

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 727—2003

饲料中呋喃唑酮的测定 高效液相色谱法

**Determination of furazolidone in feeds—
High performance liquid chromatography**

(ISO 14797, Animal feeding stuffs—Determination of furazolidone content—method using high-performance liquid chromatography, MOD)

2003-12-01 发布

2004-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准修改采用 ISO 14797:1999(E)《高效液相色谱法测定饲料中呋喃唑酮含量》(英文版)。

本标准根据 ISO 14797:1999(E)重新起草。

考虑到我国国情和实验室设备状况,在采用 ISO 14797:1999(E)时,本标准做了一些修改。有关技术性差异和编辑性修改已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 B 中给出了这些技术性差异及编辑性修改的一览表以供参考。

本标准的附录 A、附录 B 均为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家饲料产品质量监督检验中心(北京),参加起草单位:农业部饲料工业中心。

本标准主要起草人:闫惠文、杨曙明、赵小阳、王彤、杨文军。

饲料中呋喃唑酮的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了高效液相色谱(HPLC)法测定配合饲料、预混合饲料及浓缩饲料中呋喃唑酮的方法。本标准可用于含 10 mg/kg~5 000 mg/kg 呋喃唑酮的配合饲料和含量为 0.5%~20%的预混合饲料及浓缩饲料。

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

配合饲料以少量水湿润,用乙腈和甲醇的混合液将呋喃唑酮提取出来,预混合饲料和浓缩饲料直接用乙腈和甲醇的混合液将呋喃唑酮提取出来,提取液经氧化铝短柱净化,用稀释液稀释后在反相—HPLC上分离,紫外检测器 365 nm 处测定。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯或色谱纯的试剂。

4.1 水:符合 GB/T 6682 一级用水的规定。

4.2 提取剂:乙腈:甲醇=1:1。充分混匀,使用前放至室温。

4.3 稀释剂:将 350 mL 提取剂(4.2)与 650 mL 水(4.1)混合。

4.4 10%乙酸溶液:将 10 mL 冰乙酸用水稀释至 100 mL。

4.5 乙酸钠缓冲液, $c(\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Na})=0.01 \text{ mol/L}$, $\text{pH}=6.0$ 。

用约 700 mL 水溶解 0.82 g 乙酸钠,用乙酸溶液(4.4)将 pH 调至 6.0,加水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.6 HPLC 流动相:取 800 mL 乙酸钠缓冲液(4.5)和 200 mL 乙腈,混合均匀,通过 0.2 μm 的滤膜过滤,用前超声脱气 10 min。

4.7 呋喃唑酮标准物:N-(5-硝基-2-呋喃甲叉)-3-氨基-2-噁唑烷酮。

注意:由于呋喃唑酮对光十分敏感,所有操作都应在避光条件下操作,操作时还应避免吸入、接触有毒的呋喃唑酮标准物和溶液,配制溶液要在通风橱内进行,工作注意带眼镜、穿工作服防护。

4.8 呋喃唑酮贮备液(约 250 $\mu\text{g/mL}$):称取 25 mg \pm 1 mg 呋喃唑酮标准物(4.7),准确至 0.1 mg,用提取液(4.2)溶解,稀释至 100 mL,混匀,贮于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中。计算溶液浓度时要计入标准物的纯度。溶液有效期一个月。

4.9 呋喃唑酮工作液(约 5 $\mu\text{g/mL}$ 和 12.5 $\mu\text{g/mL}$):准确吸取 2.0 mL 和 5.0 mL 贮备液(4.8)分别置于 100 mL 容量瓶中,加 65 mL 水,用提取液(4.2)稀释至刻度并混匀,每批样品均需制备新鲜的工