

饲料中氯羟吡啶的测定 GB/T 22262-2008

1、适用范围

适用于饲料中氯羟吡啶的测定（该实验选用基质为复合饲料）

参考标准：《GB/T 22262-2008 饲料中氯羟吡啶的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 氯羟吡啶标准贮备液：称取 1mg 标准品，用甲醇稀释至 10mL，浓度为 0.1mg/mL，作为氯羟吡啶的贮备液。
- 2) 氯羟吡啶标准工作液：称取 1mL 贮备液，用甲醇稀释至 10mL，浓度为 0.01mg/L，为氯羟吡啶的工作液。
- 3) 50%甲醇水：50mL 甲醇用水定容至 100mL。

3、提取步骤

复合饲料（粉碎）

精密称取 5g 样品于 50mL 离心管中，加 25mL 甲醇，振荡 1min，超声 20min，3000r/min 离心 5min，取 10mL 上清液待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Alumina-N，规格：5g/12mL

活化：20mL 甲醇平衡，弃去

上样：待净化液全部上样，收集

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

洗脱：10mL 甲醇洗脱，压干收集

浓缩：合并收集液于旋蒸瓶中，50℃旋蒸至干，用 50%甲醇水复溶至 1mL，过 0.22 μ m 有机滤头，上机检测。

