



中华人民共和国国家标准

GB/T 18872—2017
代替 GB/T 18872—2002

饲料中维生素 K₃ 的测定 高效液相色谱法

Determination of vitamin K₃ in feeds—
High performance liquid chromatography

2017-11-01 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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 18872—2002《饲料中维生素 K₃ 的测定 高效液相色谱法》。与 GB/T 18872—2002 相比,主要技术内容变化如下:

- 适用范围补充了精料补充料;增加饲料添加剂维生素 K₃ 的品种,即本方法还适用于以亚硫酸氢烟酰胺甲萘醌和二甲基嘧啶醇亚硫酸甲萘醌形式添加的维生素 K₃。
- 范围中明确了维生素 K₃ 的含量以甲萘醌计,测量范围 2 mg/kg 以上修改为定量限 0.4 mg/kg。
- 改进样品的提取方法,由氨水水解改为碳酸钠溶液水解。
- 增加了亚硫酸氢钠甲萘醌、亚硫酸氢烟酰胺甲萘醌、二甲基嘧啶醇亚硫酸甲萘醌与甲萘醌之间的转换系数。

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)]、广州爱保农饲料有限公司、中牧实业股份有限公司。

本标准主要起草人:赵小阳、刘志英、朱高群、汪忠艳、郭红双。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 18872—2002。

饲料中维生素 K₃ 的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了饲料中维生素 K₃ (亚硫酸氢钠甲萘醌、亚硫酸氢烟酰胺甲萘醌、二甲基嘧啶醇亚硫酸甲萘醌,以甲萘醌计)含量测定的高效液相色谱方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料和精料补充料中维生素 K₃ 的测定。方法的定量限为 0.4 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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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 原理

试样经三氯甲烷和碳酸钠溶液提取并转化成游离甲萘醌,经反相 C₁₈ 柱分离,紫外检测器检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,本标准所有试剂均为分析纯试剂,试验用水符合 GB/T 6682 中三级用水规定,色谱用水符合 GB/T 6682 中一级用水规定,溶液按照 GB/T 603 配制。

4.1 三氯甲烷。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 无水碳酸钠。

4.4 碳酸钠溶液: $c=1\text{ mol/L}$,称取无水碳酸钠(4.3)10.6 g,加 100 mL 水溶解,摇匀。

4.5 无水硫酸钠。

4.6 硅藻土。

4.7 硅藻土和无水硫酸钠混合物:称取 3 g 硅藻土与 20 g 无水硫酸钠混匀。

4.8 甲萘醌标准品:含量 $\geq 96\%$ 。

4.9 甲萘醌标准贮备液:称取甲萘醌标准品(4.8)约 50 mg(精确至 0.000 01 g)于 100 mL 棕色容量瓶中,用甲醇溶解,稀释至刻度,混匀。该贮备液浓度约为 500 $\mu\text{g/mL}$, $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 保存,有效期一年。

4.10 甲萘醌标准工作液:准确吸取 1.00 mL 甲萘醌标准贮备液(4.9)于 100 mL 棕色容量瓶中,用甲醇溶解,稀释至刻度,混匀。该工作液浓度约为 5 $\mu\text{g/mL}$, $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 保存,有效期 3 个月。