

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

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

2002-10-31 发布

2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

饲料中维生素K₃的测定

高效液相色谱法

GB/T 18872—2002

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

<http://www.bzcbs.com>

电话:63787337、63787447

2003年3月第一版 2004年11月电子版制作

*

书号: 155066·1-19187

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准在查阅国内外文献的基础上,参考《美国全国饲料协会(NFIA)分析方法概要》发表的方法《高效液相色谱法(HPLC)测定全价饲料、预混料和维生素浓缩制剂中的维生素 K₃》而制定。

本标准在技术内容上参考国外方法,其方法原理、基本操作步骤相同;对范围、称样量、试样提取条件、高效液相色谱测定条件进行了改进,并做了明确规定。

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提出并归口。

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:陈必芳、赵晓阳。

饲料中维生素 K₃ 的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱仪测定饲料中维生素 K₃ 含量的方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、复合预混合饲料和维生素预混合饲料中维生素 K₃ (亚硫酸氢钠甲萘醌) 的测定。测量范围为每千克样品中含维生素 K₃ 在 2.0 mg 以上。

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

用三氯甲烷氨溶液提取维生素 K₃ 并转化成游离甲萘醌,蒸发三氯甲烷,残渣溶解于甲醇中。用高效液相色谱测定,维生素 K₃ (甲萘醌) 经反相 C₁₈ 柱得到分离,紫外检测器检测,外标法计算。若以亚硫酸氢钠甲萘醌计需乘以校正系数。

4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.1 水,GB/T 6682 一级用水或相当纯度的超纯水。

4.2 三氯甲烷。

4.3 甲醇,色谱纯。

4.4 氢氧化氨 25%。

4.5 硅藻土(宾式盐)和无水硫酸钠混合物:3+20(按质量)混合。

4.6 甲萘醌,纯度 99.9%(作校准用)。

4.7 标准溶液:

a) 标准贮备液:称取约 50 mg 甲萘醌纯品(4.6)准确至±0.1 mg,溶于 50 mL 甲醇(4.3)中,其贮备液浓度为每毫升含甲萘醌 1 mg,贮于棕色容量瓶中,在≤4℃冰箱中保存一周是稳定的。

b) 标准工作液:精确吸取甲萘醌标准贮备液[4.7 a)],用甲醇稀释 200 倍,使该标准工作液浓度为每毫升含甲萘醌 5 μg。标准工作液当日配制。

4.8 氮气,99.9%。

5 仪器设备

5.1 实验室常用仪器设备。

5.2 超纯水装置(Millipore 或全磨口玻璃蒸馏器)。