

月旭科技 饲料中氯霉素的测定

1、适用范围

适用饲料中氯霉素的测定（本实验采用复合饲料为样品）

参考标准：《农业部 2438 号公告-8-2016 饲料中氯霉素、甲矾霉素和氟苯尼考的测定 液相色谱-串联质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：准确称取氯霉素标准品 1mg，置于 10mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，该浓度为 100 μ g/mL；
- 2) 混合标准工作液：准确移取 1mL 标准贮备液，并用甲醇稀释并定容至 10mL，该浓度为 10 μ g/mL；
- 3) 4%氯化钠溶液：称取氯化钠 20g，用水溶解并定容至 500mL。
- 4) 甲醇-乙腈-水-氨水（15:15:65:5）：量取 15mL 甲醇，15mL 乙腈，65mL 水，5mL 氨水，混匀。
- 5) 5%氨化甲醇：5mL 氨水，用甲醇稀释并定容至 100mL。
- 6) 40%甲醇水：量取 40mL 甲醇，60mL 水，混匀。

3、提取步骤

- 1) 称取 5g 样品于 50mL 离心管中，加入 20mL 乙酸乙酯，涡旋混匀，超声 10min，离心 8000r/min（10min），取上清液于鸡心瓶中；再用 20mL 乙酸乙酯分两次重复提取，合并上清液，加入 0.5mL 氨水，混匀，于 45 $^{\circ}$ C 水浴旋蒸发至近干。

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：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

2) 加入 1.5mL 甲醇，混匀，再加入 3.5mL 4% 氯化钠溶液溶解，转移至 15mL 离心管中，加入 5mL 正己烷振荡，离心 6000r/min (10min)，去除正己烷层；再加入 5mL 正己烷重复操作，最后加入 0.5mL 氨水，混匀，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP 规格：60mg/3mL

活化：3mL 甲醇、3mL 水，弃去；

上样：待净化液 全部上样，控制流速，不宜过快，弃去

淋洗：2mL 水，1mL 甲醇-乙腈-水-氨水溶液，弃去，并抽干小柱

洗脱：3mL 5% 氨化甲醇洗脱，抽干。

45°C 水浴氮气吹干，用 40% 甲醇水定容至 1mL，过 0.22μm 有机滤头，待上机。

5、注意事项

加标水平：2g 样中加入 0.02mL 10μg/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 0.1mg/kg，机读数为 0.2μg/mL。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6*250mm, 5μm

流动相：甲醇-水 (40-60)

