

饲料中氯地孕酮醋酸盐的测定农业部 2086 号公告-2-2014

1、适用范围

本标准规定了饲料中氯地孕酮醋酸盐含量测定的高效液相色谱法(本标准样品为复合饲料)。

参考标准：《农业部 2086 号公告-2-2014 饲料中醋酸氯地孕酮的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

1. 40%甲醇水：取 40mL 甲醇，加水稀释至 100mL。
2. 标准储备液：准确称取标准品 10mg，加少量乙腈溶解，用乙腈定容至 10mL 棕色容量瓶中，保存于-18℃冰箱中（保存期不超过 3 个月）。该氯地孕酮醋酸盐标准储备液浓度为 1mg/mL。
3. 标准工作液：将标准储备液用流动相（乙腈+水=53+47）稀释至 20μg/mL 作为标准工作液。

3、提取步骤

称取试样 2.00g，置于 15mL 离心管中，加入 10mL 乙腈，超声 10min,8000rpm 离心 5min,吸取上清液至 50mL 鸡心瓶，重复提取两次，合并提取液，50℃旋蒸至约 2mL，涡旋振荡 30s 加入 4mL 水，混匀，作为备用液。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP 规格：200mg/6mL

活化：5mL 甲醇，5mL 水，弃去；

上样：备用液全部过柱，滤液弃去；

淋洗：5mL 水，5mL40%甲醇，压干，弃去；

洗脱：10mL 乙腈，收集。

洗脱液在 50℃下氮吹至干，准确加入 2mL 流动相，涡旋溶解，过 0.22μm 有机微孔滤膜，待测。

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：321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

5、注意事项

加标水平：在 2.00g 样中加入 20 μ L 20.0 μ g/mL 喹烯酮标准工作液，加标水平 0.2mg/kg，机读数为 0.2mg/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：水 B：乙腈（等度 A:B=47:53）

流速：1.000mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：285nm

7、色谱图和加标回收率

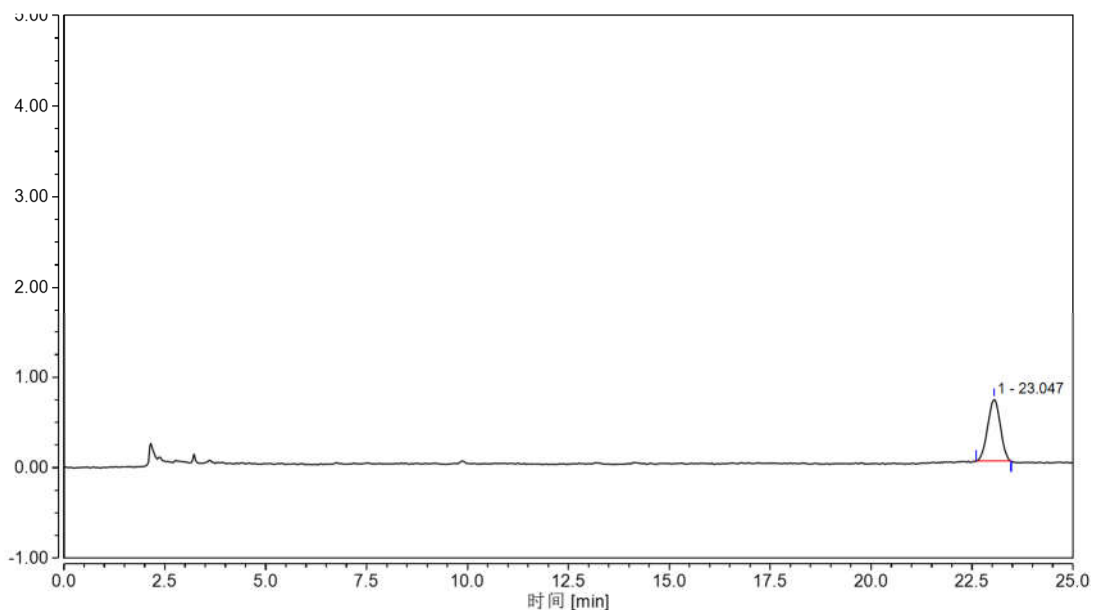


图 1. 氯地孕酮醋酸盐 0.2 μ g/mL 标准图谱

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

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		EP	EP
氯地孕酮醋酸盐	23.102	0.2486	0.69	100	0.99	n.a	23947

