

复合饲料中雷洛西芬的测定

1、适用范围

适用于饲料中雷洛西芬的检测。（本实验样品采用复合饲料）

参考标准《农业部 1068 号公告-6-2008 饲料中雷洛西芬的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：精确称量 1mg 盐酸雷洛西芬，用甲醇定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
- 2) 盐酸雷洛西芬标准工作液：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：0.05mol/L 乙酸铵溶液：称取 3.85g 的乙酸铵，加水 950mL 溶解，用冰乙酸调 PH 至 4.0，再用水定容至 1000mL。
- 4) 5%氨水甲醇：取 5mL 氨水，用甲醇稀释并定容至 100mL。
- 5) 30%乙腈水：取 30mL 乙腈，用水稀释并定容至 100mL。

3、提取步骤

精确称取 5g 样品置于 50mL 的螺口尖底离心管

加入 50mL 甲醇，超声 20min，4000rpm/min 离心 10min，移取上清液 5mL 待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®P-SCX 规格：60mg/3mL。

活化：2mL 甲醇，2mL 水，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 3mL 的 5%氨水甲醇，收集于 15mL 离心管中抽干；

复溶：40℃氮吹至干，用 30%乙腈水定容至 2mL，经 0.22μm 有机滤头过滤，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 5g 样中加入 200 μ L 0.01mg/mL 的盐酸雷洛西芬标准工作液，加标水平 0.4mg/kg，机
度数 0.1mg/L；在 5g 样中加入 200 μ L 0.1mg/mL 的盐酸雷洛西芬标准储备液，加标水平 4mg/kg，
机度数 1mg/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-0.05mol/L 乙酸铵溶液（梯度）

流速：1.000mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：289nm

时间	流速 (mL/min)	%A	%B
0.000	1.000	33.0	67.0
15.000	1.000	33.0	67.0
15.100	1.000	100.0	0.0
25.000	1.000	100.0	0.0
25.100	1.000	33.0	67.0
35.000	1.000	33.0	67.0

