

## 月旭科技 饲料中氟苯尼考的测定

### 1、适用范围

适用于饲料中氟苯尼考的检测。（本实验样品采用配合饲料）

参考标准《DB43/T 1202-2016 饲料中氟苯尼考的测定 高效液相色谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 氟苯尼考储备液：精确称量 1mg 氟苯尼考样品，用甲醇溶解并定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
- 2) 氟苯尼考标准工作液：精确移取 1mL 氟苯尼考储备液，用甲醇溶解并定容至 10mL，即 0.01mg/mL 储备液。
- 3) 40%乙腈水：40mL 乙腈，用水稀释并定容至 100mL。

### 3、提取步骤

精确称取 2g 样品（经粉碎）置于 50mL 的螺口尖底离心管

- 1) 加入 10mL 乙酸乙酯，再加入 5g 无水硫酸钠，振荡混匀 2min，超声 10min，8000rpm 下离心 5min，移取上清液。
- 2) 加入 10mL 乙酸乙酯，振荡混匀 2min，超声 10min，8000rpm 下离心 5min，移取上清液，合并上清液置于旋转蒸发瓶中，40℃减压蒸干，再用 6mL 水溶解残渣置于 15mL 的螺口尖底离心管，加入 5mL 正己烷混匀，5000rpm 下离心 2min，弃去上清液，向水相层再加入 5mL 正己烷混匀，5000rpm 下离心 2min，弃去上清液，6mL 水相层中取 3mL 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®BRP，规格：60mg/3mL。

活化：3mL 甲醇，3mL 水，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：3mL 水，抽干，弃去；

洗脱：精确移取 2mL 的 40%乙腈水，收集于 15mL 离心管中抽干并定容至 2mL，经 0.22 $\mu$ m 有机滤头，供液相检测。

## 5、注意事项

加标水平：在 2g 样中加入 80 $\mu$ L 0.01mg/mL 的氟苯尼考标准工作液，加标水平 0.4mg/kg，机度数 0.2mg/L。

## 6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB- C18，4.6 $\times$ 250mm，5 $\mu$ m

流动相：A-乙腈，B-水（梯度）

流速：1.000mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：20 $\mu$ L

检测波长：225nm

时间	%A	%B
0.000	22.0	78.0
20.000	22.0	78.0

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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

