

饲料中喹乙醇的测定

SGLC-LC -082

摘要: 参考 GBT 8381.7-2009, 建立了饲料中喹乙醇的测定方法。采用岛津的 InertSep HLB 产品对饲料进行净化, 采用 Shim-Pack GIS C18 色谱柱进行分离, 二极管阵列检测分析。对空白样品 1.0 mg/kg 浓度加标后, 按照下述前处理方法处理后上机, 平行 3 份样品考察回收率和 RSD, 结果显示, 1.0 mg/kg 加标浓度的加标回收率为 84.14%-87.63%, RSD 为 2.09%, 回收率高, 重现性好。该方法适用于饲料样品中的喹乙醇的测定。

关键词: InertSep HLB 饲料 喹乙醇 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置: Shimadzu LC-20AD

色谱柱: Shim-Pack GIS C18 (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 227-30106-08)

固相萃取小柱: InertSep HLB 60mg/3mL (P/N: 5010-81973) ;

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05) ;

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01) ;

SHIMSEN Pipet 移液枪: SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02) ;

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04) ;

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06) 。

1.2 分析条件

HPLC 条件

色谱柱: Shim-Pack GIS C18 (250×4.6 mm, 5 μm)

流 速: 1 mL/min

进样量: 10 μL

柱 温: 40 °C

流动相: A: 水 B: 甲醇

梯度洗脱程序如下:

时间 (Min)	0	5	10	14	18	25
A (%)	85	85	30	30	85	85
B (%)	15	15	70	70	15	15

1.3 样品前处理

1.3.1 样品提取

称取饲料样品 2.0 g，加 20 mL 5% 甲醇水，手动振摇 1 min，置于摇床中，110 rpm 避光振荡 45 min 后，提取液在 8000 rpm 下离心 5 min，取上清液 2 mL 待净化。

1.3.2 样品净化

InertSep HLB 60 mg/3 mL

5 mL 甲醇、5 mL 水活化；待净化液上样，弃去流出液；2 mL 的 0.1 mol/L HCl 溶液、5% 甲醇水溶液淋洗，弃去流出液；减压抽干 5 min；2 mL 40% 甲醇水洗脱，收集洗脱液，用 40% 甲醇水定容至 2 mL，过 0.22 μm 滤膜后，供 HPLC 分析。具体流程图见图 1。

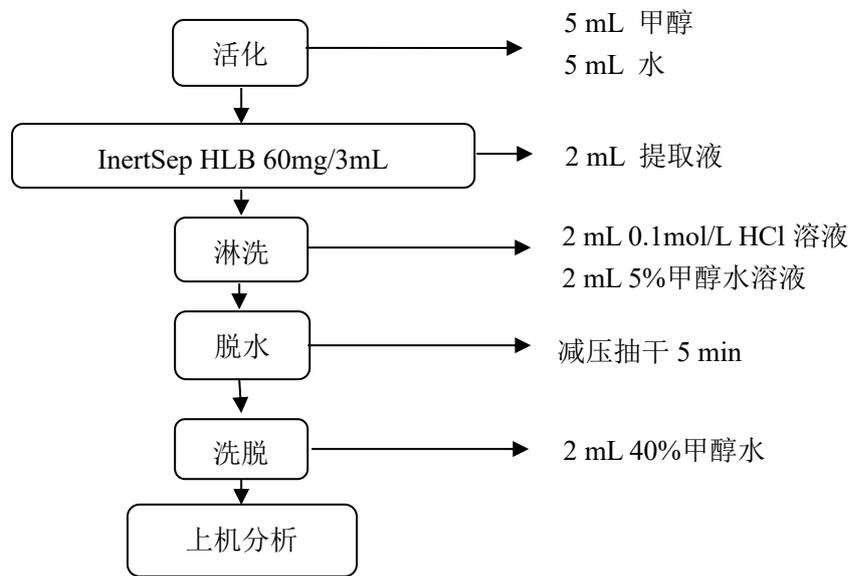


图 1 SPE 净化流程图

2. 结果及讨论

2.1 标准品的谱图

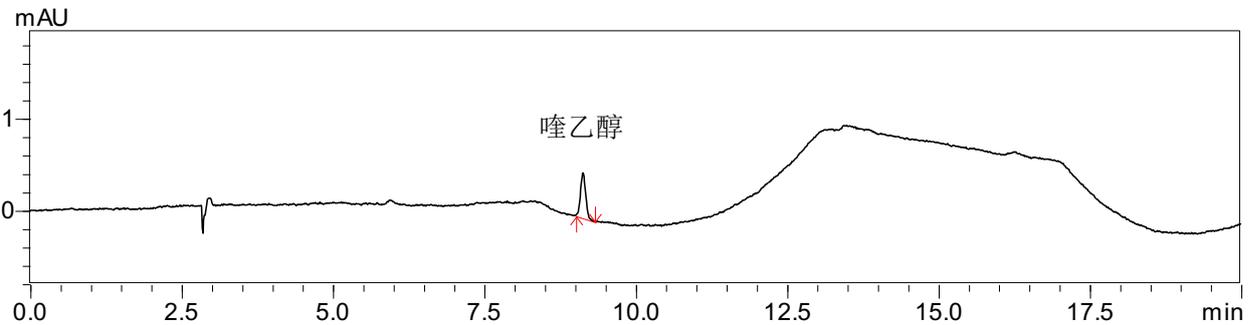


图 2 0.1ppm 上机浓度标准品图谱

2.2 加标样品的图谱

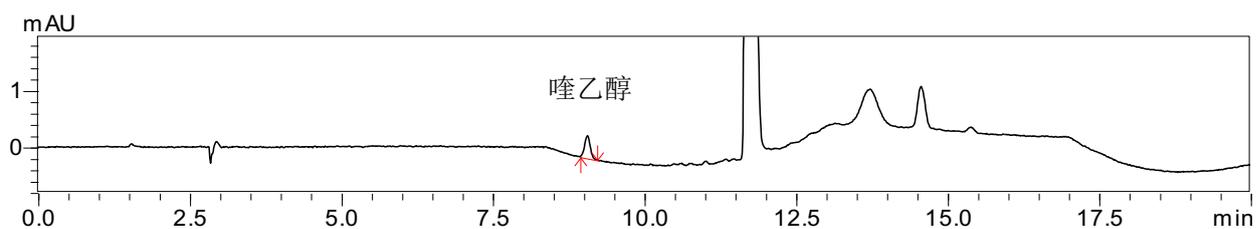


图3 1.0 mg/kg 加标样品谱图

2.3 饲料中添加回收结果

将饲料样品进行 1.0 mg/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，具体结果如下：1.0 mg/kg 浓度的加标回收率为 84.14%-87.63%，RSD 为 2.09%。

保留时间	峰面积	高度	理论塔板数	回收率 (%)	RSD (%)
9.055	2531	409	39198	86.68	2.09%
9.066	2457	394	37536	84.14	
9.086	2559	416	38628	87.63	

3. 结论

综上，本方案采用岛津技速的 InertSep HLB 产品对饲料进行净化，Shim-Pack GIS C18 色谱柱进行分离，采用岛津 LC-20AD 检测分析，最终回收率为 84.14%-87.63%，RSD 为 2.09%，该方法操作简单、分析速度快、重现性好，适用于饲料中喹乙醇的测定。