

饲料中土霉素含量的测定 GB/T 22259-2008

1、适用范围

适用于配合饲料、浓缩饲料和添加剂预混合饲料中土霉素的测定（该实验选用基质浓缩饲料）。

参考标准：《GB/T 22259-2008 饲料中土霉素含量的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 盐酸溶液：取盐酸 4.5mL，溶解于 1000mL 水中。
- 2) 标准工作液：称取土霉素 5mg，用盐酸溶液溶解并定容至 10mL，浓度为 500 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 3) 磷酸盐缓冲液：取磷酸二氢钠 1.2g，用水溶解并定容至 1000mL，用磷酸调节 pH 至 3.50，摇匀。
- 4) 提取剂：量取 650mL 丙酮，加入 350mL 盐酸溶液，超声混匀，待用。

3、提取步骤

称取试样 5g（精确至 0.001g），于 250mL 具塞锥形瓶中，加入 100mL 提取剂，混匀，超声提取 20min，取适量提取液于 5000r/min 离心 3min，准确吸取 1mL 上清液于 15mL 离心管中，于 35℃氮吹除去丙酮，用盐酸溶液复溶至 1mL，过 0.22 μm 滤膜，待检测。

4、注意事项

加标水平：5g 样品中加入 100 μL 500 $\mu\text{g/mL}$ 混合标准工作液，取 1mL 上机，因此加标水平为 10mg/kg，最终机度数为 0.5mg/L。



5、色谱条件

色谱柱：月旭 Xtimate® C18,4.6×150mm,5μm;

流动相：磷酸盐缓冲液+水=84+16，混匀；

流速：1.0mL/min;

柱温：25℃;

进样量：20μL;

检测波长：353nm。

7、色谱图或者加标回收率结果

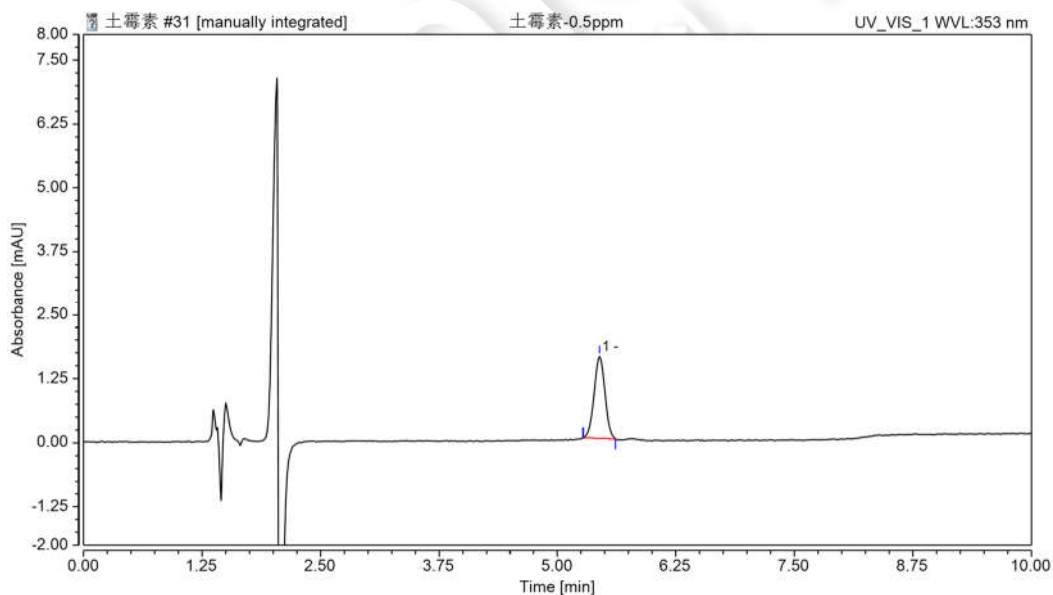


图 1、土霉素 0.5 mg/L 图谱

表 1、出峰情况

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
-----	------	-----	----	-------	------	-----



