

月旭科技 饲料中氯米芬的测定

1、适用范围

适用于饲料中氯米芬的检测。（本实验样品采用浓缩饲料）

参考标准《农业部 1068 号公告-4-2008 饲料中氯米芬的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 枸橼酸氯米芬储备液：精确称量 1mg 枸橼酸氯米芬样品，用甲醇定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
- 2) 枸橼酸氯米芬标准工作液：精确移取 1mL 枸橼酸氯米芬储备液，用甲醇定容至 10mL，即 0.01mg/mL 标准工作液。
- 3) 0.035mol/L 磷酸溶液：取 5.34mL 磷酸用水溶解并定容至 1000mL。
- 4) 流动相 B：750mL 甲醇与 250mL 0.035mol/L 的磷酸溶液混匀，用三乙胺调 pH 至 7.5。
- 5) 2%乙酸溶液：2mL 冰乙酸，加水定容至 100mL。
- 6) 5%氨化甲醇：5mL 氨水，加甲醇定容至 100mL。

3、提取步骤

精确称取 5g 样品置于 50mL 的螺口尖底离心管

- 1) 加入 25mL 甲醇，振荡混匀 2min，超声 20min，离心 5000rpm 下 10min，移取上清液；
- 2) 重复 1)，合并上清液，取 10mL 上清液待净化。

4、SPE 净化步骤

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

SPE 柱：月旭 Welchrom®P-SCX，规格：150mg/6mL。

活化：依次 5mL 甲醇，5mL 水活化，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：依次 5mL 2% 乙酸溶液，5mL 甲醇，弃去；

洗脱：精确移取 5mL 的 5% 氨化甲醇洗脱，抽干并收集于 15mL 离心管中；

复溶：洗脱液于 30℃ 水浴氮吹干，用甲醇定容至 1mL，经 0.22μm 有机滤头，供液相检测。

5、注意事项

加标水平：在 5g 样中加入 250μL 0.01mg/mL 的枸橼酸氯米芬标准工作液，加标水平 0.5mg/kg，机
度数 0.5mg/L。

6、色谱条件

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

流动相：A-甲醇，B-见 2-4（梯度见表 1）

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：233nm

表 1. 流动相梯度表

时间	流速 (mL/min)	%A	%B
0.000	1.000	0.0	100.0

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

25.000	1.000	0.0	100.0
25.100	1.000	100.0	0.0
35.000	1.000	100.0	0.0
35.100	1.000	0.0	100.0
45.000	1.000	0.0	100.0

