



中华人民共和国国家标准

GB/T 17813—2018
代替 GB/T 17813—1999

添加剂预混合饲料中烟酸与叶酸的测定 高效液相色谱法

Determination of nicotinic acid and folic acid in premix—
High performance liquid chromatography

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 17813—1999《复合预混料中烟酸、叶酸的测定 高效液相色谱法》。

本标准与 GB/T 17813—1999 相比,除编辑性修改外,主要技术内容修改如下:

- 修改了方法的检测限,增加了定量限(见第 1 章,1999 年版的第 1 章);
- 修改了标准名称;
- 修改了烟酸、叶酸测定原理(见第 3 章和第 4 章,1999 年版的第 3 章);
- 修改了烟酸和叶酸的提取液组成(见第 3 章和第 4 章,1999 年版的 4.6);
- 修改了烟酸和叶酸流动相与色谱条件(见 3.2.7、3.5.2 和 4.5.2,1999 年版的 7.2.1.1);
- 修改了烟酸标准溶液的配制方法(见 3.2.9,1999 年版的 4.5.1);
- 复合预混合饲料提取方法中,增加了二水合乙二胺四乙酸二钠(EDTA)使用(见 3.5.1.2 和 4.5.1.2,1999 年版的 7.1);
- 增加了烟酸、叶酸的标准色谱图(见附录 A)。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心(北京)]。

本标准主要起草人:李兰、贾铮、索德成。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 17813—1999。

添加剂预混合饲料中烟酸与叶酸的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了添加剂预混合饲料中烟酸、叶酸含量测定的高效液相色谱法。

本标准适用于维生素预混合饲料及复合预混合饲料中烟酸、叶酸的测定。

烟酸的检测限为 100 mg/kg,定量限为 300 mg/kg;叶酸的检测限为 15 mg/kg,定量限为 50 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

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

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 烟酸的测定

3.1 原理

试样中烟酸用酸性甲醇水溶液提取,采用高效液相色谱仪分离,紫外检测,外标法定量。

3.2 试剂或溶液

除特殊注明外,本标准所用试剂均为分析纯,水符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

3.2.1 冰乙酸:优级纯。

3.2.2 庚烷磺酸钠:色谱纯。

3.2.3 三乙胺:优级纯。

3.2.4 甲醇:色谱纯。

3.2.5 0.1% 三氟乙酸溶液:移取 1 mL 三氟乙酸于 1 000 mL 水中。

3.2.6 提取液:称取 50 mg 二水合乙二胺四乙酸二钠(以下简称 EDTA)溶于约 800 mL 水中,加入 20 mL 冰乙酸(3.2.1)、5 mL 三乙胺(3.2.3),混匀后与 200 mL 甲醇混合,该溶液 pH 值约为 3~4。

3.2.7 流动相:称取 1.1 g 庚烷磺酸钠(3.2.2)、50 mg EDTA 溶于约 1 000 mL 水中,加入 20 mL 冰乙酸(3.2.1)、5 mL 三乙胺(3.2.3),混匀,用冰乙酸、三乙胺调节溶液 pH 值为 4.0,过 0.45 μm 滤膜。取上述溶液 800 mL 与 200 mL 甲醇(3.2.4)混合,备用。

3.2.8 烟酸标准品:烟酸含量 \geq 98.0%。

3.2.9 烟酸标准储备溶液:准确称取 0.1 g(精确到 0.000 1 g)烟酸标准品(3.2.8),置于 100 mL 棕色容量瓶中,加水使其溶解,并加入 1 mL 0.1%三氟乙酸溶液(3.2.5),用水定容至刻度,摇匀。该标准储备液中烟酸含量约为 1 mg/mL,2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期为 6 个月。

3.2.10 烟酸标准工作液:根据试样种类(维生素预混合饲料、复合预混合饲料)调整稀释倍数,使标准