环己烷(4.2)20 mL,超声振荡 20 min。合并 3 次提取液,离心(3 000 r/min)5 min。上清液于旋转蒸发器上(65 ℃)浓缩至约 5 mL。用吸管将浓缩液转移至 100 mL 分液漏斗中,用 5 mL 环己烷(4.2)分数次洗涤蒸馏瓶,洗液合并于分液漏斗中。依次用 10 mL、5 mL 二甲基亚砜(4.3)缓慢振摇提取 2 次,静置 10 min 后,分离二甲基亚砜层(下层)于三角瓶中,加入 25 mL 水,摇匀。过 C<sub>18</sub>净化富集柱(使用前,用 20 mL 甲醇(4.4)、20 mL 水过柱活化),用 10 mL 水淋洗,抽干。用 30 mL 环己烷(4.2)洗脱(洗脱速度为 2 mL/min)。洗脱液于旋转蒸发器上(65 ℃)蒸干,用 2 mL 乙腈(4.1)溶解残渣,过 0.45 μm 微孔滤膜,待测。

7.2 测定

7.2.1 高效液相色谱条件

色谱柱:C<sub>18</sub>柱,柱长 200 mm,内径 4 mm,粒度 5 μm。

流动相:乙腈—水,75+25。

波长:UV296 nm。

流速:2.0 mL/min。

进样量:10 μL。

7.2.2 定量测定

按仪器操作规程操作。取待测液和标准工作液(4.5.2),作单点或多点校准,以色谱峰面积积分值定量。

8 结果计算

8.1 试样中苯并(a)芘的含量按式(1)计算:

$$x = \frac{c \times v}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $x$  —— 试样中苯并(a)芘的含量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );
- $c$  —— 试样中苯并(a)芘的响应值在标准曲线上对应的浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );
- $m$  —— 试样质量,单位为克( $\text{g}$ );
- $v$  —— 试样稀释的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )。

8.2 测定结果用平行测定的算数平均值表示,保留至小数点后 1 位。

### 9 重复性

同一操作者对同一试样 2 次平行测定所得结果的相对偏差不大于 15 %。

中华人民共和国  
农业部公告  
农业部公告 (2004) 第 119 号  
农业部公告 119 号  
NY/T 919-2004

绿色食品行业标准  
(适用于绿色食品生产过程中)  
绿色食品生产资料 (肥料) 使用准则  
绿色食品生产资料 (肥料) 使用准则  
NY/T 919-2004

绿色食品生产资料 (肥料) 使用准则  
NY/T 919-2004

绿色食品生产资料 (肥料) 使用准则  
NY/T 919-2004

绿色食品生产资料 (肥料) 使用准则  
NY/T 919-2004

绿色食品生产资料 (肥料) 使用准则  
NY/T 919-2004

绿色食品生产资料 (肥料) 使用准则  
NY/T 919-2004

绿色食品生产资料 (肥料) 使用准则  
NY/T 919-2004

绿色食品生产资料 (肥料) 使用准则  
NY/T 919-2004

绿色食品生产资料 (肥料) 使用准则  
NY/T 919-2004