7、色谱图或者加标回收率结果

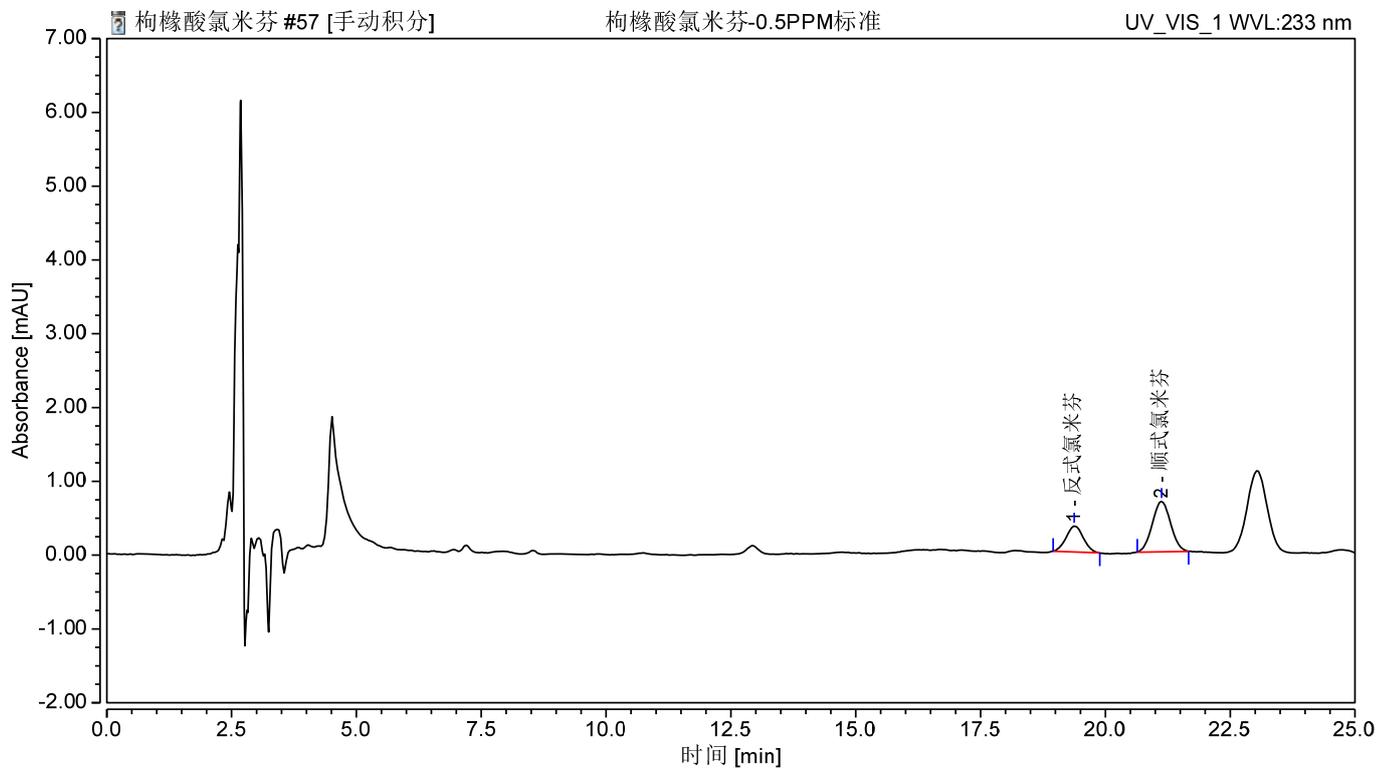


图 1. 枸橼酸氯米芬 0.5mg/L 标准图谱

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	反式氯米芬	19.377	0.140	0.354	32.52	1.06	2.66	14779
2	顺式氯米芬	21.125	0.291	0.685	67.48	1.03	n. a.	15314

