



中华人民共和国国家标准

GB/T 19423—2020
代替 GB/T 19423—2003

饲料中尼卡巴嗪的测定

Determination of nicarbazin in feeds

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 19423—2003《饲料中尼卡巴嗪的测定 高效液相色谱法》，与 GB/T 19423—2003 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了液相色谱-串联质谱测定方法(见第 5 章)；
- 更改了高效液相色谱法的检出限，增加了定量限(见第 1 章，2003 年版的第 1 章)；
- 更改了高效液相色谱法的提取和净化方法(见 4.5.1、4.5.2，2003 年版的 7.1)；
- 更改了高效液相色谱法的试验数据处理(见 4.6，2003 年版的 7.4)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本文件起草单位：广东省农业科学院农产品公共监测中心、浙江省兽药饲料监察所、贵州省兽药饲料检测所。

本文件主要起草人：王威利、丁晨红、张志健、赵贵、万凯、王旭、李亚菲、苏秋权、林雪贤、章厉劼、侯轩、黄晓梅、殷秋妙、梁锐、崔泽锋、谢丽丽、王英。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- GB/T 19423—2003。

饲料中尼卡巴嗪的测定

1 范围

本文件描述了饲料中尼卡巴嗪的高效液相色谱和液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中尼卡巴嗪的测定。

本文件高效液相色谱法中配合饲料、浓缩饲料的检出限为 0.5 mg/kg,定量限为 1 mg/kg,添加剂预混合饲料的检出限为 1 mg/kg,定量限为 2 mg/kg;液相色谱-串联质谱法的检出限为 0.02 mg/kg,定量限为 0.05 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 高效液相色谱法

4.1 原理

试样中的尼卡巴嗪用甲醇-乙腈混合溶液提取,经 MAX 固相萃取小柱净化后,用高效液相色谱仪检测,外标法定量。

4.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.2.1 水:GB/T 6682,一级。

4.2.2 乙腈:色谱纯。

4.2.3 提取溶液:甲醇+乙腈=50+50。

4.2.4 80%乙腈溶液:准确量取 80 mL 乙腈(4.2.2),加水定容至 100 mL,混匀。

4.2.5 氢氧化钠溶液(0.2 mol/L):准确量取 0.8 g 氢氧化钠,用水稀释并定容至 100 mL,混匀。

4.2.6 4%甲酸乙腈溶液:准确量取 4 mL 甲酸,用乙腈(4.2.2)稀释并定容至 100 mL,混匀。

4.2.7 标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取尼卡巴嗪(Nicarbazin, $\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_6$, CAS 号:330-95-0,含量不低于 99%)标准品 10 mg(精确至 0.01 mg)于 10 mL 容量瓶中,加入 2 mL 二甲基亚砜溶解,用乙腈(4.2.2)定容,摇匀,于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 以下保存,有效期为 3 个月。

4.2.8 标准中间溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确量取标准储备溶液(4.2.7)1 mL,置于 10 mL 容量瓶中,用乙