

饲料中磺胺氯吡嗪钠的测定

1、适用范围

适用于饲料中磺胺氯吡嗪钠的检测。（本实验样品采用复合饲料）

参考标准《农业部 1879 号公告-2-2012 饲料中磺胺氯吡嗪钠的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：精确称量 1mg 磺胺氯吡嗪钠样品，用甲醇定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
- 2) 磺胺氯吡嗪钠标准工作液：精确移取储备液 1mL，用甲醇定容至 10mL，即 0.01mg/mL 工作液。
- 3) 流动相 B：0.5%乙酸水溶液：移取 5mL 冰乙酸，用水定容至 1000mL。
- 4) 洗脱液：乙腈+水+冰乙酸=25mL+75 mL +0.5mL。

3、提取步骤

精确称取 2g 样品置于 50mL 的螺口尖底离心管

加入 50mL 乙腈，振荡混匀 2min，超声 20min，5000rpm 下离心 5min，移取上清液 10mL 待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Alumina- B，2g/12mL。

活化：10mL 乙腈，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，抽干，弃去；

洗脱：精确移取 4mL 的洗脱液，收集于 15mL 离心管中抽干并定容至 4mL，经 0.22μm 有机滤头，供液相检测。

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

5、注意事项

加标水平：在 2g 样中加入 100 μ L 0.01mg/mL 的磺胺氯吡嗪钠标准工作液，加标水平 0.5mg/kg，机
度数 0.05mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate[®] XB- C18, 4.6 \times 250mm, 5 μ m

流动相：A-乙腈，B-0.5%乙酸水溶液（梯度）

流速：1.000mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：270nm

时间	%A	%B
0.000	30.0	70.0
15.000	30.0	70.0
15.100	100.0	0.0
25.000	100.0	0.0
25.100	30.0	70.0
35.000	30.0	70.0

