

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 23873—2009

饲料中马杜霉素铵的测定

Determination of maduramicin ammonium in feeds

2009-05-26 发布

2009-10-01 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

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

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:农业部饲料质量监督检验测试中心(济南)。

本标准主要起草人:梁萌、汤文利、任爱丽、赵金毅、黄莹、李永山、刘学江。

饲料中马杜霉素铵的测定

1 范围

本标准规定了测定饲料中马杜霉素铵含量的高效液相色谱法(HPLC)和液相色谱-质谱法(LC-MS)。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料。HPLC法为定量测定方法,定量限为1 mg/kg。LC-MS法为定性测定方法,最低检测含量为0.5 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 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 采样

3.1 采样步骤:按 GB/T 14699.1 的规定执行。

3.2 试样的制备:按 GB/T 20195 的规定执行。

4 HPLC 法

4.1 原理

用乙腈提取饲料中的马杜霉素铵,蒸干提取液用乙腈溶解,用对-二甲氨基苯甲醛溶液进行柱后衍生,HPLC测定。

4.2 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.2.1 水,GB/T 6682,一级。

4.2.2 甲醇:色谱纯。

4.2.3 乙腈:色谱纯。

4.2.4 四氢呋喃:色谱纯。

4.2.5 磷酸二氢钾:优级纯。

4.2.6 磷酸:优级纯。

4.2.7 对-二甲氨基苯甲醛:纯度99%。

4.2.8 硫酸:优级纯。

4.2.9 磷酸-磷酸二氢钾缓冲溶液(pH3.0):准确称取2.04 g磷酸二氢钾(4.2.5),加900 mL水溶解,加磷酸(4.2.6)数滴调节pH至3.0,转移到1 000 mL容量瓶中,用水定容、摇匀。

4.2.10 流动相:磷酸-磷酸二氢钾缓冲溶液(4.2.9)+四氢呋喃(4.2.4)+甲醇(4.2.2)=100+40+860。

4.2.11 对-二甲氨基苯甲醛衍生化溶液:准确称取16 g对-二甲氨基苯甲醛(4.2.7)于1 000 mL棕色试剂瓶中,加入400 mL甲醇(4.2.2),在磁力搅拌器上搅拌至完全溶解后,逐滴加入8 mL硫酸(4.2.8),继续搅拌至溶液均匀,冷却至室温,24 h内使用。