

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 20363—2006

饲料中苯巴比妥的测定

Determination of phenobarbital in feed

2006-06-09 发布

2006-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲 料 中 苯 巴 比 妥 的 测 定
GB/T 20363—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2006年10月第一版

*

书号:155066·1-28134

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

前 言

本标准系参阅国内外最新文献,经大量实验研究后结合我国现有技术装备水平,提出用高效液相色谱(HPLC)法定量,用气相色谱-质谱(GC-MS)法仲裁。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人:屈利文、钱昉、杨林、叶德连、钱沁。

饲料中苯巴比妥的测定

1 范围

本标准规定了以高效液相色谱(HPLC)仪和气相色谱-质谱(GC-MS)仪测定饲料中苯巴比妥的方法,规定 GC-MS 法为仲裁法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和预混合饲料中苯巴比妥的测定。HPLC 法的最低检出量为 5.0 ng(取样 5 g 时,最低检测限为 0.10 mg/kg),GC-MS 法最低检出量为 0.25 ng(取样 5 g 时,最低检测限为 0.02 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(neq ISO 3696)

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 方法 1:HPLC 法

3.1 原理

用三氯甲烷将饲料中的苯巴比妥溶出,经净化、萃取、浓缩后,用甲醇溶解,在 HPLC 仪上分离测定。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

3.2.1 水,GB/T 6682 中二级。

3.2.2 三氯甲烷。

3.2.3 甲醇。

3.2.4 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})$ 约 0.45 mol/L]:18 g 氢氧化钠溶于 1 000 mL 水中。

3.2.5 磷酸:85%。

3.2.6 HPLC 流动相: $V(\text{水})(3.2.1)+V(\text{乙腈})(\text{用前过 } 0.45 \mu\text{m 滤膜})=65+35$,用前超声脱气。

3.2.7 苯巴比妥标准溶液

3.2.7.1 储备液:准确称取 100.00 mg 苯巴比妥标准品(含 $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{O}_3\text{N}_2$ 不少于 98.5%)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇(3.2.3)溶解,并定容至刻度,该溶液为每毫升含苯巴比妥 2 000 μg 。储于冰箱中,有效期半年。

3.2.7.2 工作液:用微量移液器移取储备液(3.2.7.1)500 μL ,用甲醇(3.2.3)定容于 50 mL 容量瓶,该溶液为每毫升含苯巴比妥 20.00 μg ,储存于冰箱中备用。

3.2.7.3 标准系列:用移液器移取工作液(3.2.7.2)1.0、2.0、5.0、10.00、15.00 mL 于 50 mL 容量瓶,以甲醇(3.2.3)稀释定容,该标准溶液系列中苯巴比妥的相应浓度为 0.40、0.80、2.00、4.00、6.00 $\mu\text{g/mL}$,储存于冰箱中备用。

3.3 仪器与设备

3.3.1 实验室常用仪器设备。

3.3.2 分析天平:感量 0.000 1 g。