

饲料中泰乐菌素含量的测定 GB/T 30945-2014

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（该实验选用基质添加剂预混合饲料）。

本标准不适用于添加尿素的饲料。

参考标准：《GB/T 30945-2014 饲料中泰乐菌素的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 乙腈溶液（50%）：取乙腈 100mL，与 100mL 水混合。
- 2) 标准工作液：称取泰洛星 5mg，用乙腈溶液溶解并定容至 10mL，浓度为 500 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 3) 0.005mol/L 磷酸二氢铵冲液：称取磷酸二氢铵 0.5751g，用水溶解并定容至 1000mL，过 0.45 μm 滤膜抽滤。
- 4) 盐酸溶液（1mol/L）：取 9mL 盐酸于 100mL 容量瓶中，用水稀释并定容。
- 5) 乙酸钠缓冲液：称取 12.30g 无水乙酸钠用 1000mL 水溶解，用 1mol/L 盐酸溶液调节 pH 至 5.5。
- 6) 流动相：乙腈-甲醇-磷酸二氢铵冲液-水=70:50:20:60。

3、提取步骤

称取试样 2g（精确至 0.01g），于 50mL 具塞离心管中，加入 25mL 二氯甲烷，涡旋混匀，超声提取 20min，于 5000r/min 离心 3min，用快速滤纸过滤，收集于

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



100mL 浓缩瓶中，于 45°C 旋蒸至干，加入 0.5mL 甲醇，用 4.5mL 乙酸钠缓冲液多次润洗浓缩瓶，洗液合并入 15mL 离心管中，加入 5mL 正己烷，涡旋混匀，4000r/min 离心 5min，弃去正己烷层，下层水相待净化。

4、净化

SPE 小柱：Welchrom® BRP，规格：200mg/3mL。

活化：5mL 甲醇，5mL 水，弃去；

上样：全部上样，弃去；

淋洗：5mL 水；

洗脱：6mL 甲醇；

洗脱液于 40°C 氮吹至干，加入 1mL 50% 乙腈水，过 0.22 μ m 滤膜，待测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：2g 样中加入 40 μ L 500 μ g/mL 混合标准工作液，复溶 1mL 上机，因此加标水平为 10mg/kg，最终机度数为 20mg/L。
- 2) 洗脱液在氮吹时必须吹干，如有剩余甲醇会导致目标峰分叉。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6 \times 250mm, 5 μ m

流动相：2-6

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

进样量：20 μ L

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



检测波长：290nm

7、色谱图或者加标回收率结果

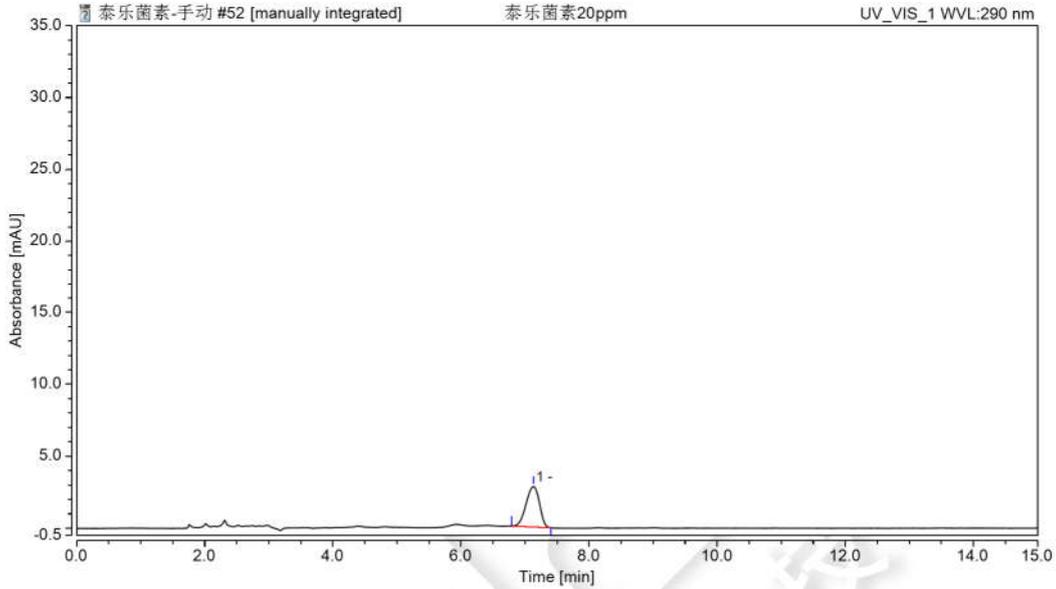


图 1. 泰洛星标准溶液 20 mg/L 图谱

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
	min	mAU*min	mAU	%	EP	(USP)
泰洛星	7.133	0.6792	2.82	100	0.98	6290



