ICS 65.120
CCS B 46

中华人民共和国国家标准

GB/T 22259—2025
代替 GB/T 22259—2008

饲料中土霉素的测定

Determination of oxytetracycline in feeds

2025-08-01 发布　　2026-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 22259—2008《饲料中土霉素的测定　高效液相色谱法》，与GB/T 22259—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）　更改了适用范围、检出限和定量限（见第1章，2008年版的第1章）；

b）　增加了液相色谱-串联质谱法（见第4章）；

c）　更改了原理（见5.1，2008年版的第3章）；

d）　更改了试剂或材料（见5.2，2008年版的第4章）；

e）　更改了仪器设备（见5.3，2008年版的第5章）；

f）　更改了样品（见5.4，2008年版的第6章）；

g）　更改了试验步骤（见5.5，2008年版的第7章）；

h）　更改了试验数据处理（见5.6，2008年版的第8章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）提出并归口。

本文件起草单位：河南省农畜水产品检验技术研究院、陕西省畜牧技术推广总站。

本文件主要起草人：吴宁鹏、彭丽、李宏、李慧素、崔超、胡艳丽、张振宇、张崇威、晁娟娟、孟蕾、贾玉华。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2008年首次发布为GB/T 22259—2008；

——本次为第一次修订。

饲料中土霉素的测定

1 范围

本文件描述了饲料中土霉素的液相色谱-串联质谱和高效液相色谱测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料、饲料原料和混合型饲料添加剂中土霉素的测定。

本文件液相色谱-串联质谱法的检出限为0.02 mg/kg、定量限为0.05 mg/kg;高效液相色谱法配合饲料(水产配合饲料除外)、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料的检出限为1.0 mg/kg、定量限为2.0 mg/kg,水产配合饲料的检出限为5.0 mg/kg、定量限为10.0 mg/kg,添加剂预混合饲料和混合型饲料添加剂的检出限为2.5 mg/kg、定量限为5.0 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)

4.1 原理

试样中的土霉素用盐酸甲醇溶液或缓冲溶液提取,提取溶液经稀释或HLB固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,基质匹配标准曲线校正,外标法定量。

4.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.2.1 水:GB/T 6682,一级。

4.2.2 乙腈:色谱纯。

4.2.3 甲醇:色谱纯。

4.2.4 甲酸:色谱纯。

4.2.5 盐酸甲醇溶液:移取20 mL盐酸溶于1 000 mL甲醇中,混匀。

4.2.6 盐酸溶液(1 mol/L):移取9 mL盐酸,加水稀释至100 mL,混匀。

4.2.7 氢氧化钠溶液(1 mol/L):称取氢氧化钠4 g,加水溶解并稀释至100 mL,混匀。

4.2.8 缓冲溶液Ⅰ:分别称取一水柠檬酸12.9 g、十二水磷酸氢二钠27.6 g和二水乙二胺四乙酸二钠