7、色谱图或者加标回收率结果

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

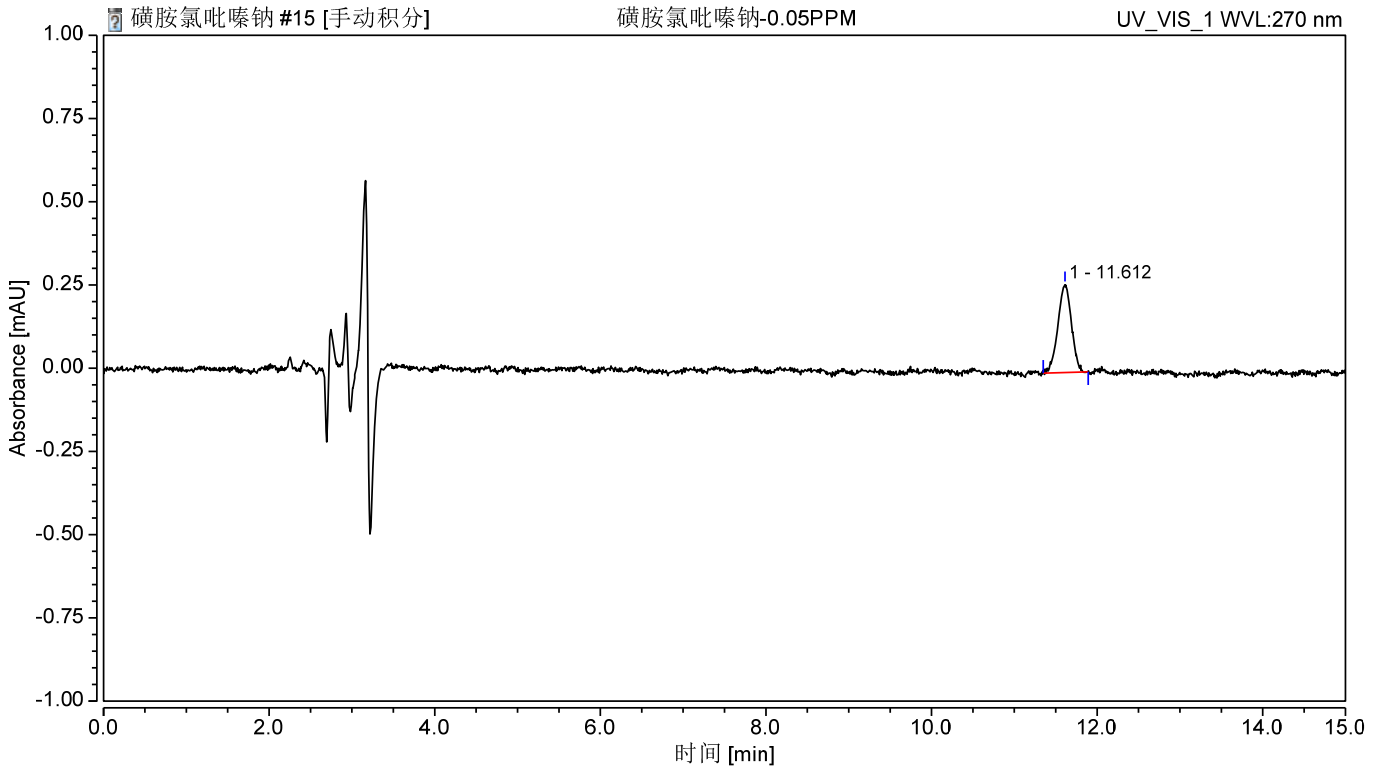


图 1.磺胺氯吡嗪钠 0.05mg/L 标准图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	不对称度	分离度	塔板数
		min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)	(EP)
1	磺胺氯吡嗪钠	11.612	0.050	0.264	100.00	0.90	n. a.	23741