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

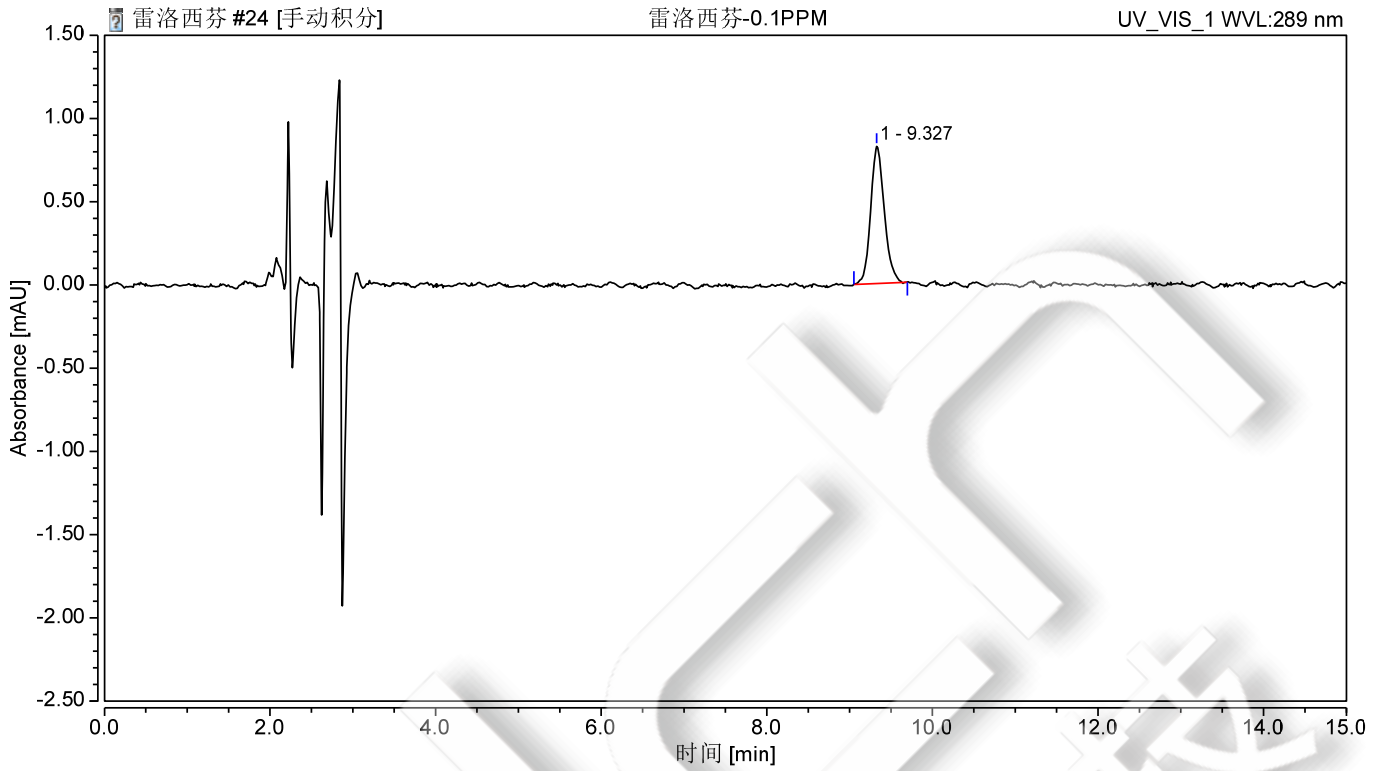


图 1.盐酸雷洛西芬 0.1mg/L 标准图谱

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	盐酸雷洛西芬	9.327	0.157	0.824	100.00	1.33	n. a.	15879