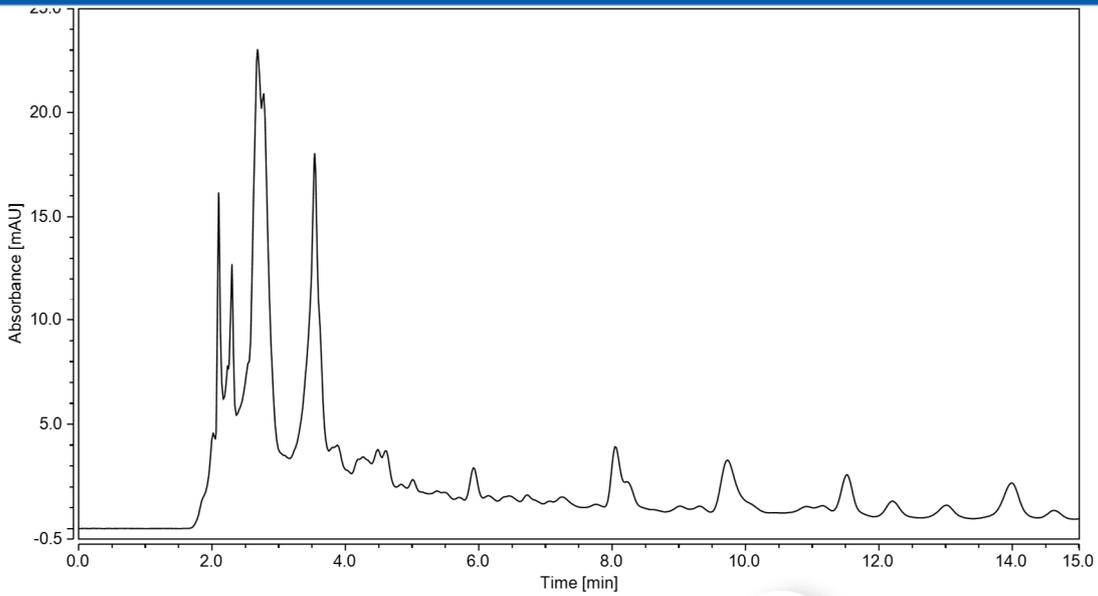


图 2. 饲料样品空白图谱

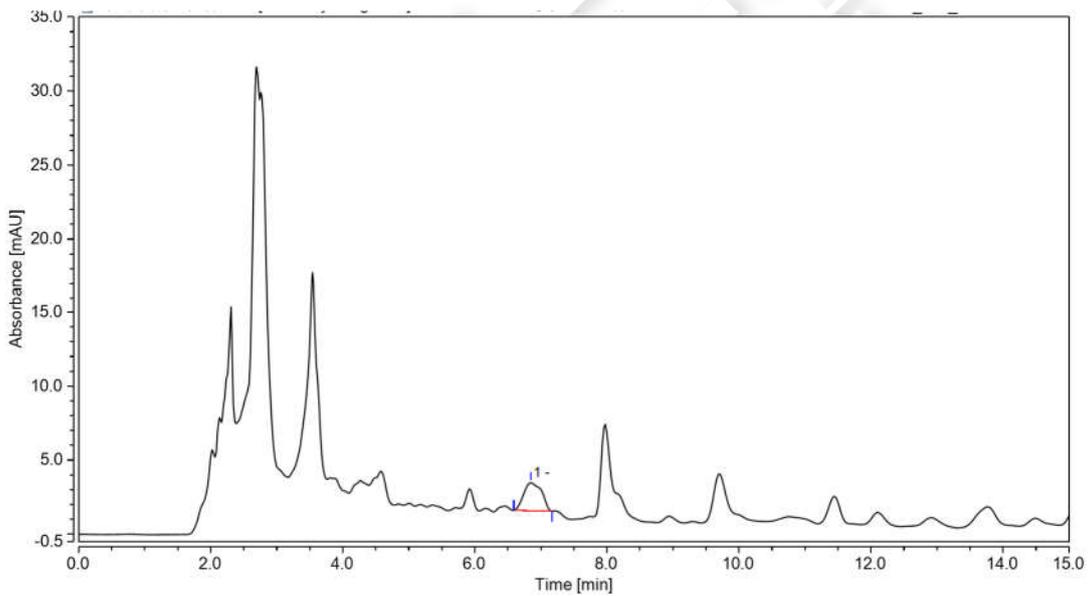


图 3. 饲料样加标 10mg/kg 图谱



表 2、加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
泰洛星	10	89	2.33

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20004	SPE 小柱	Welchrom [®] BRP,200mg/3mL,50pk
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
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate [®] XB-C18, 4.6×250mm,5μm
00826-T161P010	泰乐菌素/泰乐星标准品	A2S, CAS No.:1401-69-0,10mg



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