

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 23741—2009

饲料中 4 种巴比妥类药物的测定

Determination of four kinds of barbiturates in feeds

2009-05-12 发布

2009-09-01 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

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。

本标准主要起草单位: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:李俊玲、李会荣、强莉、刘继明、门晓冬、李宏、杨志强。

饲料中 4 种巴比妥类药物的测定

1 范围

本标准规定了饲料中巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥的高效液相色谱测定方法和液相色谱-串联质谱测定法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中 4 种巴比妥类药物的测定。高效液相色谱测定方法定量限为 1 mg/kg,液相色谱-串联质谱方法定量限为 0.05 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 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 14699.1 饲料 采样(GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(GB/T 20195—2006,ISO 6498:1998,IDT)

3 方法原理

试样中的 4 种巴比妥类药物用三氯甲烷提取、过滤,滤液吹干后溶解过固相萃取小柱净化,洗脱液蒸干后用甲醇水溶解,在高效液相色谱仪上分离、测定,或在高效液相色谱-串联质谱仪上测定,外标法定量。

4 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,实验室用水符合 GB/T 6682 一级水的规定。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 三氯甲烷。

4.4 二氯甲烷。

4.5 2%甲醇水溶液:取 2 mL 甲醇与 98 mL 水混合。

4.6 甲醇水溶液:1+1。

4.7 乙腈水溶液:30+70。

4.8 磷酸盐缓冲液: $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mmol/L}$, $\text{pH} = 6.0$ 。称取 14.2 g 的无水磷酸氢二钠(Na_2HPO_4),加水定容至 1 000 mL,摇匀;另称取 15.6 g 的磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加水定容至 1 000 mL,摇匀。取上述两种溶液按 123+877 的比例混匀即可。

4.9 流动相:甲醇+水=45+55。

4.10 巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.11 标准贮备液:准确称取巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥标准品各 25 mg,分别用甲醇(4.1)溶解,定容至 25 mL,配成浓度为 1 mg/mL 的标准贮备液。2℃~8℃冷藏保存,有效期三个月。

4.12 混合标准中间液:准确移取巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥贮备液(4.11)各 5 mL,用甲醇(4.1)定容至 50 mL,该混合溶液中巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥和司可巴比妥的浓度均为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。2℃~8℃冷藏保存,有效期一个月。