

饲料中盐酸氯苯胍的测定高效液相色谱法 液相色谱法
农业农村部公告第 316-2-2020

1、适用范围

适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和添加剂预混合饲料中盐酸氯苯胍的测定。（本实验用配合饲料）

参考标准：《农业农村部公告第 316-2-2020 饲料中盐酸氯苯胍的测定高效液相色谱法 液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 提取液：140mL 乙腈与 60mL 水混合，加入 0.4mL 甲酸，混匀。
- 2) 2%甲酸溶液：1mL 甲酸加水稀释至 50mL,混匀。
- 3) 5%氨化甲醇：2.5mL 氨水加甲醇稀释至 50mL，混匀。
- 4) 标准储备液（1000 μ g/mL）：精确称量 1mg 盐酸氯苯胍至离心管，用甲醇定容至 1mL。
- 5) 标准中间液（100 μ g/mL）：吸取标准储备液 0.1mL 至进样瓶，加 0.9mL 甲醇。
- 6) 标准工作液（1 μ g/mL）：吸取标准中间液 0.01mL 至进样瓶，加 0.99mL 甲醇，现配现用。

3、提取步骤

称取 2g 饲料（精确至 0.0001g），置于 50m 离心管中，准确加入 20mL 提取液，旋涡振荡 1min，超声 10min，于 5000r/min 离心 5min，取上清液，备用。

4、SPE

SPE 柱：Welchrom® P-SCX,60mg/3mL

活化：3mL 甲醇；3mL 水；

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

上样：3mL 待净化液上样；

淋洗：3mL 2%甲酸水溶液，3mL 甲醇；

洗脱：4mL 5%氨化甲醇溶液，收集，抽干；

复溶：40℃氮气吹近干，甲醇定容至 1mL，过 0.45 μ m 滤膜，待测。

5、注意事项

1、加标水平：在 2g 样中精确加入 60 μ L 的 100mg/L 盐酸氯苯胍标准中液，加标水平为 3.0mg/kg，浓度为 0.9 μ g/mL。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Xtimate C18, 250mm \times 4.6mm, 5 μ m

