

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 724—2003

饲料中拉沙洛西钠的测定 高效液相色谱法

Determination of lasalocid in feeds—
High performance liquid chromatography

2003-12-01 发布

2004-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准是在参阅了美国全国饲料协会(NFIA)推荐的通用分析方法及国内外大量文献的基础上,根据我国技术发展水平研究制定的,采用了高效液相色谱(HPLC)-荧光检测法。

本标准由中华人民共和国农业部和全国饲料工业标准化技术委员会提出。

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:国家兽药评价中心(中国农业大学动物医学院)。

本标准主要起草人:沈建忠、张素霞、刘金凤、芮于明。

饲料中拉沙洛西钠的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了检测动物饲料中拉沙洛西钠含量的高效液相色谱方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中拉沙洛西钠含量的测定。本方法检测限为 5 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,其随后所有修改单(不包括勘误内容)或修改版均不适合本标准,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最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用本标准。

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 方法原理

用甲醇提取试样中的拉沙洛西钠,以磷酸盐缓冲液-乙腈-甲醇作为流动相,用高效液相色谱——荧光检测法分离测定。

4 试剂和溶液

除非另有说明,本法所用试剂均为分析纯,水为去离子水,符合 GB/T 6682 二级用水的规定。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 磷酸盐缓冲液(pH=7):准确称取 3.121 g 磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和 7.164 g 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$),分别用水溶解,定容至 1 000 mL,得到浓度 $c(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.02 \text{ mol/L}$ 磷酸二氢钠溶液(A液)和浓度 $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O})=0.02 \text{ mol/L}$ 磷酸氢二钠溶液(B液)。将 A 液与 B 液按 3.9+6.1 的比例混合,配制成磷酸盐缓冲液(调 pH=7)。

4.4 拉沙洛西钠标准液:

4.4.1 拉沙洛西钠标准贮备液:准确称取拉沙洛西钠标准品(纯度 $\geq 98\%$)0.100 0 g,置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解,定容,其浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的储备液,置 4℃ 冰箱中保存。

4.4.2 拉沙洛西钠标准工作液:分别准确吸取一定量的标准贮备液(4.4.1),置于 10 mL 容量瓶中,用甲醇稀释、定容,配制成浓度为 2.5 $\mu\text{g/mL}$, 5.0 $\mu\text{g/mL}$, 7.5 $\mu\text{g/mL}$, 10.0 $\mu\text{g/mL}$, 12.5 $\mu\text{g/mL}$, 17.5 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。

5 仪器和设备

实验室常用仪器、设备。

5.1 高效液相色谱仪:配荧光检测器。

5.2 离心机。

5.3 振荡器。