

饲料中氯烯雌醚的测定

1、适用范围

适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料（本实验采用的样品为浓缩饲料）

参考标准《农业部 1486 号公告-9-2010 饲料中氯烯雌醚的测定 高效液相色谱法》

2、原理

用乙腈从饲料中提取氯烯雌醚，离心后取上清液经过 C18E 固相萃取净化，用高效液相色谱仪---紫外检测器在 307nm 处测定。

3、溶液的配制

1) 氯烯雌醚的储备液：准确称取氯烯雌醚标准品 5mg，用甲醇溶解、定容至 10mL，震荡、超声混匀，该储备液浓度为 500 μ g/mL，贮于 4 $^{\circ}$ C 冰箱内，有效期为一个月。

2) 氯烯雌醚中间液：取 2mL 储备液，甲醇定容至 10mL，浓度为 100 μ g/mL，保存于 4 $^{\circ}$ C 冰箱内，有效期为一周。

3) 氯烯雌醚工作液：取中间液 1mL，用甲醇定容至 10mL，浓度为 10 μ g/mL。现配现用。

4) 淋洗液：氨水+水=5+95



4、提取步骤

准确称取浓缩饲料 2g，置于离心管中，加入 10mL 乙腈，旋涡、超声提取 20min，在离心机 6000r/min 离心 5min，吸取上清液待净化。

5、SPE 净化步骤

SPE 柱：Welchrom® C18E，规格：200 mg/3mL

活化：3mL 甲醇，3mL 水，3mL 甲醇，弃去

上样：5mL 上清液+5mL 水混合均匀后全部上样，流速<1mL/min，弃去

淋洗：6mL 淋洗液，压干，弃去

洗脱：4mL 乙腈溶液，收集

洗脱液于 50℃氮吹至干，用甲醇定容至 1mL，混匀，用 0.22μm 微孔滤膜过滤，待 HPLC 检测。

6、注意事项

- 1) 加标水平：2g 样品中加入 0.1mL 10μg/mL 标准工作液，加标水平为 0.5mg/kg，浓度为 0.5mg/L
- 2) 本实验中 C18E 流速在重力作用下即可进行（流速<1mL/min），不用对柱子施加压力

7、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18，4.6x250mm，5μm

流动相 A：水 流动相 B：甲醇 （18：82 等度）

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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com