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

进样量：20μL

检测波长：280nm

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：321000

E-mail: lingyuyu@welchmat.com

7、色谱图或者加标回收率结果

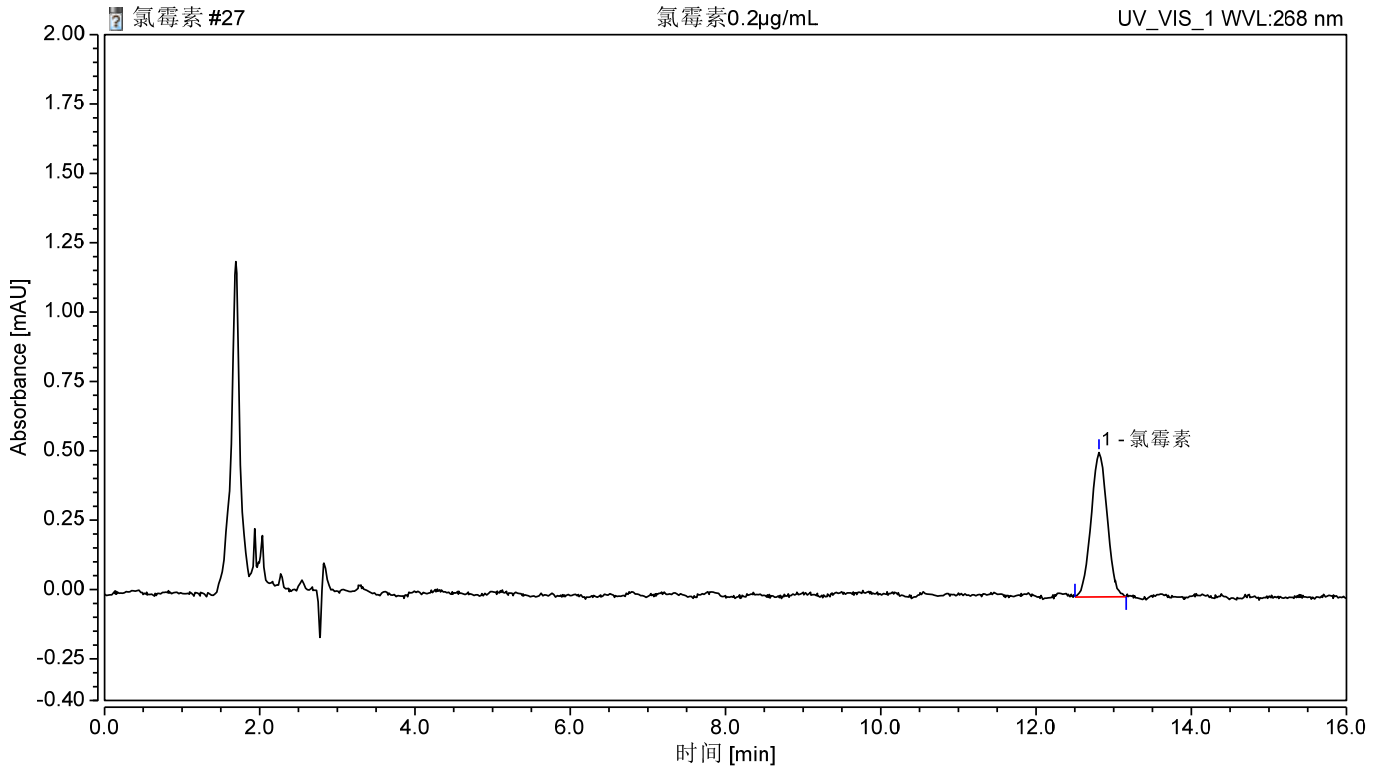


图 1.氯霉素标准品 0.2µg/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	不对称度	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)	(EP)
氯霉素	12.812	0.125	0.521	100	1.03	1.01	n.a.	17656

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: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

