



中华人民共和国国家标准

GB/T 17818—2010
代替 GB/T 17818—1999

饲料中维生素 D₃ 的测定 高效液相色谱法

Determination of vitamin D₃ in feeds—
High-performance liquid chromatography

2010-09-26 发布

2011-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 17818—1999《饲料中维生素 D₃ 的测定 高效液相色谱法》。

本标准与 GB/T 17818—1999 主要差异如下：

——增加资料性附录 A；

——原标准方法为第一法皂化提取法；

——补充第二法直接提取法，适用于维生素预混料中维生素 D₃ 的测定。

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(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)]、北京桑普生物化学技术有限公司、广东爱保农科技有限公司、帝斯曼维生素(上海)有限公司、拜耳(四川)动物保健有限公司。

本标准主要起草人：赵小阳、施文娟、虞哲高、吴革华、李俊玲、李永才、张进、商军、郑秋峰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 17818—1999。

饲料中维生素 D₃ 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 D₃ 的高效液相色谱法测定。

本标准第一法适用于配合饲料、浓缩饲料、复合预混合饲料、维生素预混合饲料中维生素 D₃ 的测定,定量限为 12.5 μg/kg(500 IU/kg)。

本标准第二法适用于维生素预混合饲料中维生素 D₃ 的测定,定量限为 125 mg/kg(5×10^6 IU/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 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 第一法 皂化提取法

3.1 原理

用碱溶液皂化试样,乙醚提取维生素 D₃,蒸发乙醚,残渣溶解于甲醇并将部分溶液注入高效液相色谱反相净化柱,收集含维生素 D₃ 淋洗液,蒸发至干,溶解于适当溶剂中,注入高效液相色谱分析柱,在 264 nm 处测定,外标法计算维生素 D₃ 含量。

3.2 试剂和溶液

除特殊注明外,本标准所用试剂均为分析纯,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。

3.2.1 无水乙醚(不含过氧化物)

3.2.1.1 过氧化物检查方法:用 5 mL 乙醚加 1 mL 碘化钾溶液(3.2.9),振摇 1 min,如有过氧化物则放出游离碘,水层呈黄色,或加淀粉指示液(3.2.10),水层呈蓝色。该乙醚需处理后使用。

3.2.1.2 去除过氧化物的方法:乙醚用硫代硫酸钠溶液(3.2.11)振摇,静置,分取乙醚层,再用水振摇,洗涤两次,重蒸,弃去首尾 5% 部分,收集馏出的乙醚,再检查过氧化物,应符合规定。

3.2.2 无水乙醇。

3.2.3 正己烷:色谱纯。

3.2.4 1,4-二氧六环。

3.2.5 甲醇:色谱纯。

3.2.6 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)。

3.2.7 无水硫酸钠。

3.2.8 氮气(纯度 99.9%)。

3.2.9 碘化钾溶液:100 g/L。