

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 8381.9—2005

饲料中氯霉素的测定 气相色谱法

Determination of chloramphenicol in feed—
Gas chromatography

2005-09-05 发布

2006-02-01 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

本标准参考美国 FDA《分析化学指导手册》(1991 年版)残留化学部分、SN 0341—1995《出口肉及肉制品中氯霉素残留量检验方法》和 SN 0215—1993《出口禽肉中氯霉素残留量检验方法》及相关文献,提出了饲料中氯霉素的气相色谱测定法。

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出。

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:高生、范理、田静、李玉芳、王彤。

饲料中氯霉素的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定饲料中氯霉素的方法。

本标准适用于配合饲料、添加剂预混合饲料中氯霉素的测定,方法最低检出限为 0.005 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

3 原理

试样中的氯霉素用乙酸乙酯提取,取部分提取液用氮气吹去乙酸乙酯后,残渣用甲醇/氯化钠溶液溶解,与正己烷液-液分配除去油脂及脂溶物,再用乙酸乙酯提取氯霉素,吹干, C_{18} 小柱净化,经衍生剂衍生后用配有电子捕获检测器的气相色谱仪检测。

4 试剂与材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.1 水,符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

4.2 甲醇。

4.3 乙酸乙酯。

4.4 正己烷。

4.5 环己烷。

4.6 正己烷-环己烷溶液:取 300 mL 环己烷加 200 mL 正己烷。

4.7 三氯甲烷。

4.8 乙腈溶液

4.8.1 取 5.0 mL 乙腈加水 95 mL;

4.8.2 吸取乙腈 50 mL 加水 50 mL。

4.9 氯化钠。

4.10 4%氯化钠溶液:称取 40.0 g 氯化钠(4.9)加水溶解定容到 1000 mL。

4.11 氯化钠甲醇溶液:取 200 mL 甲醇(4.2)加氯化钠溶液(4.10)800 mL。

4.12 吡啶。

4.13 六甲基二硅烷。

4.14 氯化三甲基硅烷。

4.15 衍生剂:取六甲基二硅烷(4.13)3 份,加氯化三甲基硅烷(4.14)1 份,加吡啶(4.12)9 份。

4.16 氯霉素标准品:纯度大于 98%。

4.17 氯霉素标准溶液

4.17.1 标准贮备液:准确称取 20.0 mg 氯霉素(4.16)用甲醇溶解,定容到 100 mL,该溶液氯霉素浓度