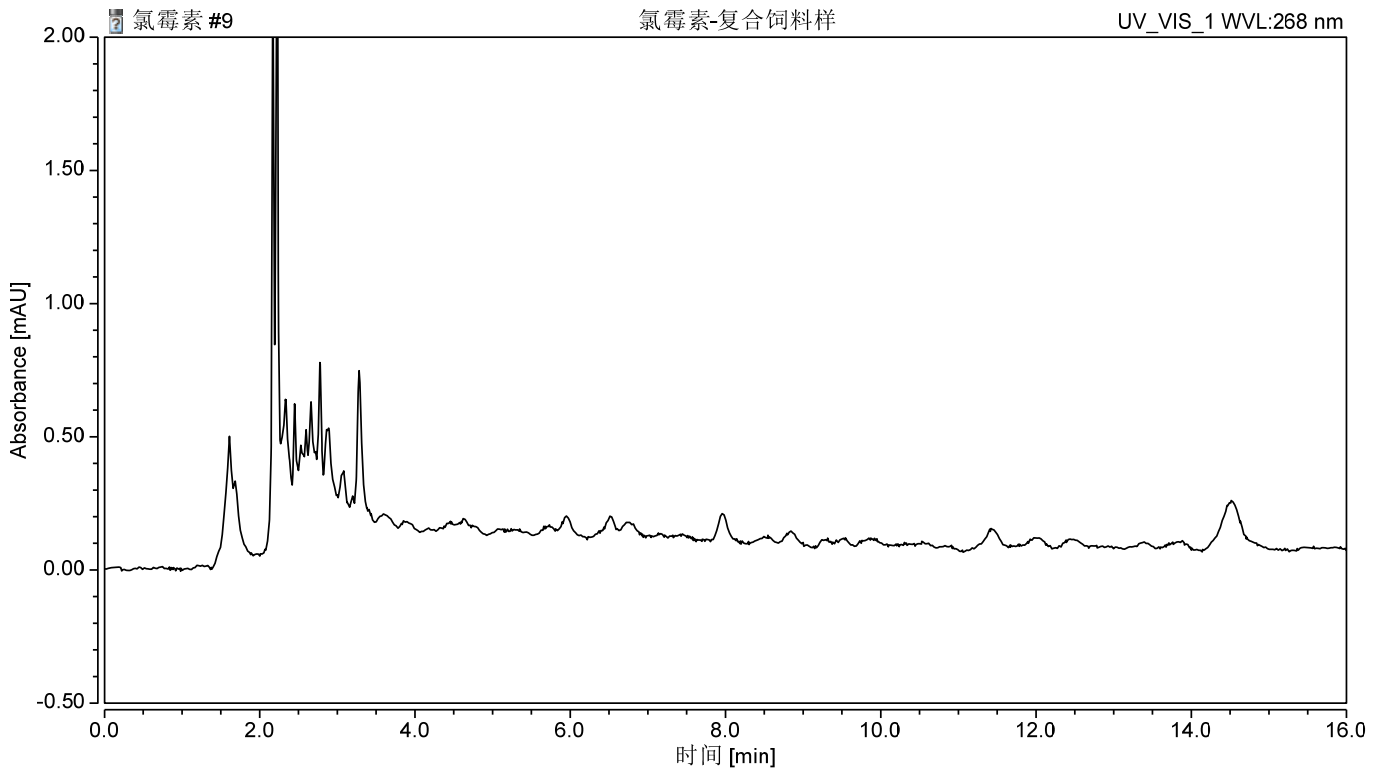


图 2 复合饲料样过柱图谱

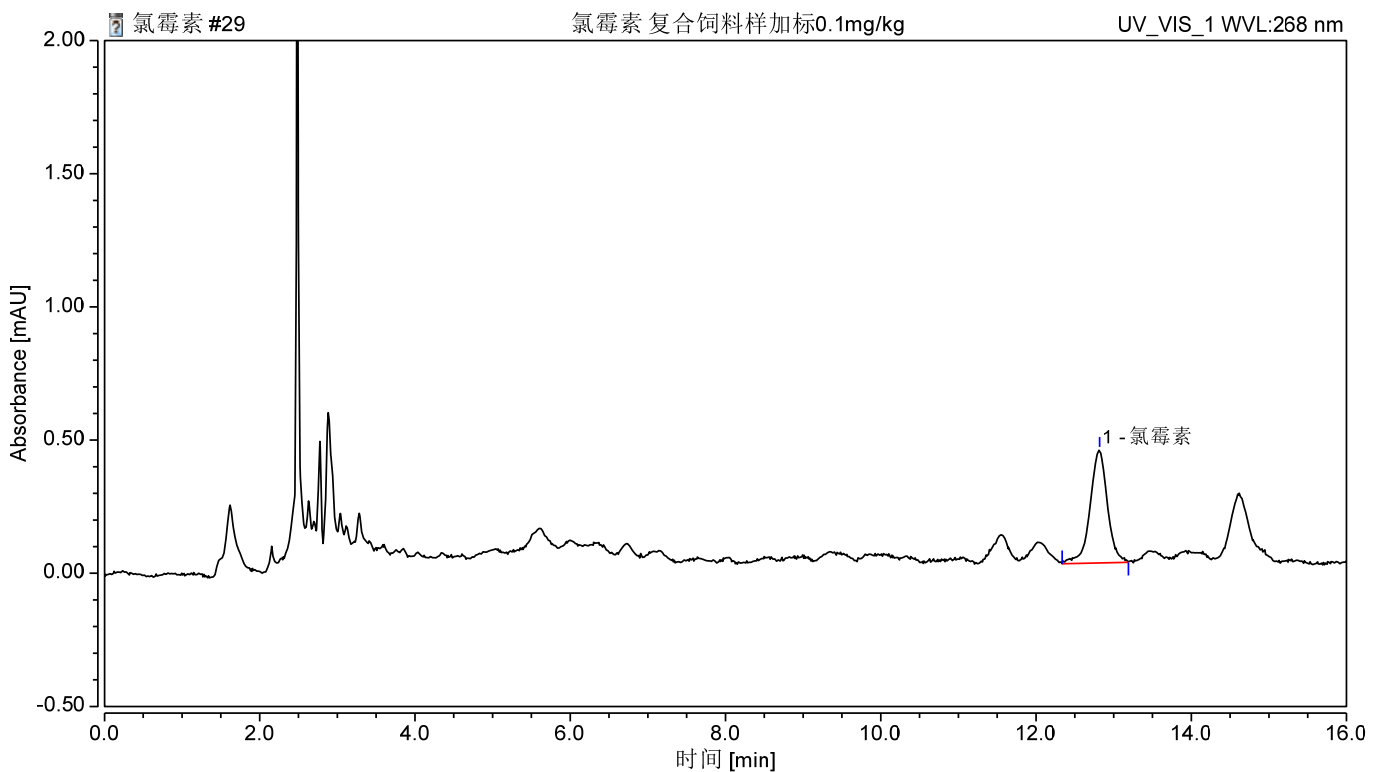


图 3 .复合饲料样加标 0.1mg/kg 图谱

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: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2. 回收表

样品	加标水平	平均回收率(%)	RSD(%)
复合饲料	0.1mg/kg	83%	5.02%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20009	SPE 小柱	Welchrom® BRP,60mg/3mL, 50pk
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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
00826-C113P250	氯霉素标准品	CAS No.:56-75-7,250mg

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:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com