

## 月旭科技饲料中阿那曲唑的测定

### 1、适用范围

适用于饲料中阿那曲唑的检测。（本实验样品采用复合饲料）

参考标准《农业部 1068 号公告-5-2008 饲料中阿那曲唑的测定 高效液相色谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 阿那曲唑储备液：精确称量 1mg 阿那曲唑样品，用流动相 C 定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
- 2) 阿那曲唑标准工作液：精确移取 1mL 阿那曲唑储备液，用流动相 C 定容至 10mL，即 0.01mg/mL 工作液。
- 3) 提取剂：乙醚：二氯甲烷=3:2。
- 4) 流动相 C：300mL 乙腈加水定容至 1000mL，在加入 5mL 磷酸（乙腈：水：磷酸=30：70：0.5）。
- 5) 0.1mol/L 盐酸溶液：9mL 盐酸，加水定容至 1000mL。
- 6) 5%氯化甲醇：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 10mL 水，摇匀，静置 10min，加入 10mL 提取剂，振荡数秒，放气，再次震荡，放气，超声 10min，4000rpm 下离心 10min，移取上清液；
- 2) 再次加入 10mL 提取剂，振荡数秒，放气，再次震荡，放气，超声 10min，4000rpm 下离心 10min，移取上清液，合并上清液，取 5mL 上清液置于 15mL 离心管中，在 40℃ 下氮吹至干，用 2mL 流动相 C 溶解待净化。

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

## 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®P-SCX，规格：60mg/3mL。

活化：依次 3mL 甲醇，3mL 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 3mL 0.1mol/L 盐酸溶液，5mL 甲醇，弃去；

洗脱：精确移取 4mL 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 40℃ 水浴氮吹干，用流动相 C 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 200μL 0.01mg/mL 的枸橼酸氯米芬标准工作液，加标水平 0.4mg/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-水，B-甲醇，C-见 2-4（梯度见表 1）

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：220nm

表 1. 流动相梯度表

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

时间	流速 (mL/min)	%A	%B	%C
0.000	1.000	0.0	0.0	100.0
25.000	1.000	0.0	0.0	100.0
25.100	1.000	5.0	95.0	0.0
35.000	1.000	5.0	95.0	0.0
35.100	1.000	0.0	0.0	100.0
45.000	1.000	0.0	0.0	100.0

