



中华人民共和国国家标准

GB/T 22146—2008

饲料中洛克沙肿的测定 高效液相色谱法

Determination of roxarsone in animal feeds—
High performance liquid chromatography

2008-06-27 发布

2008-10-01 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

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：中国农业大学、农业部饲料效价与安全监督检验测试中心（北京）。

本标准主要起草人：张丽英、王金荣、杨文军、王宗义。

饲料中洛克沙肿的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定饲料中洛克沙肿的含量。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中洛克沙肿的测定。

本标准定量限为 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 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 原理

用磷酸氢二钾溶液作为提取液，用复合阴离子交换柱萃取柱净化后，经反相 C_{18} 柱分离，采用紫外检测器检测，根据洛克沙肿的色谱峰保留时间进行定性，以外标法进行定量分析。

4 试剂和溶液

除特殊注明外，本标准所用试剂均为分析纯。水为符合 GB/T 6682 二级用水规定。

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 磷酸氢二钾溶液(20 g/L)：称取 20 g 磷酸氢二钾(K_2HPO_4)用水溶解，并定容至 1 000 mL。

4.3 硫酸铜溶液(100 g/L)：称取 10 g 硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)用水溶解，并定容至 100 mL。

4.4 固相萃取小柱淋洗液与洗脱液

4.4.1 淋洗液 1：6.80 g/L 乙酸钠-甲醇溶液。称取 6.80 g 乙酸钠($Na_2C_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$)于烧杯中，加入 800 mL 水溶解，用 10% 乙酸调 pH 至 7，加入 53 mL 甲醇，定容至 1 000 mL，4 ℃ 贮存。

4.4.2 淋洗液 2：无水甲醇。

4.4.3 洗脱液：5% 甲酸甲醇溶液，吸取 5 mL 甲酸，用无水甲醇定容至 100 mL。

4.5 流动相

4.5.1 A 液：含 0.1% 甲酸的 6.98 g/L 磷酸二氢钾溶液，称取 6.98 g 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 于烧杯中，用水溶解，加入 1 mL 甲酸溶液，并定容至 1 000 mL。

4.5.2 B 液：无水甲醇。

4.6 洛克沙肿标准溶液

4.6.1 标准贮备液：准确称取洛克沙肿标准品(含量 $\geq 99\%$)500 mg，置于 1 000 mL 棕色容量瓶中，用磷酸氢二钾溶液(4.2)超声溶解，配制成 500 $\mu\text{g/mL}$ 标准贮备液，贮于 4 ℃ 冰箱中。

4.6.2 标准工作液：吸取标准贮备液(4.6.1)0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL 分别至 50 mL 棕色容量瓶中，并用磷酸氢二钾溶液(4.2)稀释至刻度，摇匀。其浓度分别为 2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。