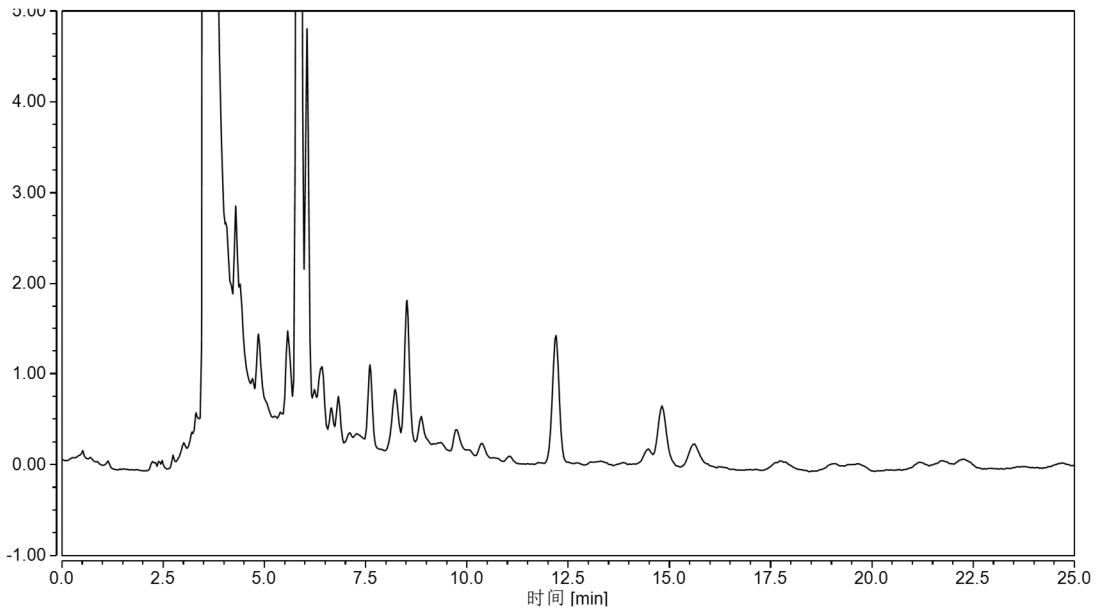


图 2. 复合饲料空白样过柱图谱

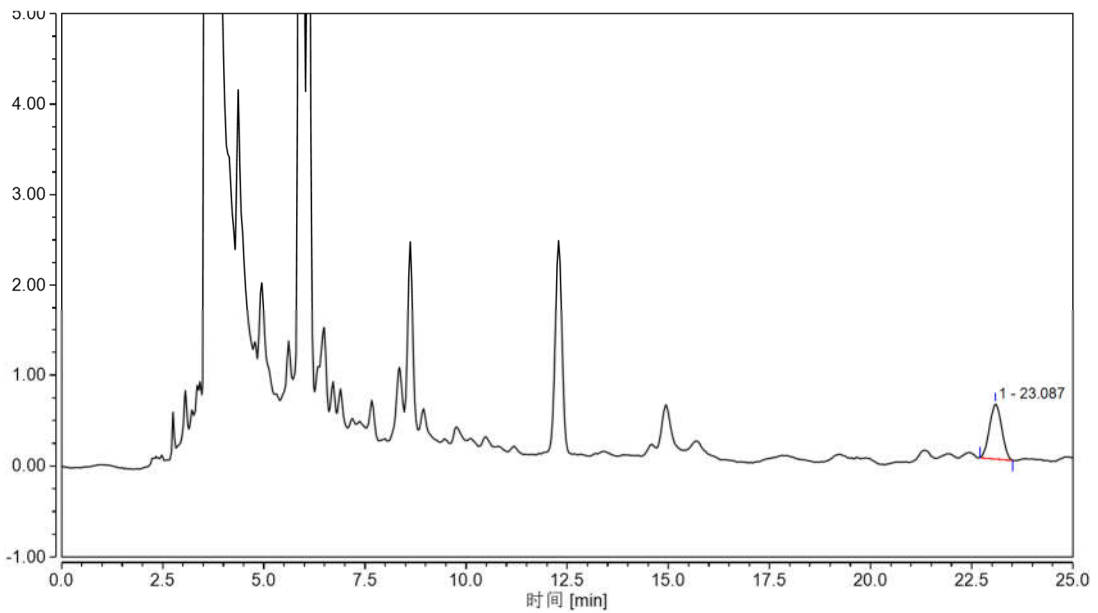


图 3. 复合饲料样加标 0.2mg/kg 图谱

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 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
氯地孕酮醋酸盐	0.2	87.31	0.14%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20014	SPE 小柱	Welchrom® BRP,200mg/6ml,30pk
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15mL, 50/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
CDAA-280867	氯地孕酮醋酸盐	CAS:302-22-7, 1g

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