## 7、色谱图或者加标回收率结果

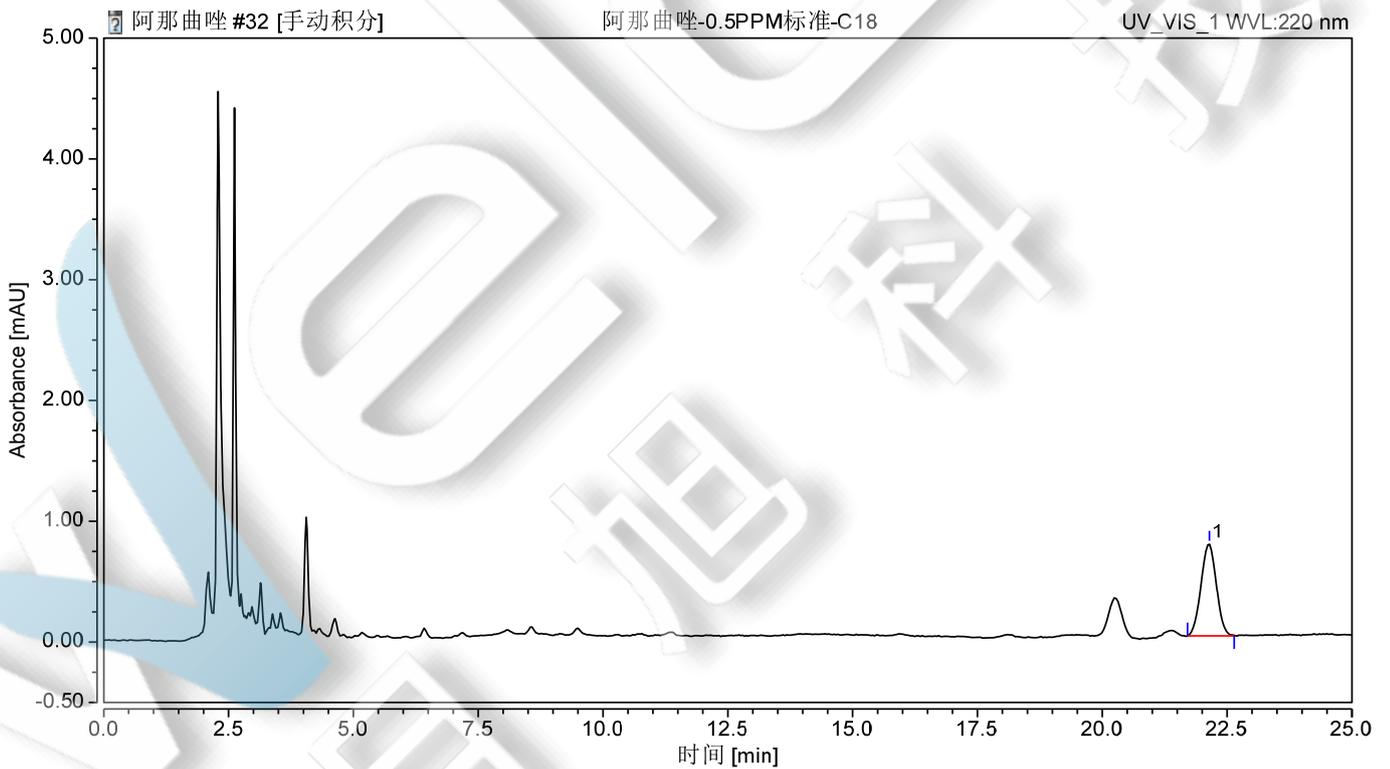


图 1. 阿那曲唑 0.5mg/L 标准图谱

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	阿那曲唑	22.147	0.271	0.760	100.00	0.98	n. a.	24183