流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样体积：20μL

检测波长：307nm

8、色谱图或者加标回收率结果

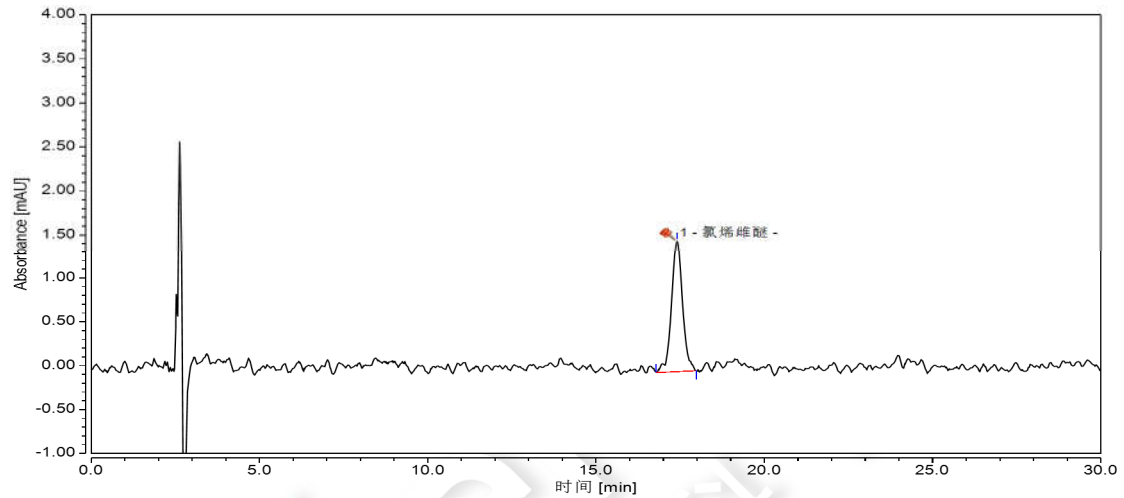


图 1. 氯烯雌醚 0.5mg/L 图谱

物质	保留时间	峰面积	拖尾因子	不对称度	塔板数
	min	mAU*min			(EP)
氯烯雌醚	17.407	0.5697	1.07	0.95	14684



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

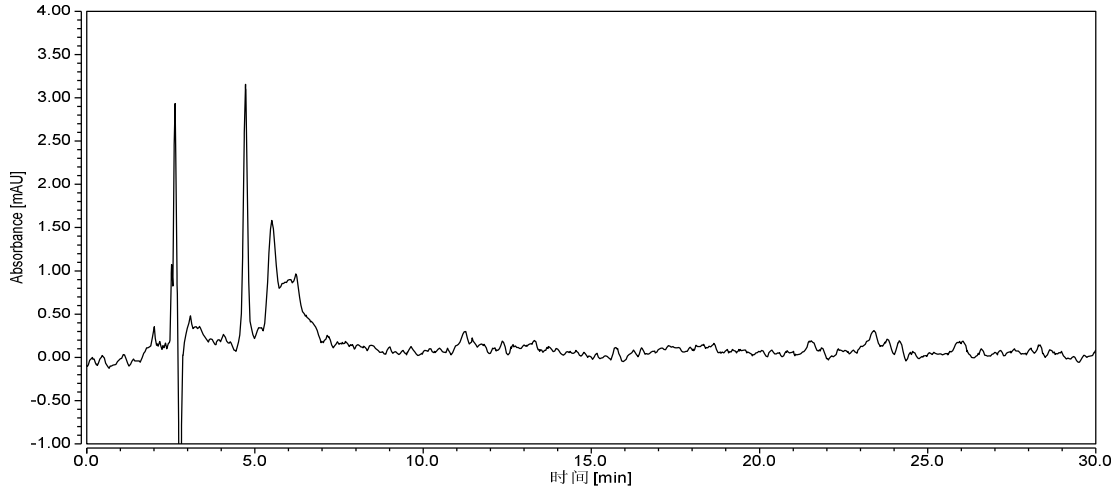


图 2.浓缩饲料样空白图谱

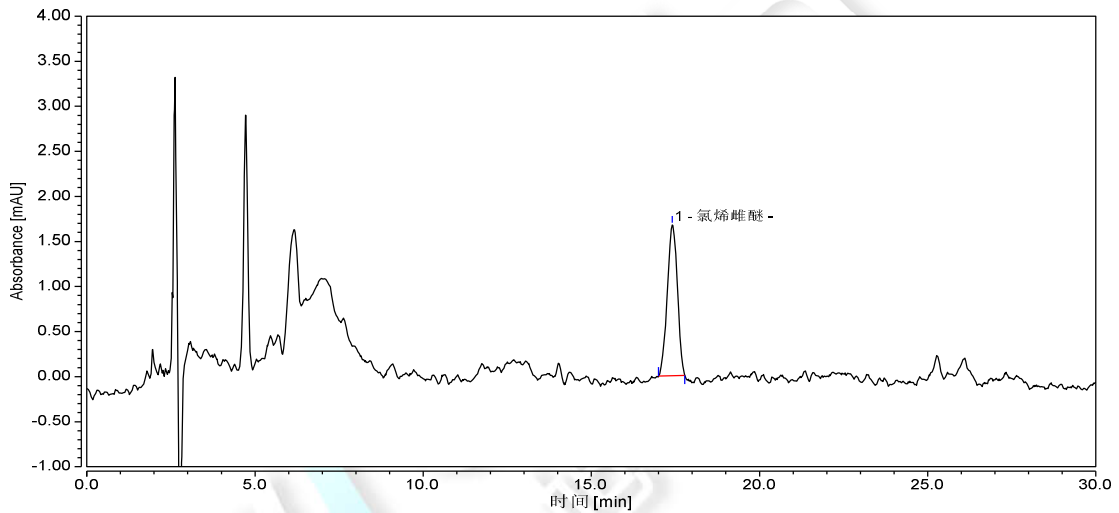


图 3.浓缩饲料样加标 0.5mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
氯烯雌醚	0.5mg/kg	99%	4.91%

8、相关产品信息

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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com



货号	名称	规格
00559-11004	SPE 小柱	Welchrom® C18E,200mg/3mL,50pk
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-C18,4.6x250mm,5μm
	氯烯雌醚	CAS NO.[569-57-3]

