

饲料中硝基呋喃类药物的测定(农业部 1489 号公告-8-2010)

1、适用范围

适用于饲料中硝基呋喃类药物的测定（本实验采用配合饲料为样品）

参考标准：《农业部 1489 号公告-8-2010 饲料中硝基呋喃类药物的测定 高效液相色谱法》

《SN/T 3648-2013 饲料中呋喃唑酮、呋喃妥因、呋喃它酮、呋喃西林含量的检测方法 液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：准确称取呋喃西林、呋喃妥因、呋喃唑酮标准品各 1mg，置于 10mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，该浓度为 100 μ g/mL；
- 2) 混合标准工作液：分别准确移取 1mL 标准贮备液，置于同一个容量瓶中，并用乙腈 稀释并定容至 10mL，该浓度为 100 μ g/mL；
- 3) 2%甲酸水溶液：量取 2mL 甲酸和 98mL 水，混匀；
- 4) 1%氨水溶液：量取 1mL 氨水和 99mL 水，混匀；
- 5) 洗脱液：量取 30mL 1%氨水溶液和 70mL 甲醇，混匀；
- 6) 0.05%乙酸铵溶液：称取 0.5g 乙酸铵，用水溶解并定容至 1L。

3、提取步骤

称取 1g 样品于 50mL 离心管中，加入 15mL 乙腈，加热超声 10min，离心 5min（6000r/min），取上清液于 50mL 离心管中；再用 10mL 乙腈，提取一次，合并所有上清液，混匀后，离心 5min

（6000r/min），准确移取 5mL 上清液转移至 50mL 鸡心瓶中，50 $^{\circ}$ C 水浴旋转蒸干后，加入 2%甲酸水溶液 5mL，涡旋超声，使其完全溶解后，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: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® P-SCX 规格：60mg/3mL

活化：3mL 甲醇、3mL 2%甲酸水，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，弃去；

淋洗：3mL 水，弃去并抽干小柱；

洗脱：5mL 洗脱液洗脱，并抽干小柱。

50℃水浴氮气吹干，用 2%甲酸水定容至 1mL，过 0.22μm 有机滤头，待上机。

5、注意事项

1)加标水平：1g 样中加入 0.1mL 10μg/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 1mg/kg，机读数为 0.2μg/mL。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6*250mm,5μm