5、注意事项

加标水平：在 5g 样中精确加入 0.05mL 的 0.01mg/mL 氯羟吡啶的工作液，加标水平为 0.1mg/kg，

机读数为 0.2mg/L。

标准上用 1mL 甲醇复溶，会存在溶剂效应，这里改成用 50%甲醇水

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6×150mm，5μm

流动相：A-乙腈，B-水（等度 A:B=10：90）

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：270nm

7、色谱图或者加标回收率结果

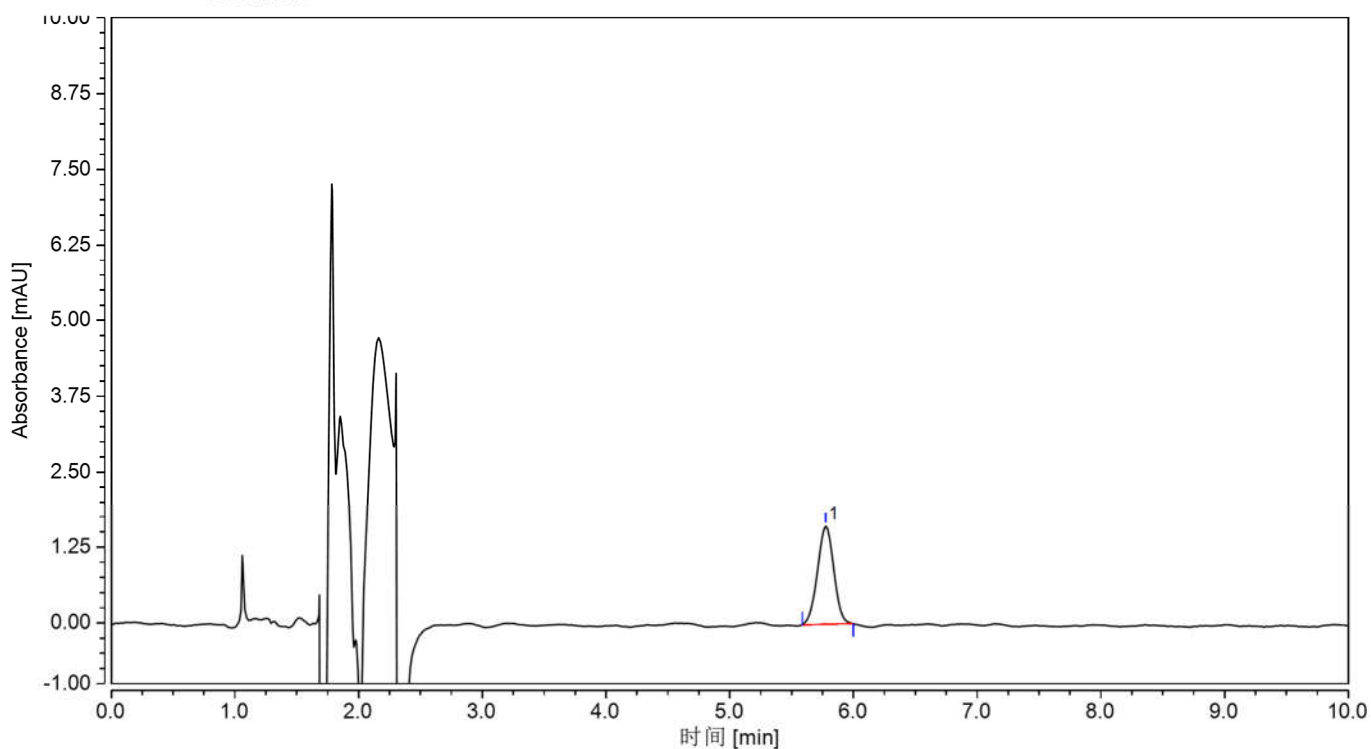


图 1、氯羟吡啶 0.2µg/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
氯羟吡啶	5.777	0.246	1.619	100.00	0.97	n.a.	9196

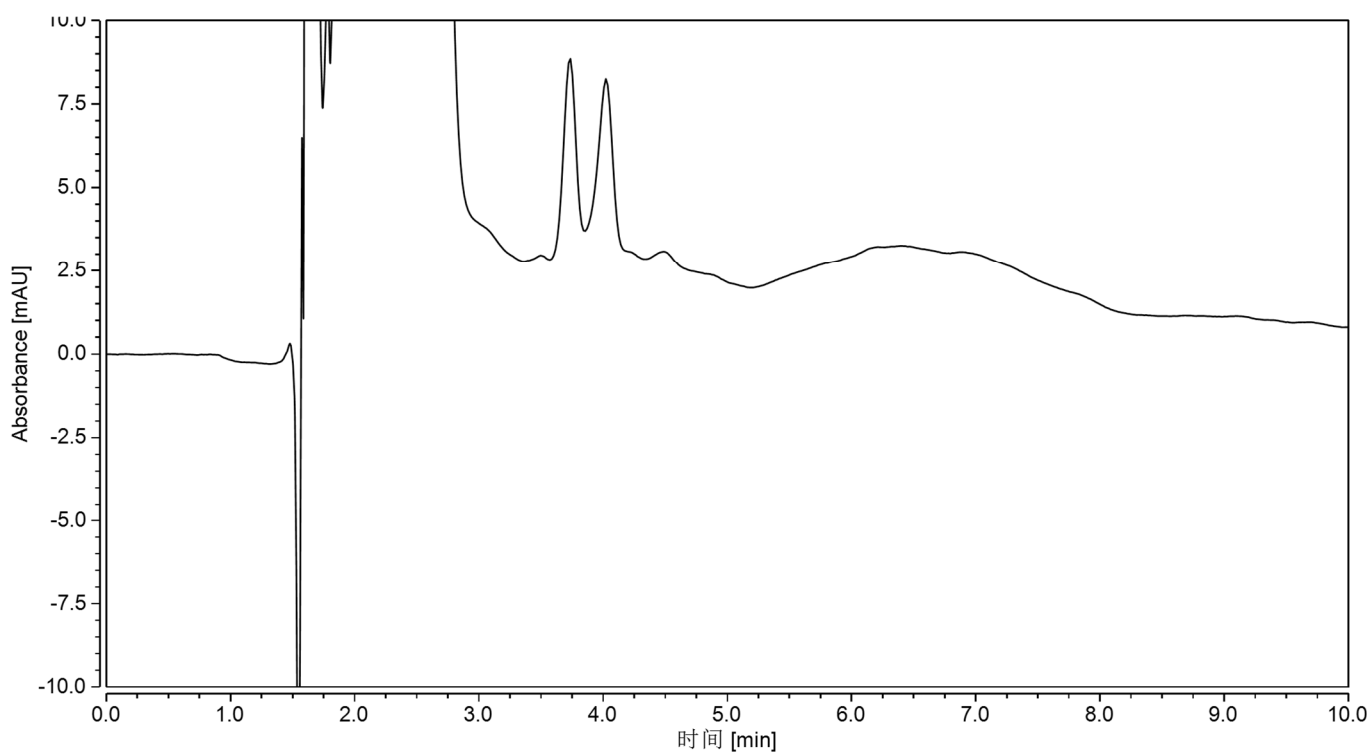


图 2、复合饲料空白过柱图谱

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: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