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

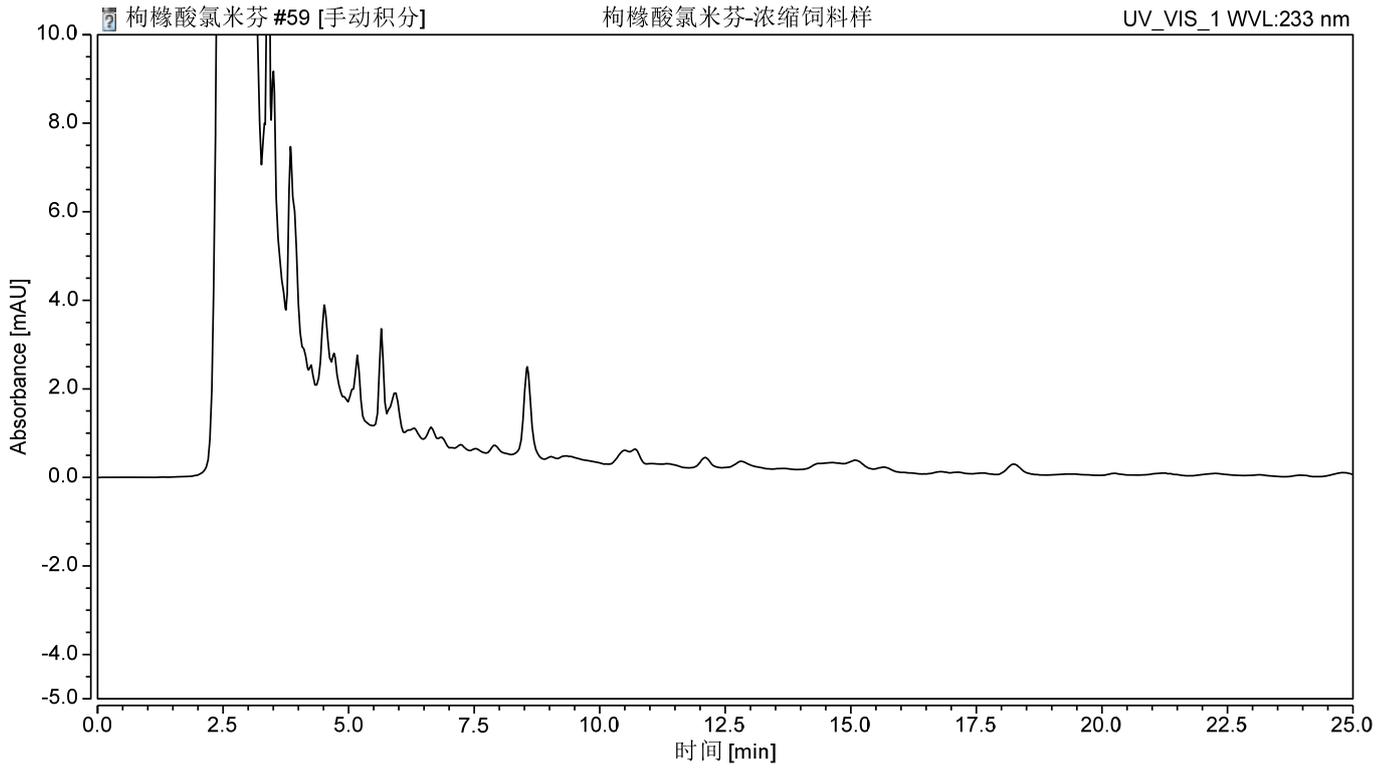


图 2. 浓缩饲料空白过柱图谱

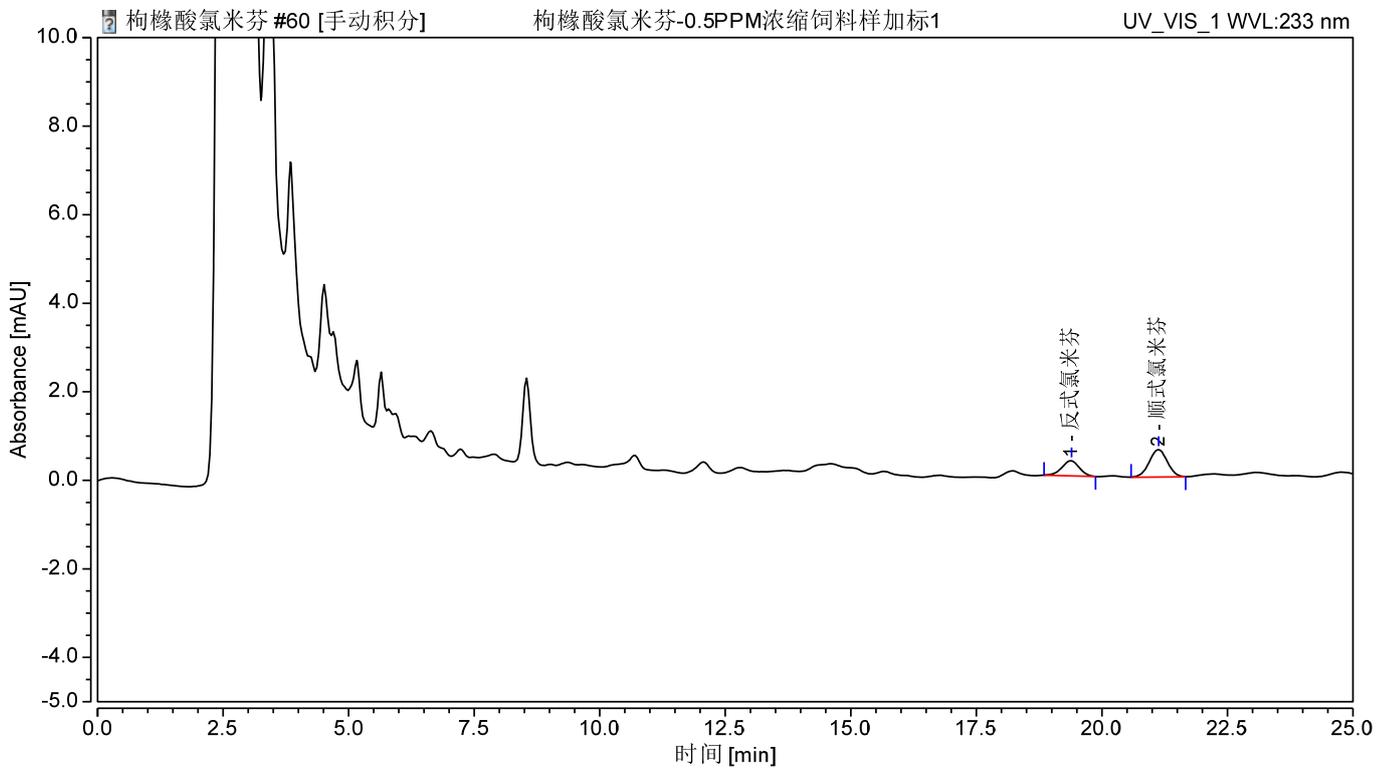


图 3. 浓缩饲料样加标 0.5mg/kg 过柱图谱

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 2.加标回收表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
反式氯米芬	0.5	96	4.30
顺势氯米芬	0.5	88	1.65

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20043	SPE 小柱	Welchrom® P-SCX , 150mg/6ml,30pk
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
	枸橼酸氯米芬	CAS: 50-41-9
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