

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 936—2005

饲料中二甲硝咪唑的测定 高效液相色谱法

Determination of dimatridazole in feeds
High-performance liquid chromatography

2005-09-21 发布

2005-12-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

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)、农业部饲料质量监督检验测试中心(济南)。

本标准起草人：田颖、曹东、董永亮、张建勋、李俊玲、周太嫣、李永才。

饲料中二甲硝咪唑的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了高效液相色谱法测定饲料中二甲硝咪唑含量的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中二甲硝咪唑含量的测定。本标准检测限为 5 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—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1—1993 饲料采样方法

3 原理

用四氯化碳+二甲基甲酰胺(8+2)混合溶液从饲样中提取二甲硝咪唑,经分离提纯,以甲醇+水(3+7)为流动相, C_{18} 柱为固定相,紫外检测器 309.0 nm 处测定,根据其响应值计算含量。

4 试剂和溶液

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂。水,GB/T 6682,二级。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 四氯化碳+二甲基甲酰胺(8+2)。

4.3 二甲硝咪唑标准溶液

4.3.1 二甲硝咪唑标准贮备液:称取二甲硝咪唑标准品(纯度 $\geq 98\%$)0.020 0 g,置于 200 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容。

4.3.2 二甲硝咪唑标准工作液:分别吸取一定量的标准贮备液(4.3.1),置于 10 mL 容量瓶中,用甲醇稀释、定容,配制成浓度为 2.0 $\mu\text{g/mL}$, 5.0 $\mu\text{g/mL}$, 10.0 $\mu\text{g/mL}$, 15.0 $\mu\text{g/mL}$, 20.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。

5 仪器和设备

5.1 实验室常用仪器设备。

5.2 恒温水浴锅。

5.3 离心分离机。

5.4 高效液相色谱仪(带紫外检测器)。

5.5 玻璃具塞三角瓶:250 mL。

5.6 微孔滤膜:0.45 μm 。

6 试样的制备

按 GB/T 14699.1—1993 饲料采样方法采样,选取有代表性的饲料样品,至少 500 g,四分法缩减至 200 g,粉碎,使全部通过 1 mm 孔筛,混匀,贮于磨口瓶中备用。

7 分析步骤

7.1 提取

称取配合饲料 10 g(或浓缩饲料 5 g,预混合饲料 2 g),准确至 0.001 g,于 250 mL 具塞三角瓶中,加入提取剂(4.2)50.0 mL,于 60℃ ± 2℃ 水浴不时振荡提取 30 min,静止,冷至室温。过滤,取续滤液 10.0 mL,于 75 mL 具塞离心管中,向离心管中加水萃取两次,每次 10.0 mL。加入水后,加盖密封,充分振摇 3 min,静止 1 min,放气。离心 5 min(3 000 r/min),用吸管小心移取上清液于 20 mL 容量瓶中,合并两次上清液,用水定容至刻度,摇匀,过 0.45 μm 微孔滤膜,待测。

7.2 HPLC 工作条件

色谱柱: C₁₈柱,粒径 10 μm;柱长 250 mm,内径 4 mm 或类似分析柱。

流动相:甲醇+水(3+7)。

波长:309.0 nm。

流速:1.0 mL/min。

柱温:室温。

7.3 试样的测定

按仪器说明书操作,取适量样品制备液和相应浓度的标准工作液,作多点校准,以色谱峰面积积分值定量。

8 测定结果的计算与表述

试样中二甲硝咪唑的含量按式(1)计算:

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

式中:

X ——每千克试样中二甲硝咪唑的质量,单位为毫克(mg);

m₁ ——试样色谱峰面积对应的二甲硝咪唑的质量,单位为微克(μg);

m ——试样质量,单位为克(g);

D ——试样稀释倍数。

每个试样取两份试料进行平行测定,以其算术平均值为测定结果,结果保留至小数点后一位。

9 允许误差

同一分析者对同一试样同时两次平行测定结果的相对偏差不大于 10 %。