



中华人民共和国国家标准

GB/T 22259—2008

饲料中土霉素的测定 高效液相色谱法

Determination of oxytetracycline in feeds—
High performance liquid chromatography

2008-08-01 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：农业部饲料质量监督检验测试中心（南京）。

本标准主要起草人：宋慧敏、耿士伟、冯三令、储瑞武、冯群科、贾书静。

饲料中土霉素的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了饲料中土霉素含量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料中土霉素的测定,检出限为 0.5 mg/kg,定量限为 2 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 原理

试样中土霉素经酸性溶液提取后,注入高效液相色谱仪反相色谱系统中进行分离,用紫外检测器(或二极管阵列检测器)检测,外标法计算土霉素的含量。

4 试剂和溶液

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水,色谱用水符合 GB/T 6682 中一级用水规定。

4.1 盐酸:优级纯。

4.2 盐酸溶液(0.05 mol/L):取盐酸(4.1)4.5 mL,溶解于 1 000 mL 水中。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 磷酸二氢钠。

4.5 磷酸。

4.6 磷酸盐缓冲液:取磷酸二氢钠(4.4)1.2 g,加水使溶解并稀释至 1 000 mL,用磷酸(4.5)调 pH 值至 3.50,摇匀,过滤。

4.7 土霉素标准品:纯度应大于 97.0%。

4.8 土霉素标准贮备液:准确称取已知纯度的土霉素标准品 20 mg,置于 100 mL 棕色容量瓶中,用盐酸溶液(4.2)溶解定容、摇匀,其浓度为 0.2 mg/mL。贮存于 4 ℃ 冰箱中,溶液有效期 1 个月。

4.9 土霉素标准曲线工作液:分别准确移取标准贮备液(4.8)0.05、0.50、2.50、7.50、12.5、25 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中,用水定容至刻度。该标准系列中土霉素的相应浓度分别为 0.1、1、5、15、25、50 $\mu\text{g/mL}$ 。现配现用。

5 仪器和设备

5.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.2 振荡器。