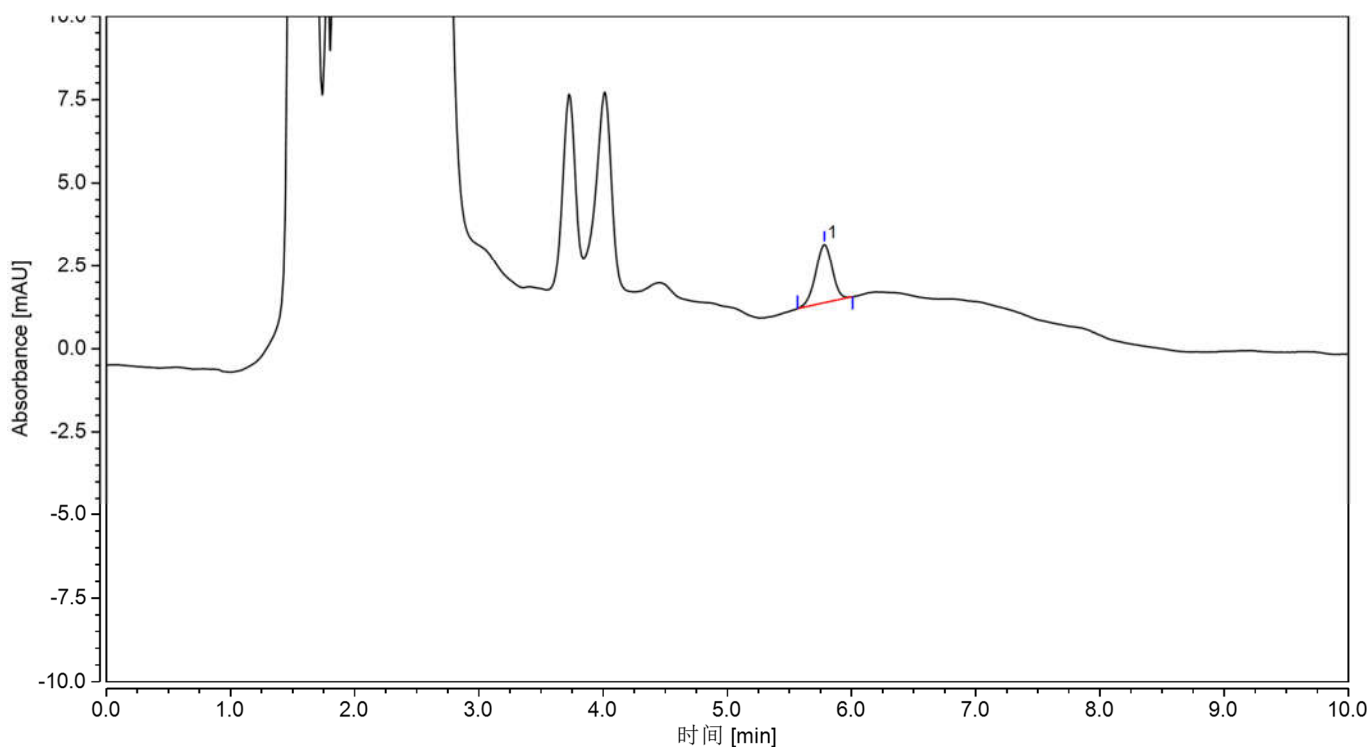


图 3、复合饲料样加标 0.1mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
氯羟吡啶	0.1	106	1.17

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00518-20074	SPE 小柱	Welchrom® Alumina-N,5g/12ml,20pk
00837-05006	50mL 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, 50ml, 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

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

		11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31041	液相色谱柱	Ultimate®XB-C18,4.6×150mm,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
00826-C287P100	氯羟吡啶/克球酚/二氯二甲 吡啶酚标准品	CAS No. :2971-90-6, 100mg

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