流动相：乙腈-0.05%乙酸铵溶液（25:75）

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：365nm

7、色谱图或者加标回收率结果

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

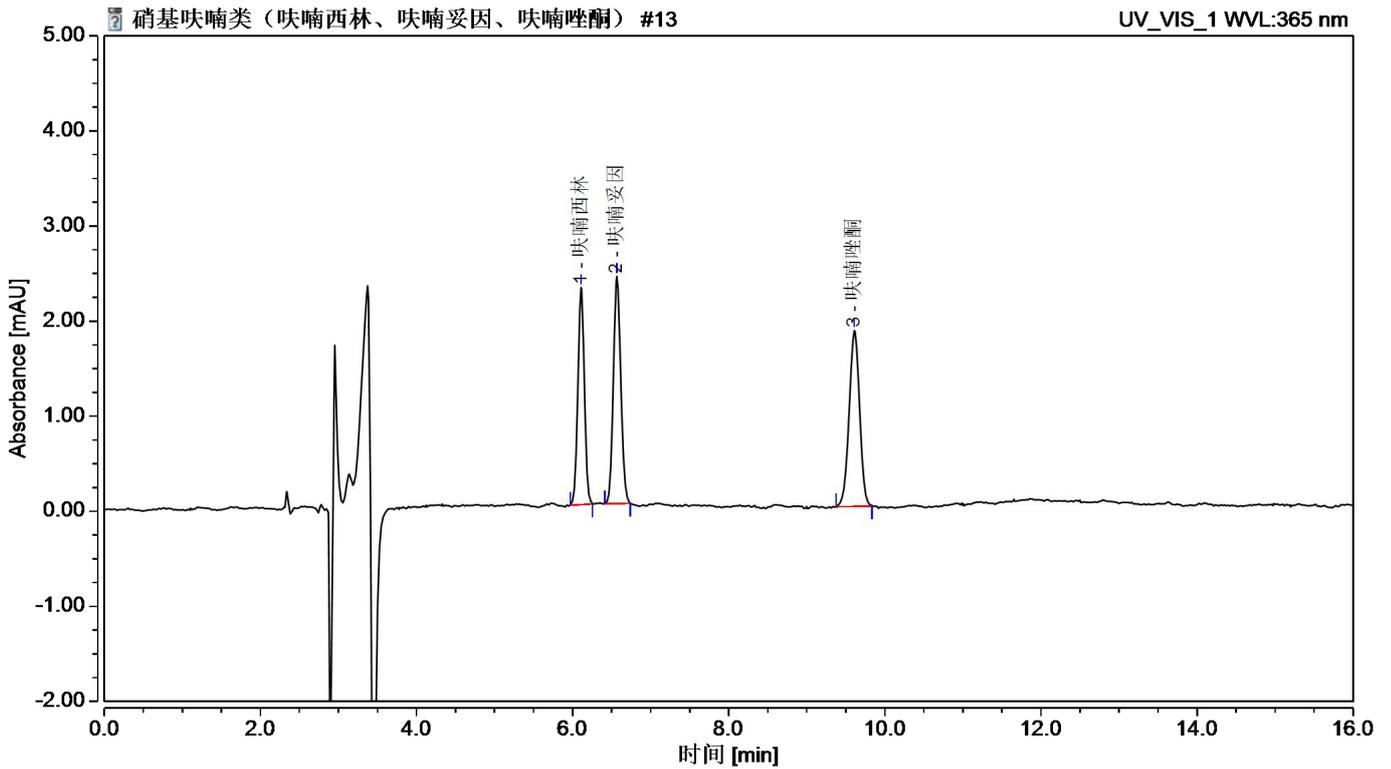


图 1.硝基咪唑类药物混标 0.2 μ g/mL 图谱

(从左往右依次为呋喃西林，呋喃妥因，呋喃唑酮)

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	不对称度	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)	(EP)
呋喃西林	6.108	0.220	2.284	28.57	1.06	1.02	2.83	26036
呋喃妥因	6.566	0.263	2.388	34.18	1.17	1.10	14.61	22863
呋喃唑酮	9.608	0.287	1.850	37.25	1.01	0.99	n.a.	24825