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

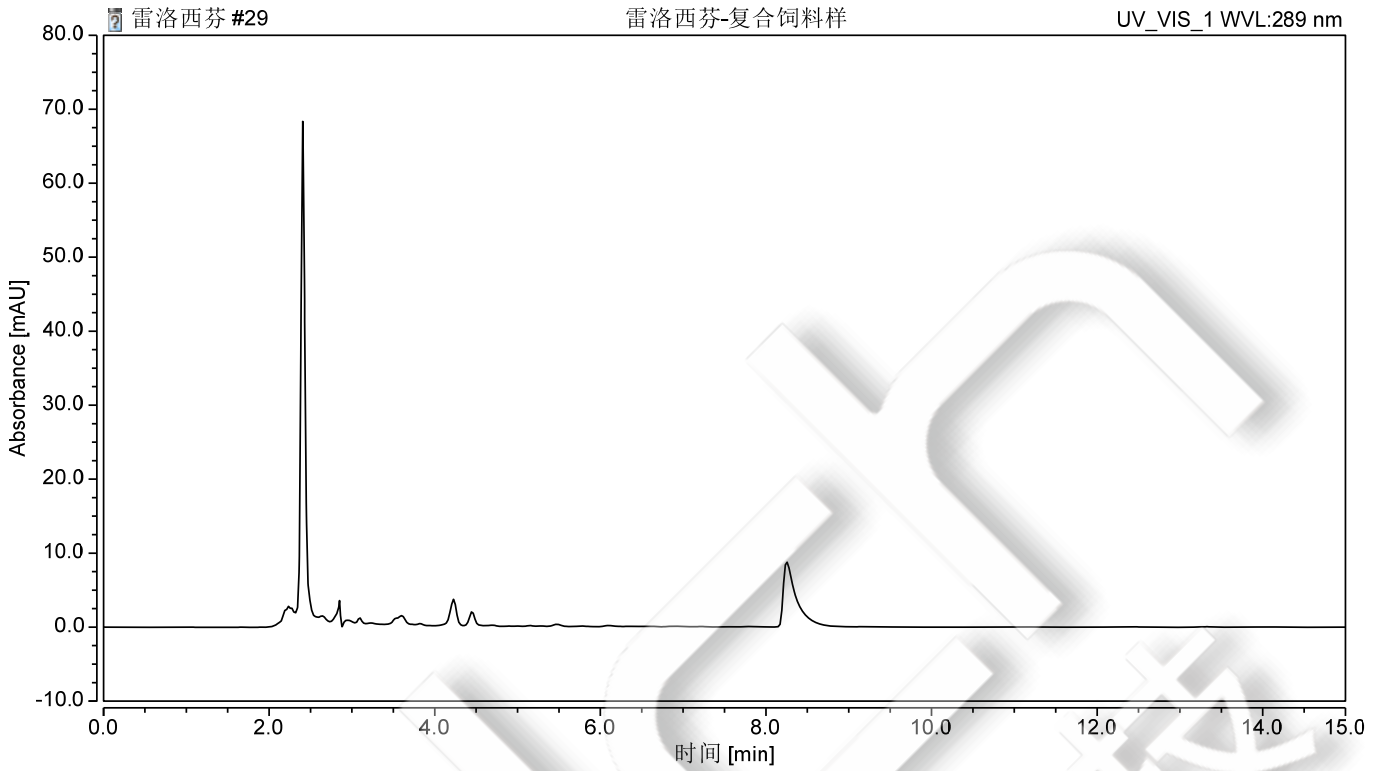


图 2. 复合饲料样过柱图谱

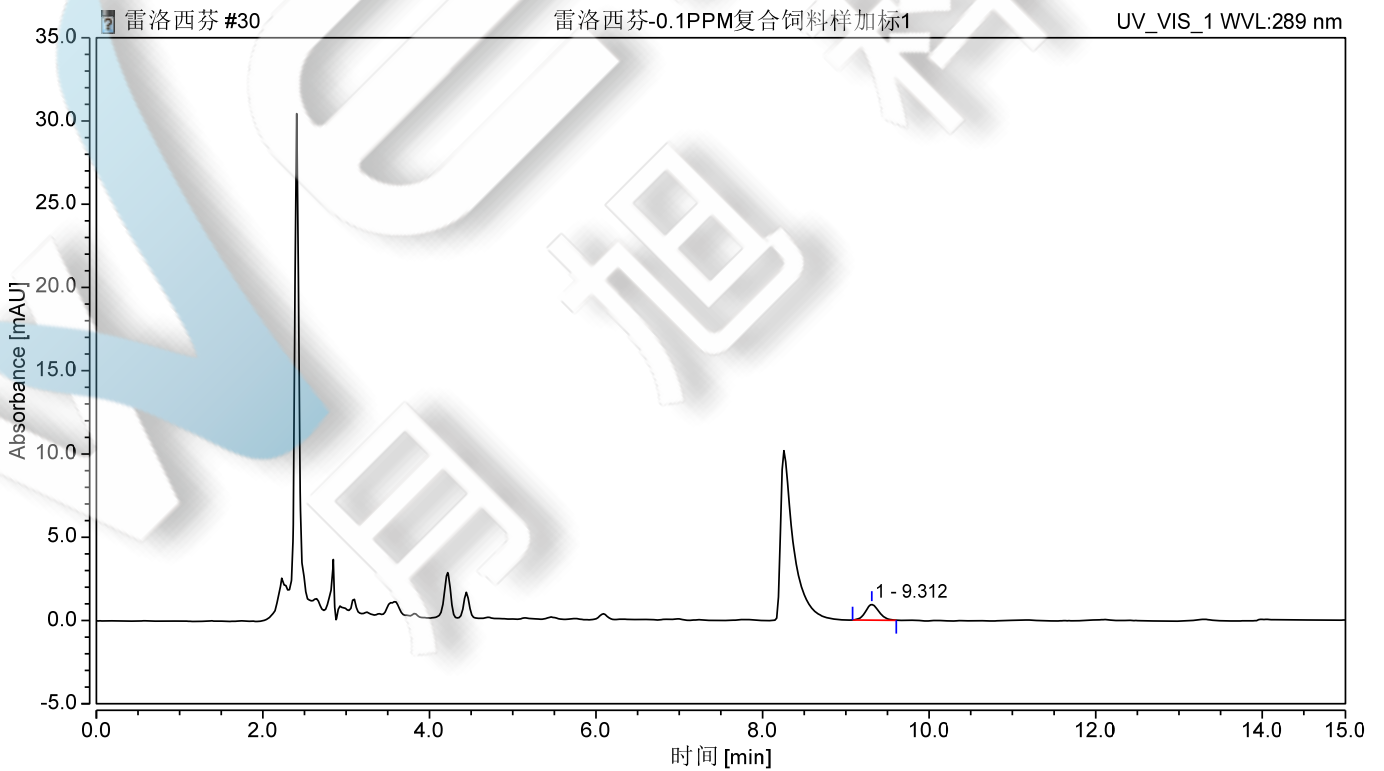


图 3. 复合饲料样加标 0.4mg/kg 过柱图谱

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