流动相：750mL 甲醇+250mL 水+1mL 三乙醇胺

柱温：35℃；

流速：1mL/min；

进样体积：20 μ L；

检测波长：352nm；

7、色谱图或者加标回收率结果

<色谱图>

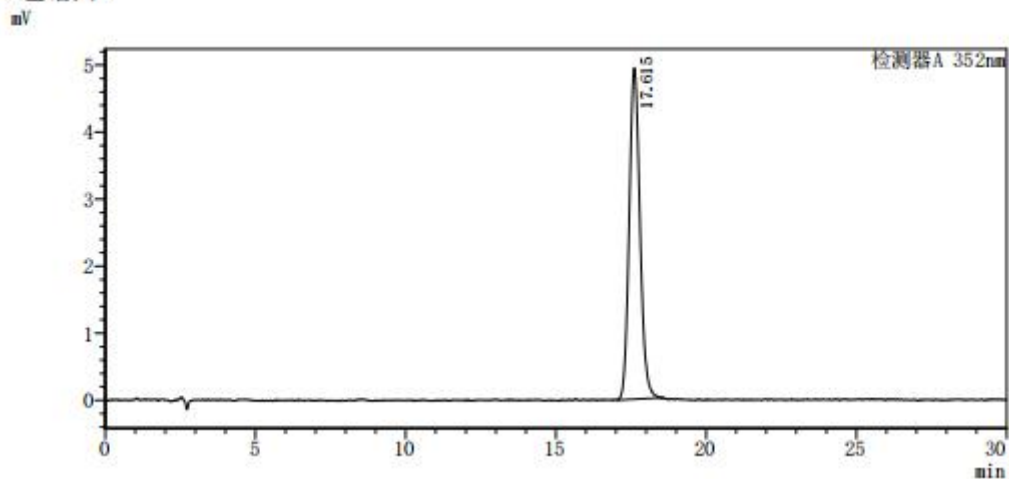


图 1、 盐酸氯苯胍 0.9 μ g/mL 图谱

表 1.物质参数表

化合物名	保留时间	高度	面积	理论塔板数	拖尾因子	分离度 (USP)
盐酸氯苯胍	17.615	4940	122649	11631	1.119	---

<色谱图>

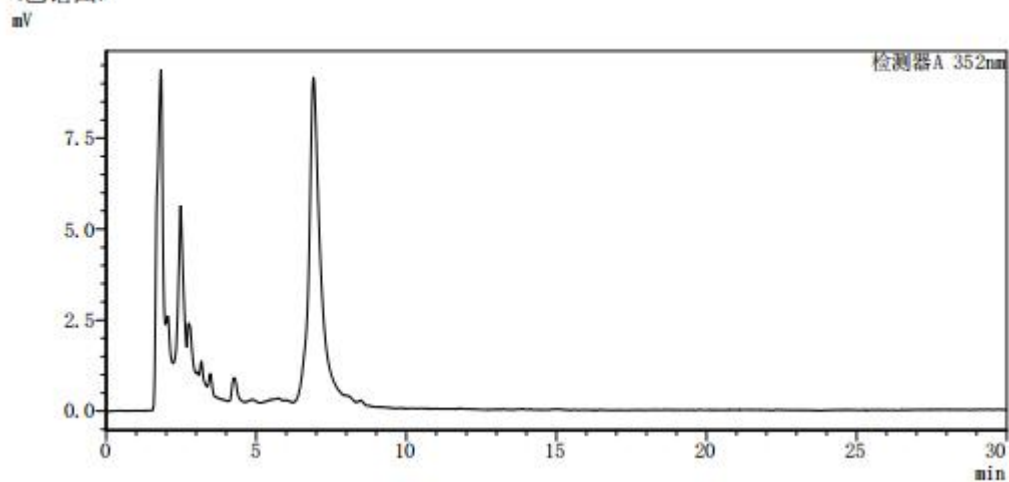


图 2、 鸡配合饲料样品图谱

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

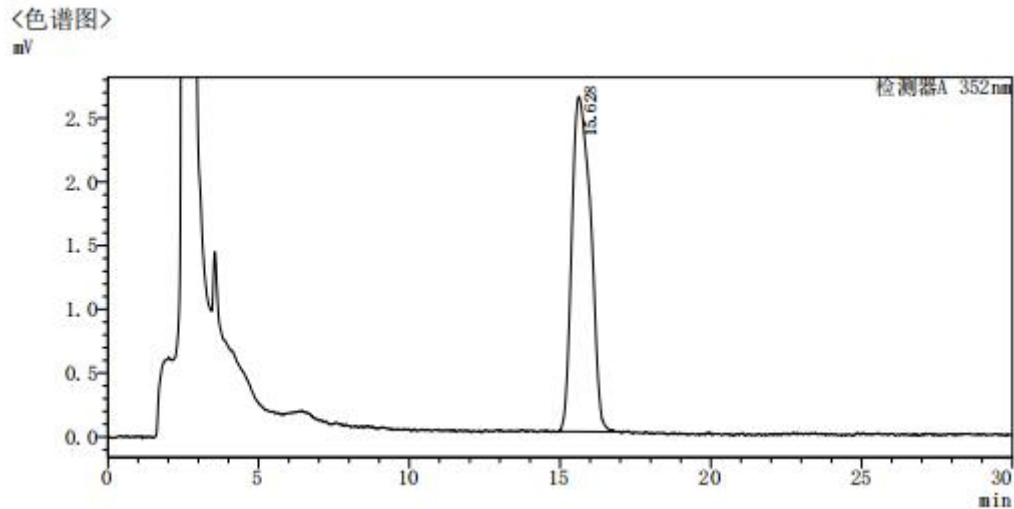


图 3、鸡配合饲料样加标盐酸氯苯胍 3.0mg/kg 柱图谱

表 2.加标回收率表

	名称	加标水平	平均回收率%	RSD%(N=3)
1	盐酸氯苯胍	3.0mg/kg	91.00%	6.12%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom® P-SCX,60mg/3ml,50pk
00837-05002	15mL 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, 15mL, 50/包
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 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00101-21043	液相色谱柱	Xtimate C18, 250mm × 4.6mm, 5µm
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: 321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

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