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

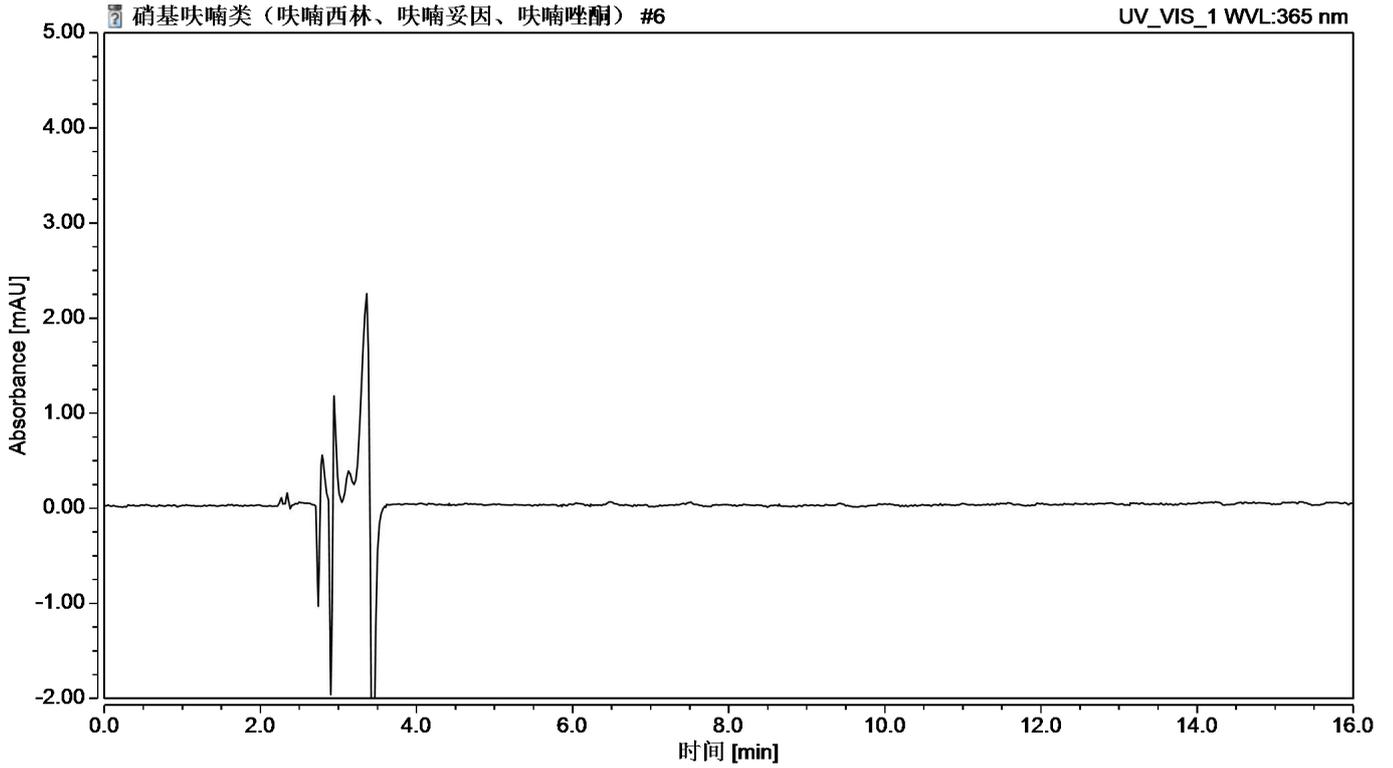


图 2 配合饲料样过柱图谱

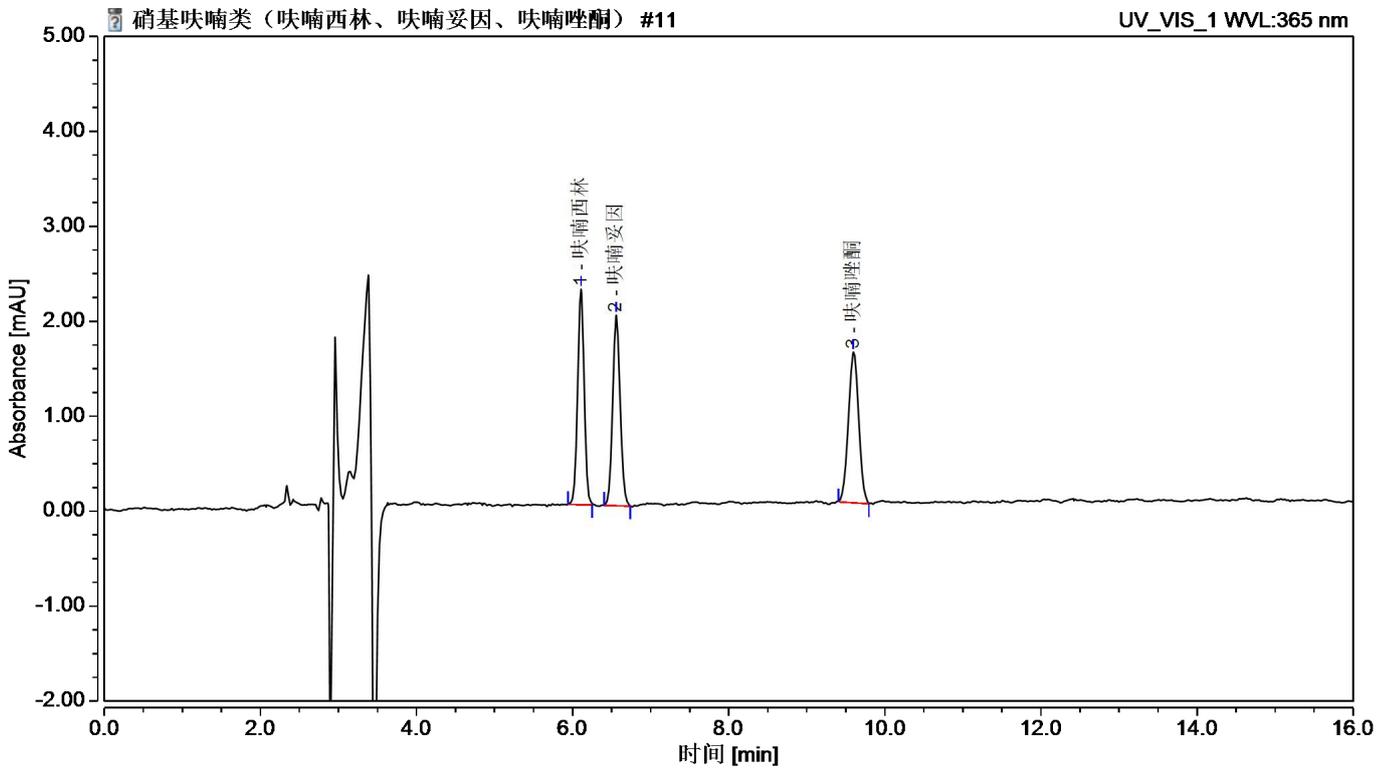


图 3 .配合饲料样加标 1 mg/kg 图谱

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

表 2. 回收表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值
呋喃西林	1 mg/kg	84%	3.51%
呋喃妥因		80%	3.56%
呋喃唑酮		80%	3.57%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom®P-SCX, 60mg/3mL, 50pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30113	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
00101-21043	液相色谱柱	Ultimate®XB-C18, 4.6×250mm,5µm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22µm,100pk
00826-N201P250	呋喃西林标准品	CAS No.:59-87-0,250mg
00826-N205P100	呋喃妥因标准品	CAS No.:67-20-9,100mg
00826-F231P250	呋喃唑酮标准品	CAS No.:67-45-8,250mg

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