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

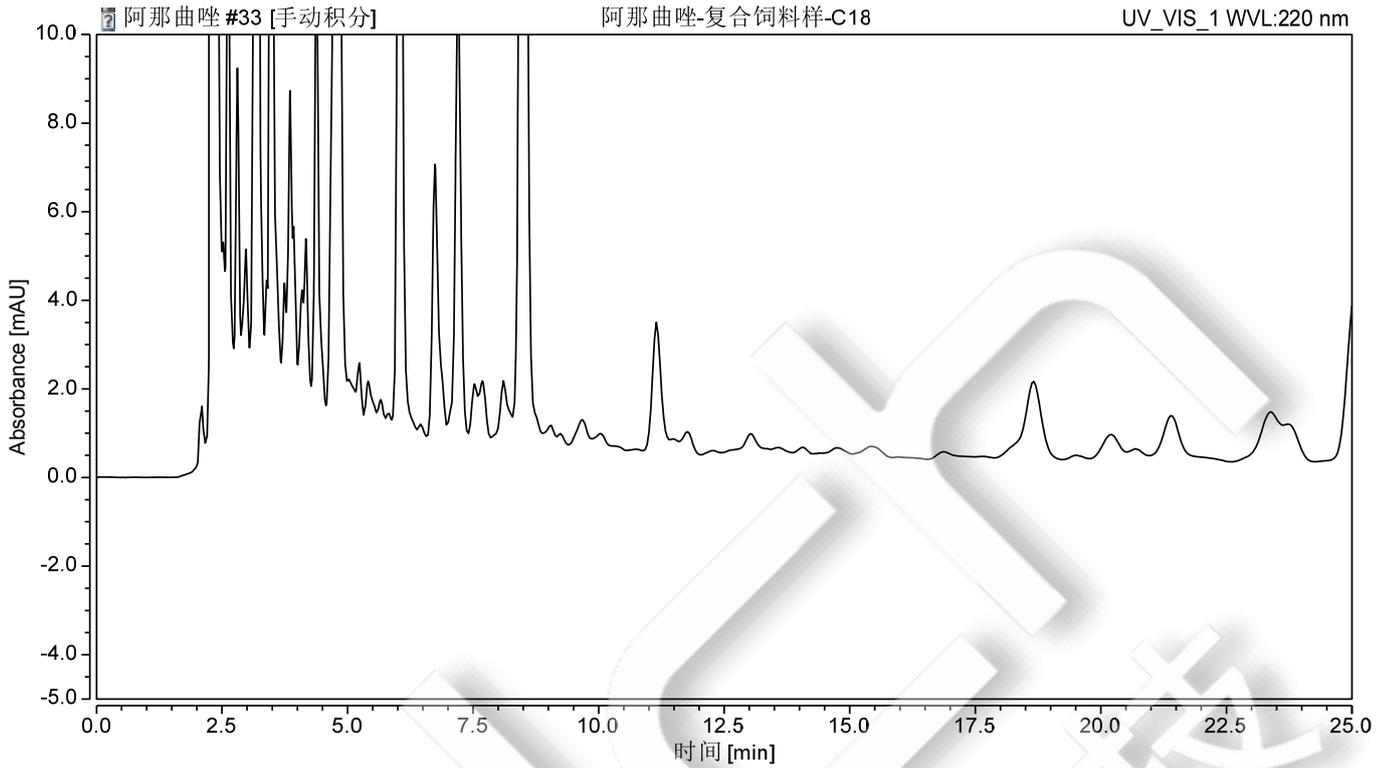


图 2.复合饲料空白过柱图谱

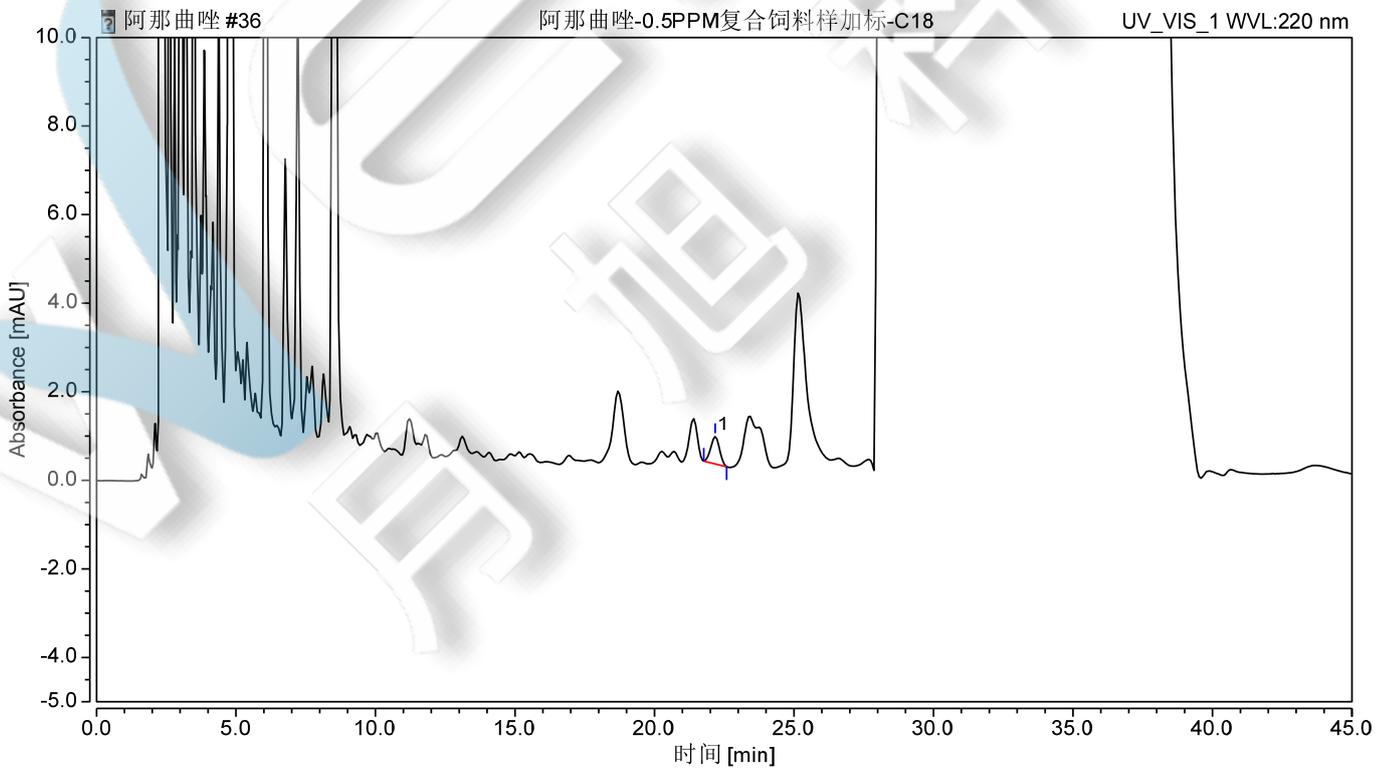


图 3. 复合饲料样加标 0.4mg/kg 过柱图谱

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

表 2.加标回收表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
阿那曲唑	0.5	85	2.78

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom®P-SCX , 60mg/3ml,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
	阿那曲唑	CAS: 120511-73-1
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