

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 14702—2002
代替 GB/T 14702—1993

饲料中维生素 B₆ 的测定 高效液相色谱法

Determination of vitamin B₆ in feeds—
High-performance of liquid chromatography

2002-10-31 发布

2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准修订了 GB/T 14702—1993《饲料中维生素 B₆ 的测定方法》，较修订前具有高效、快捷、准确的特点。本标准参考“化学分析协会”第六十七期发表的《复合预混料中抗坏血酸、烟酰胺、吡哆醇、硫胺素及核黄素的液相色谱分析方法》而制定。

本标准与 GB/T 14702—1993 的主要技术差异：标准规定了高效液相色谱法测定饲料中的维生素 B₆，确定了试样的提取条件、色谱条件、重复性要求；确定了适用范围为维生素 B₆ 含量大于 30 mg/kg 的复合预混合饲料及维生素预混合饲料。

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（北京）。

本标准主要起草人：李兰、陈必芳、索德成、杨文军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：GB/T 14702—1993。

饲料中维生素 B₆ 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仪测定饲料中维生素 B₆ 含量的方法。

本标准适用于维生素 B₆ 含量大于 30 mg/kg 的复合预混合饲料、维生素预混合饲料的测定。

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 饲料采样方法

3 原理

试样中维生素 B₆ 经酸性提取液超声提取后,注入高效液相色谱仪反相色谱系统中进行分离,用紫外检测器(或二极管矩阵检测器)检测,外标法计算维生素 B₆ 的含量。

4 试剂和溶液

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水,色谱用水为去离子水,符合 GB/T 6682.1 中一级用水规定。

4.1 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)。

4.2 庚烷磺酸钠(PICB₇),优级纯。

4.3 冰乙酸,优级纯。

4.4 三乙胺,色谱纯。

4.5 甲醇,色谱纯。

4.6 盐酸溶液, $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.7 提取液:在已装入约 700 mL/L 去离子水的 1 000 mL 容量瓶中,加入 50 mg EDTA(4.1)待全部溶解后,加入 25 mL 冰乙酸(4.3)、5 mL 三乙胺(4.4),用去离子水定容至刻度摇匀。取 860 mL 上述溶液与 140 mL 甲醇混合,即得。

4.8 流动相:在已装入约 700 mL 去离子水的 1 000 mL 容量瓶中,称入 50 mg(精确至 0.001 g)EDTA(4.1)、1.1 g(精确至 0.001 g)庚烷磺酸钠(4.2),待全部溶解后加入 25 mL 冰乙酸(4.3)、5 mL 三乙胺(4.4),用去离子水定容至刻度摇匀。用冰乙酸、三乙胺调节该溶液 pH 至 3.40 ± 0.02 ,过 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜。取该溶液 860 mL 与 140 mL 甲醇(4.5)混合,超声脱气,待用。

4.9 维生素 B₆ 标准溶液:

a) 维生素 B₆ 标准贮备液:准确称取维生素 B₆ 0.050 0 g 于 100 mL 棕色容量瓶中,加盐酸溶液(4.6)约三分之二体积,超声 15 min,待全部溶解后,用盐酸溶液(4.6)定容至刻度。此溶液浓度为 $500 \mu\text{g/mL}$,冰箱 4℃ 避光保存,可使用 3 个月。