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

	min	mAU*m in	mAU	%	EP	(USP)
土霉素	5.433	0.211	1.608	100	1.01	10776

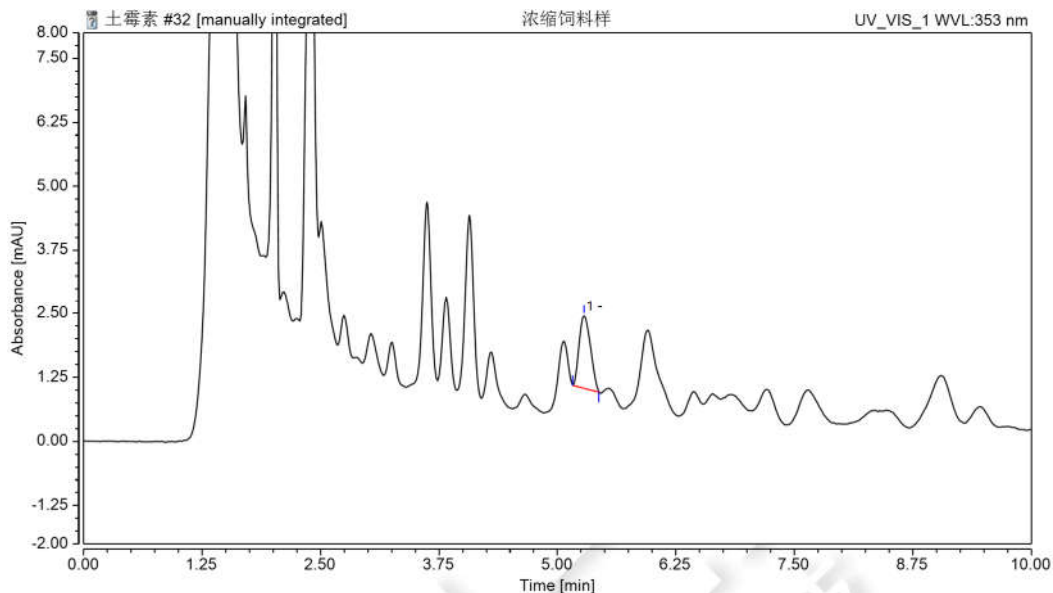


图 2、浓缩饲料样品空白 图谱

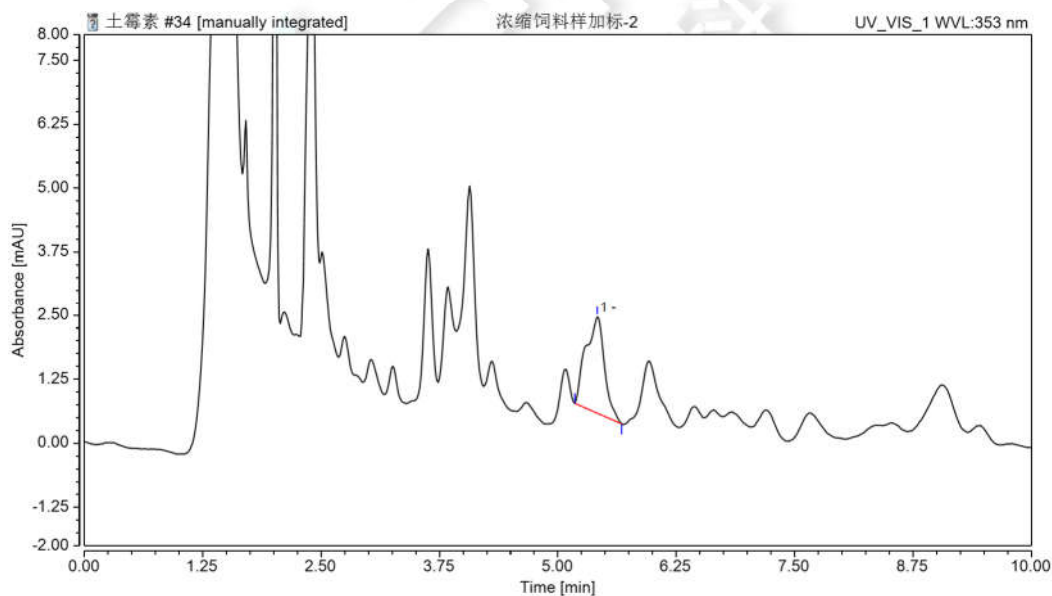


图 3、浓缩饲料样加标 10mg/kg 图谱



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

表 2、加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
土霉素	10	103	4.85

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 离心管 一次性离心管，平盖，锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌，50mL，50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 离心管 一次性离心管，平盖，锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌，15mL，50/包
00824-31001	固相萃取装置	Welch 固相萃取装置，12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom® 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	Welchrom® 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
00101-21041	液相色谱柱	Xtimate® C18, 4.6×150mm,5μm
00826-0050P100	土霉素标准品	A2S, CAS No.:79-57-2,100mg





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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com