

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 937—2005

饲料中西马特罗的测定 高效液相色谱法

Determination of cimaterol in feeds
High-performant liquid chromatographic

2005-09-21 发布

2005-12-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准参照国内外文献并经过大量的试验,制定了液相色谱法测定饲料中西马特罗方法。

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。

本标准由国家饲料质量监督检验中心(北京)负责起草。

本标准主要起草人:李玉芳、王彤、赵小阳、高生。

饲料中西马特罗的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱(HPLC)测定饲料中西马特罗含量的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料及复合预混合饲料中西马特罗的测定。最低检测浓度为 0.08 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 饲料 采样

3 方法原理

用乙酸钠缓冲溶液提取饲料中的西马特罗,提取液过固相柱净化后,吹干,用流动相溶液溶解,直接在 HPLC 仪上测定。

4 试剂和溶液

以下试剂除特别注明者外均为分析纯,水应符合 GB/T 6682—1992 一级水要求。

4.1 氨水。

4.2 乙酸。

4.3 三水合乙酸钠。

4.4 磷酸二氢钠。

4.5 甲醇:色谱纯。

4.6 提取溶液:称取 31.63 g 三水合乙酸钠(4.3)溶于水,加入 34.00 mL 乙酸稀释至 1 L, (pH=4.8)。

4.7 乙酸溶液: $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1 \text{ mol/L}$,取 16.7 mL 25% 乙酸(4.2)于 100 mL 容量瓶,用水定容至刻度,摇匀。

4.8 乙酸乙酯洗脱液:取 3.5 mL 氨水(4.1)于 100 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯(优级纯)稀释至刻度,摇匀。

4.9 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.10 HPLC 流动相:称取 3.91 g 磷酸二氢钠,用去离子水溶解,稀释至 1 L。该溶液与乙腈(色谱纯)按 100+5(V+V)混合,过膜,用前超声脱气 5 min。

4.11 西马特罗标准贮备液:精确称取 10.00 mg 西马特罗标准品(纯度为 95%)精确 0.000 01 g,于 100 mL 容量瓶中,加盐酸溶液(4.9)溶解,用水定容,该贮备液每毫升含西马特罗为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.12 西马特罗中间溶液:移取西马特罗贮备液 500 μL 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释并定容到,该中间溶液每毫升含西马特罗为 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.13 西马特罗标准工作液:移取西马特罗中间溶液 400 μL 用流动相溶液 4.10 稀释至 10 mL,该标准工作液每毫升含西马特罗为 40 ng/mL。

5 仪器和设备

- 5.1 实验室常用仪器设备。
- 5.2 分析天平:感量 0.000 1 g 和感量 0.000 01 g。
- 5.3 超声水浴。
- 5.4 振荡器:水平或往复转动,频率 250 r/min~300 r/min。
- 5.5 真空泵。
- 5.6 氮气。
- 5.7 Oasis® MCX 固相萃取柱^①:填料 30 mg,体积 30 mL。
- 5.8 高效液相色谱仪:
具有合适的 C_{18} 柱,UV 检测器或二极管阵列检测器。

6 试样的制备

按 GB/T 14699.1 采取实验室样品(用四分法缩减分取 200 g)粉碎使之全部通过 0.45 mm 孔径筛,充分混匀,装入磨口瓶中备用。

7 试样溶液的制备

7.1 提取

称取配合饲料试样约 3 g,或添加剂预混料试样约 1.5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 三角瓶中,准确加入提取溶液(4.5)150 mL,振摇使全部润湿,盖紧塞子,放在旋转振荡器(5.4)上,振荡 20 min,取下,溶液通过定性滤纸过滤,收集约 30 mL 备用。

7.2 净化

精确吸取 2 mL 提取液(7.1)置于固相萃取柱小柱上(5.7),用注射器加压过柱(或用其他装置),但过柱速度不超过 2 mL/min,再分别取 2 mL 乙酸(4.7)和 2 mL 甲醇(4.5)淋洗固相萃取柱小柱,丢弃所有的流出液,最后取 2 mL 乙酸乙酯洗脱液(4.8)洗脱,将洗脱液置于 40℃ 的条件下,用氮气吹干,加入 0.50 mL~1.00 mL 流动相溶液溶解残渣,必要时可过 0.45 μm 滤膜,收集清液用于高效液相色谱仪分析。

7.3 色谱条件

色谱柱: C_{18} ,装填物粒度 5 μm ,柱长 150 mm,内径 4.6 mm。

柱温:室温。

流动相(4.10)。

流速:1.0 mL/min。

波长:248 nm。

灵敏度范围:0.01 AUFS。

进样量:10 μL ~20 μL 。

7.4 测定

待高效液相色谱仪基线平稳后,注入标准溶液,以系统进行校正,向色谱仪注入待测溶液,得到色谱

^① Oasis® MCX 固相萃取小柱是由 Waters 提供的产品的商品名称,给出这一信息是为了给本行业标准的使用者提供方便,而不是标准主管部门对这一产品的认可。