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

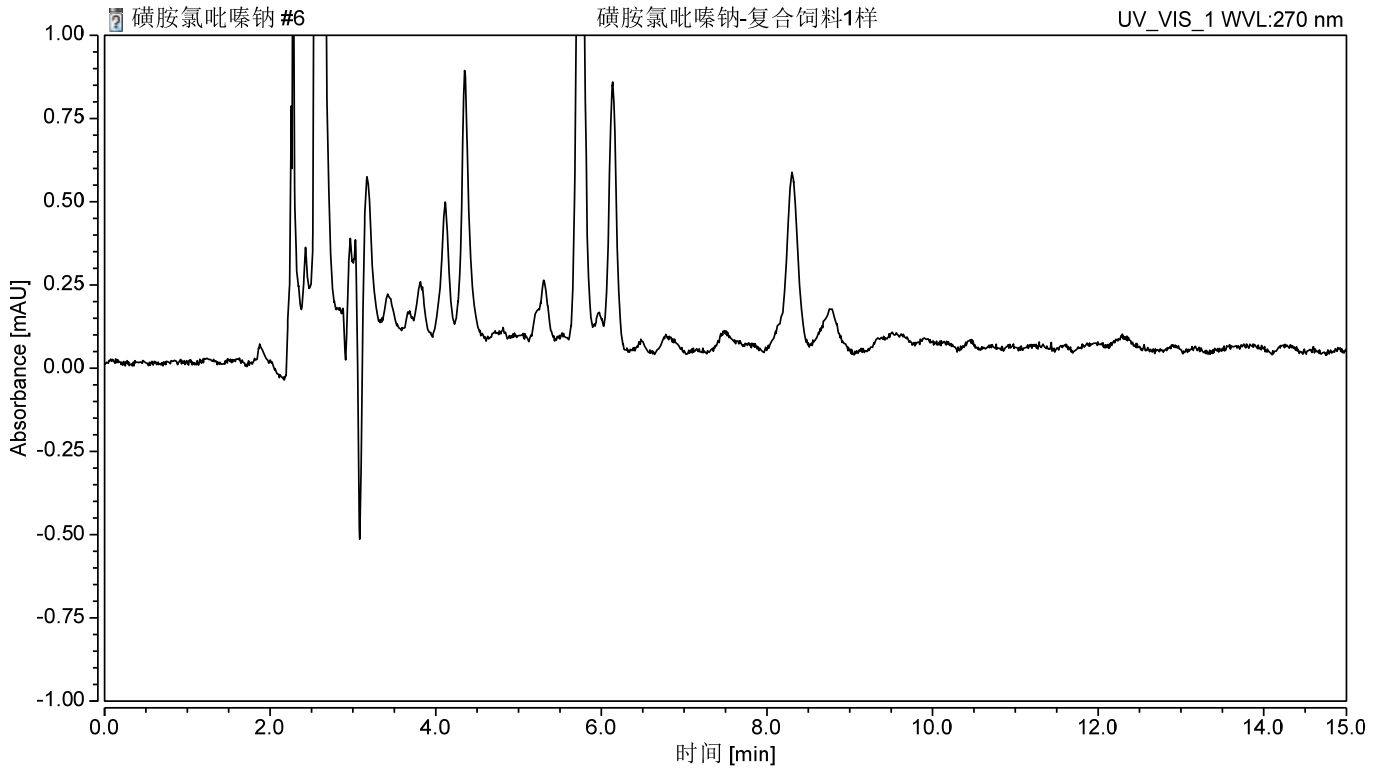


图 2. 复合饲料样品空白图谱

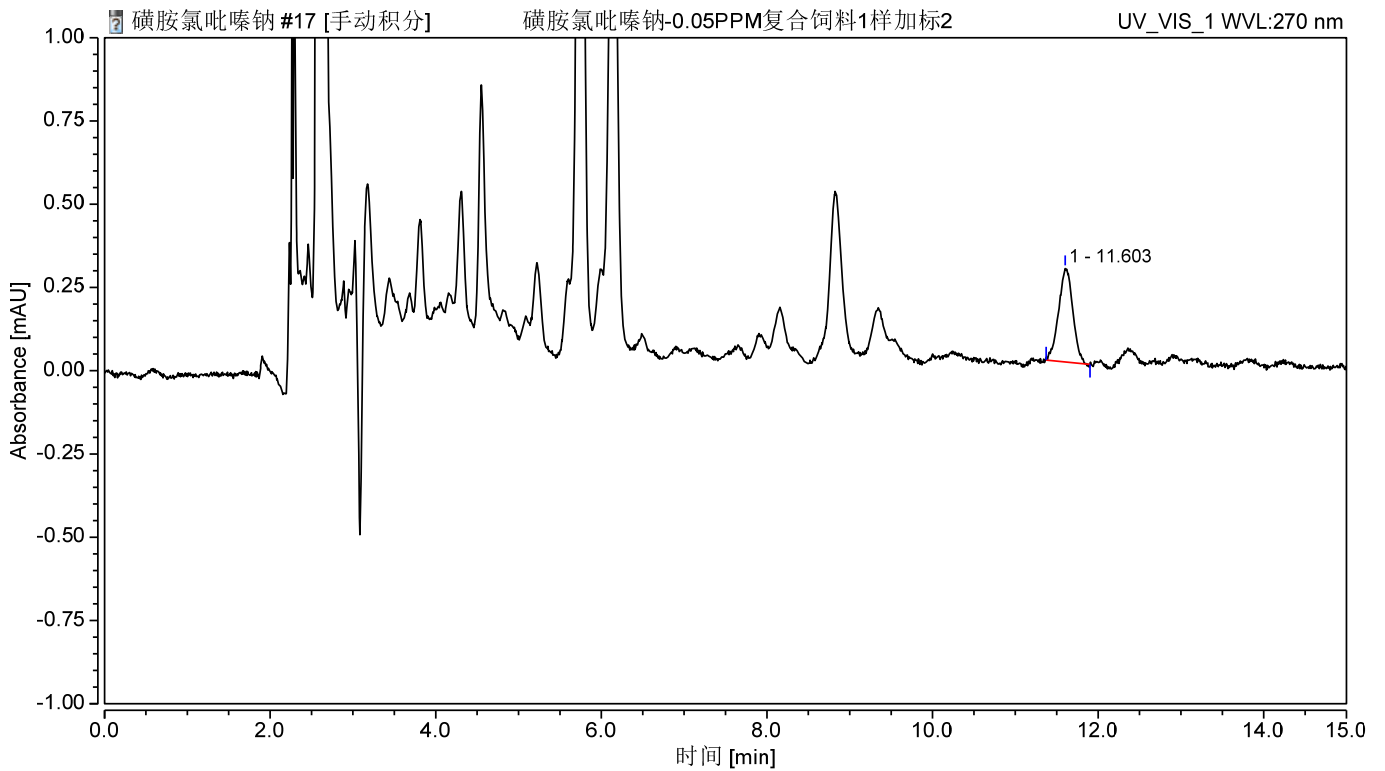


图 3. 复合饲料样加标 0.5mg/kg 过柱图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 1.加标回收表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
磺胺氯吡嗪钠	0.5	109	3.52

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00520-20008	SPE 小柱	Welchrom® Alumina B, 2g/12ml,20pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30013	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate® XB- C18, 4.6×250mm,5µm
	磺胺氯吡嗪钠	CAS: 23307-72-4
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22µm,100pk

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com