

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4687—2025

混合型饲料添加剂防霉剂中丙酸和
丙酸盐的测定 高效液相色谱法

Determination of propionic acid and propionate in preservatives as feed
additive blender—High performance liquid chromatography

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部 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。

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。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本文件起草单位：四川威尔检测技术股份有限公司、江西省农业技术推广中心、重庆民泰新农业科技发展集团有限公司、通威农业发展有限公司。

本文件主要起草人：张凤枰、张艳红、唐姣、杨发树、万文根、杨梅、符金华、张璐、陶有伦、夏骏、侯玲玲。



混合型饲料添加剂防霉剂中丙酸和丙酸盐 的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了混合型饲料添加剂防霉剂中丙酸和丙酸盐的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于混合型饲料添加剂防霉剂中丙酸和丙酸盐的测定。

本文件丙酸和丙酸盐的检出限为 0.1%，定量限为 0.3%。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的丙酸和丙酸盐用磷酸溶液提取，高效液相色谱仪测定，外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.1 水：GB/T 6682 规定的一级水。

5.2 乙腈：色谱级。

5.3 0.1%磷酸溶液：移取 1.0 mL 磷酸，加水稀释、定容至 1 000 mL，混匀，备用。

5.4 标准储备溶液(10 mg/mL)：称取约 0.5 g(精确至 0.1 mg)丙酸标准品(CAS 号：79-09-4，纯度 \geq 99.0%)于 50 mL 容量瓶中，用 0.1%磷酸溶液(5.3)溶解，定容，混匀。于 2℃~8℃ 保存，有效期 3 个月。

5.5 标准系列溶液：准确移取 0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL 标准储备溶液(5.4)，分别置于 100 mL 容量瓶，用 0.1%磷酸溶液(5.3)稀释、定容，混匀，配制成质量浓度分别为 0.01 mg/mL、0.02 mg/mL、0.05 mg/mL、0.1 mg/mL、0.2 mg/mL、0.5 mg/mL 标准系列溶液。临用现配。

5.6 微孔滤膜：0.45 μ m，水系。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

6.2 分析天平：精度为 0.1 mg。

6.3 超声波清洗器。

7 样品

取代表性的样品 200 g，尽快装入耐酸、耐腐蚀的容器中，立即密封，尽快分析。

8 试验步骤

8.1 试样溶液制备

8.1.1 固体型

平行做 2 份试验。称取 0.5 g(精确至 0.1 mg)试样,置于 100 mL 容量瓶中,立即加入 80 mL 0.1% 磷酸溶液(5.3),加塞,摇匀,超声提取 10 min,取出,冷却至室温,用 0.1% 磷酸溶液(5.3)定容,混匀。准确移取 10 mL 提取液于 100 mL 容量瓶中,用 0.1% 磷酸溶液(5.3)稀释、定容,混匀,过微孔滤膜(5.6),备用。

8.1.2 液体型

平行做 2 份试验。称取约 0.5 g(精确至 0.1 mg)试样,置于 100 mL 容量瓶中,立即用 0.1% 磷酸溶液(5.3)稀释、定容,混匀。准确移取 10 mL 提取液于 100 mL 容量瓶中,用 0.1% 磷酸溶液(5.3)稀释、定容,混匀,过微孔滤膜(5.6),备用。

8.2 测定

8.2.1 高效液相色谱参考条件

高效液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱,柱长 250 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μm,或性能相当者;
- b) 流动相: 乙腈(5.2)+0.1% 磷酸溶液(5.3)=5+95;
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 检测波长: 210 nm;
- e) 进样量: 20 μL;
- f) 柱温: 30 °C。

8.2.2 标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下,分别取标准系列溶液(5.5)和试样溶液(8.1)上机测定。丙酸标准溶液的液相色谱图见附录 A。

8.2.3 定性

以保留时间定性,试样溶液中丙酸色谱峰的保留时间应与质量浓度相当的标准系列溶液中丙酸色谱峰的保留时间一致,其相对偏差在±2.5%之内。

8.2.4 定量

以丙酸的质量浓度为横坐标,色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,其相关系数应不低于 0.999。试样溶液中丙酸的质量浓度应在标准曲线的线性范围内。如超出范围,应将试样溶液用 0.1% 磷酸溶液(5.3)稀释后重新测定。单点校准定量时,试样溶液中待测物的质量浓度与标准溶液质量浓度相差不超过 30%。

9 试验数据处理

试样中丙酸和丙酸盐(以丙酸计)的含量 w 以质量分数计,单位为百分含量(%). 多点校准按公式(1)计算,单点校准按公式(2)计算。

$$w = \frac{\rho \times V \times V_2 \times n}{m \times V_1 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ —— 由标准曲线计算得到的试样溶液中丙酸质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V —— 试样提取溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 —— 试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- n —— 超出线性范围后的稀释倍数;
- V_1 —— 移取提取溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m —— 试样质量的数值,单位为克(g);
- 1 000 —— 换算系数。

$$w = \frac{A \times \rho_s \times V \times V_2 \times n}{A_s \times m \times V_1 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A —— 试样溶液中丙酸色谱峰面积；

A_s —— 标准溶液中丙酸色谱峰面积；

ρ_s —— 丙酸标准溶液的质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留 3 位有效数字。

10 精密度

在重复性条件下，2 次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 5%。

附录 A
(资料性)
丙酸标准溶液液相色谱图

丙酸标准溶液(0.1 mg/mL)液相色谱图见图 A.1。

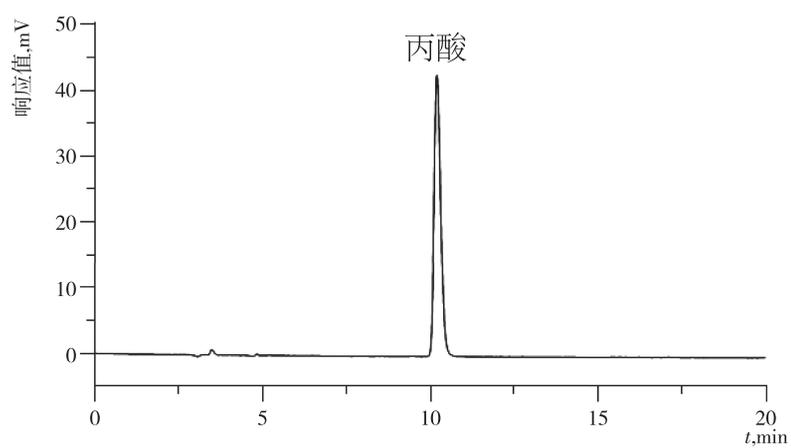


图 A.1 丙酸标准溶液(0.1 mg/mL)液相色谱图