20.000	100.0	0.0
30.000	100.0	0.0
30.100	22.0	78.0
40.000	22.0	78.0

## 7、色谱图或者加标回收率结果

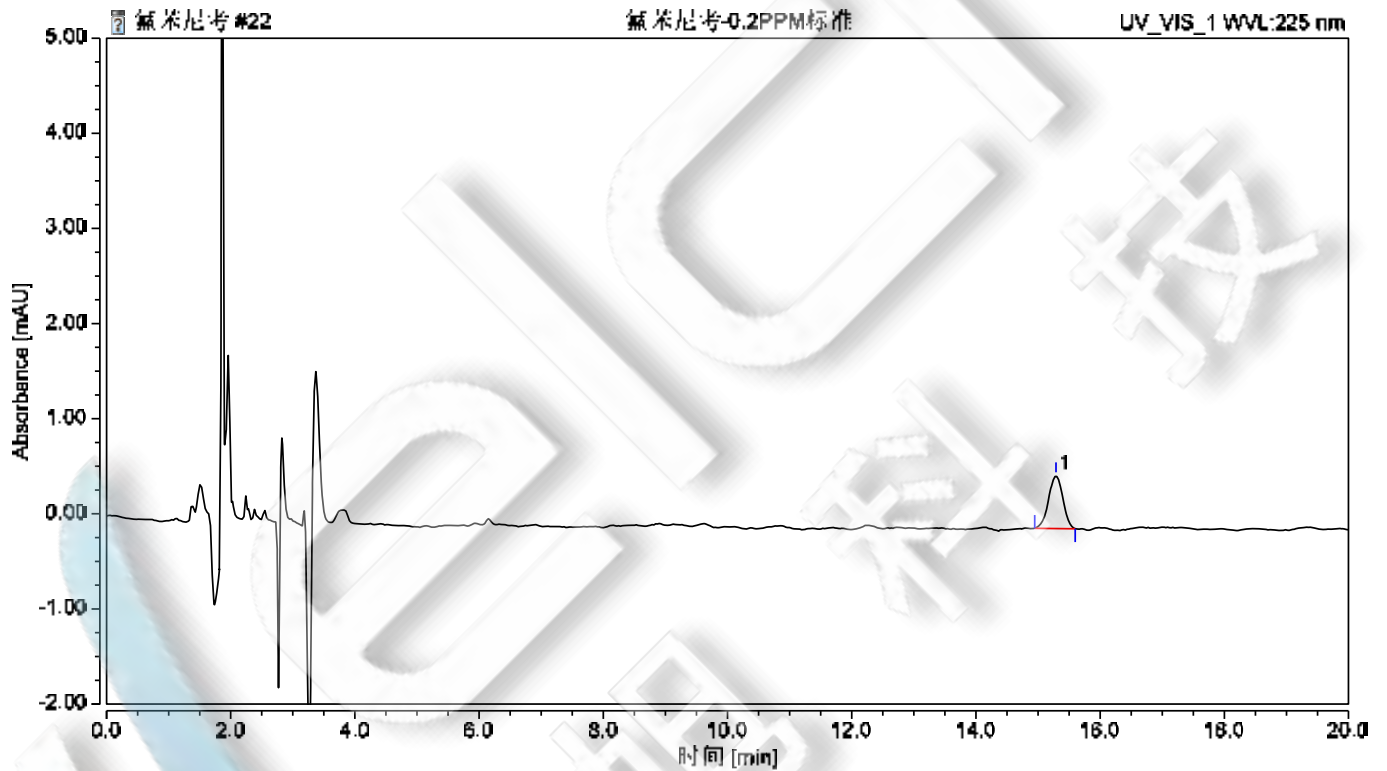


图 1 氟苯尼考 0.2mg/L 标准图谱

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	氟苯尼考	15.290	0.148	0.556	100.00	0.96	n. a.	20470