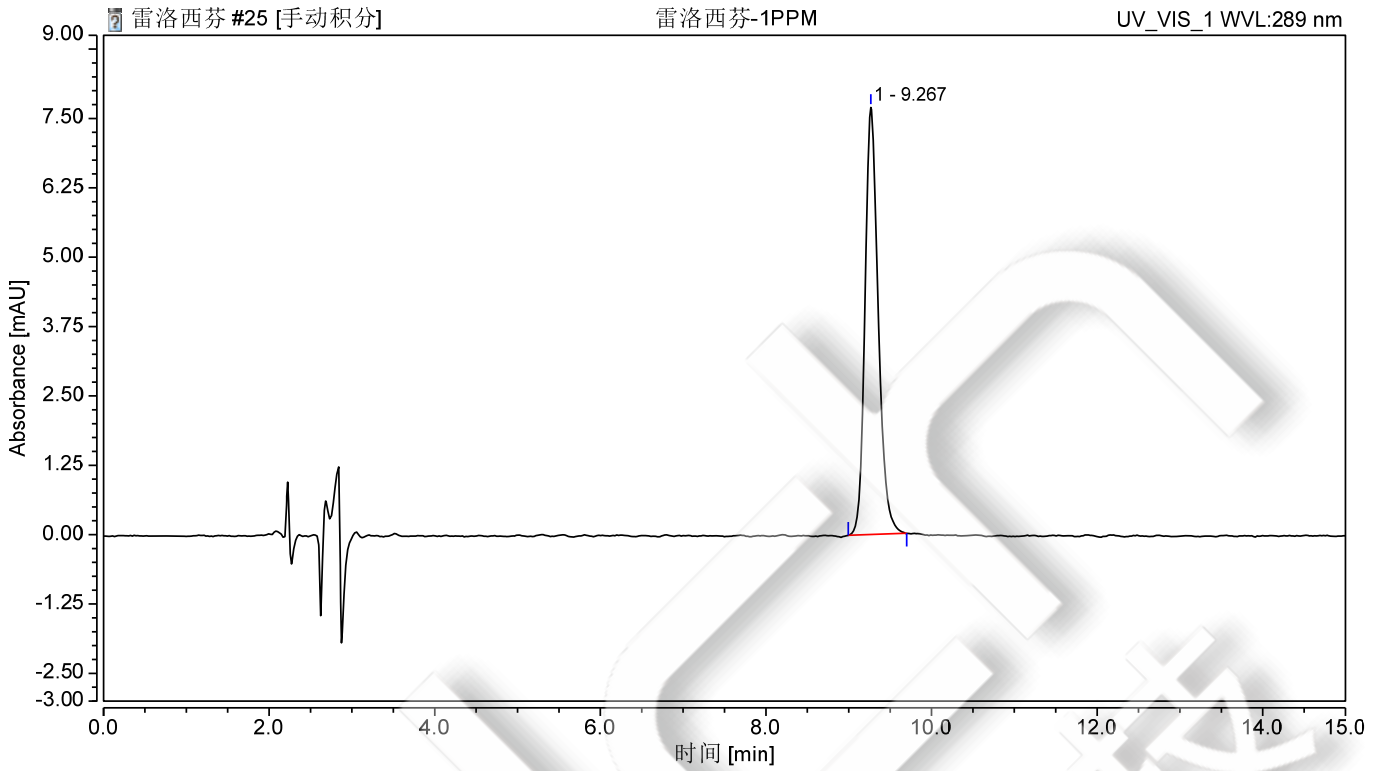


图 4.盐酸雷洛西芬 1mg/L 标准图谱

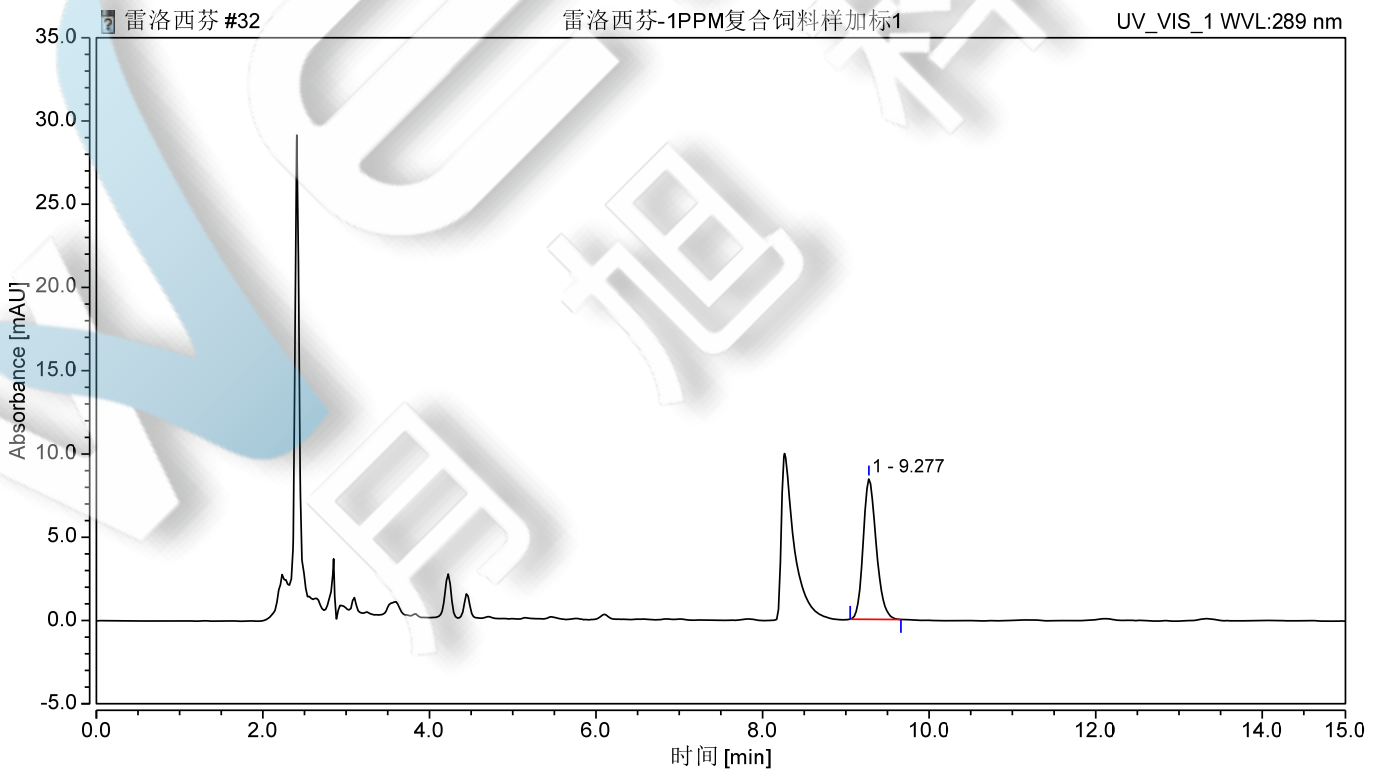


图 5 复合饲料样加标 4mg/kg 过柱图谱

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)
盐酸雷洛西芬	0.4	110	3.87
盐酸雷洛西芬	4	109	1.68

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom® P-SCX,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
	盐酸雷洛西芬	CAS: 82640-04-8
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