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

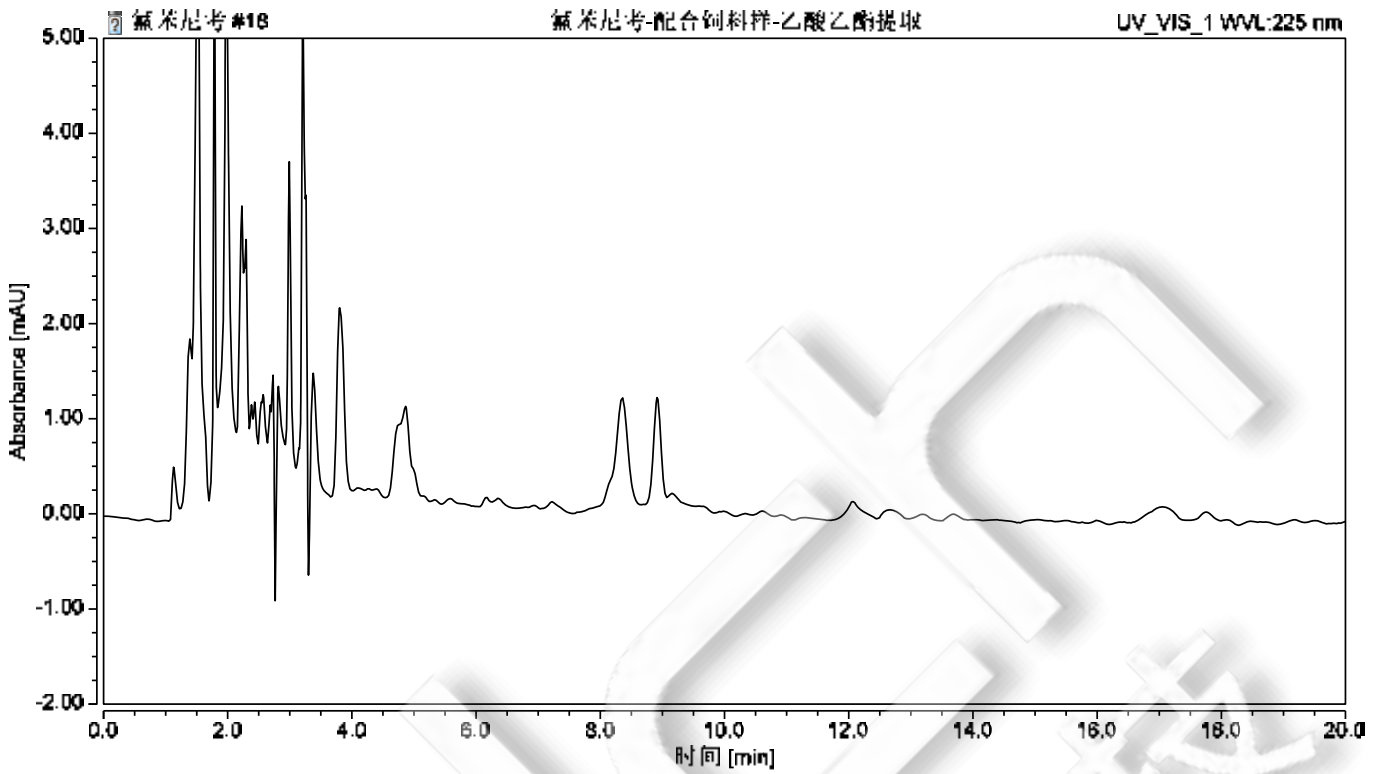


图 2. 配合饲料样品空白图谱

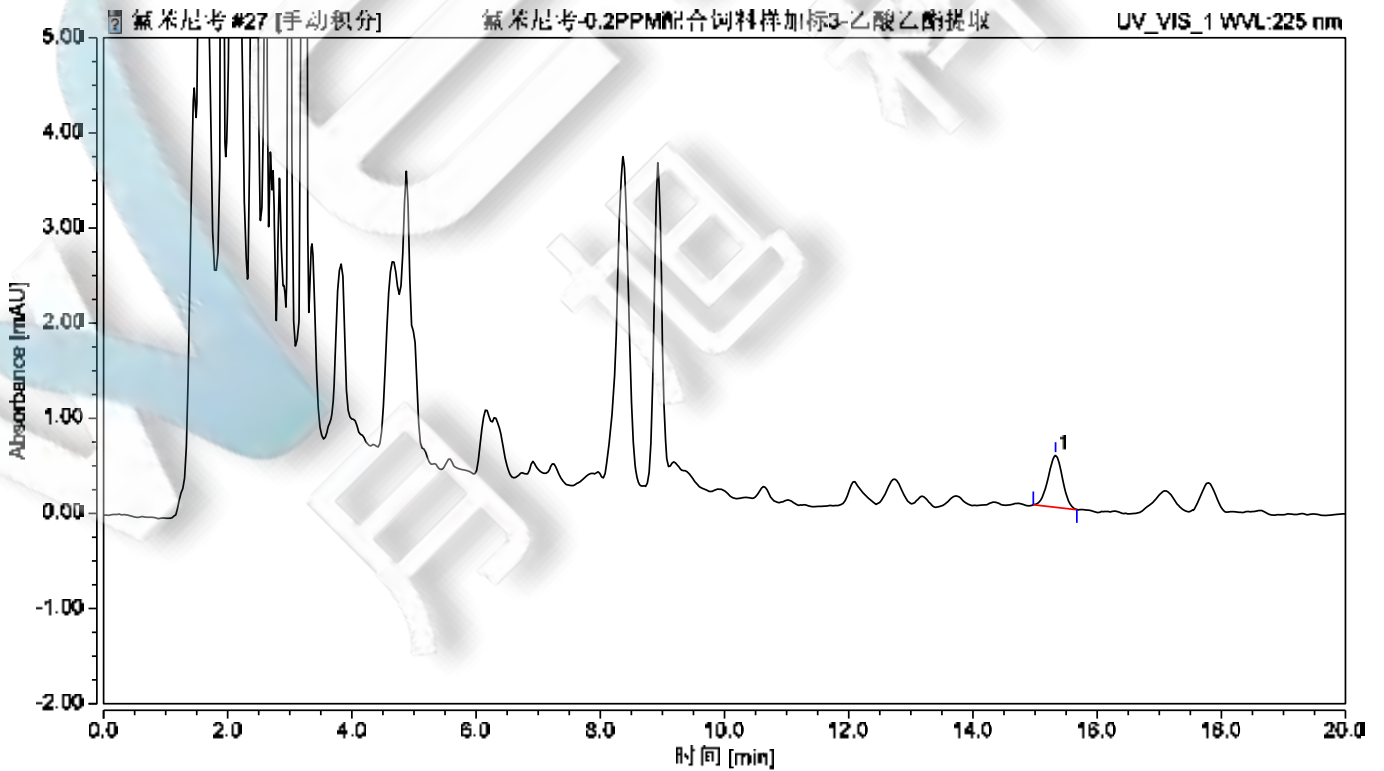


图 3. 配合饲料样加标 0.4mg/kg 过柱图谱

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 1.加标回收表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
氟苯尼考	0.4	99	2.19

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20009	SPE 小柱	Welchrom® BRP,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
	氟苯尼考	CAS: 73231-34-2
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