

中华人民共和国国家标准

农业农村部公告第 358 号 — 3 — 2020

饲料中 7 种青霉素类药物含量的测定

Determination of 7 Penicillins in feeds

2020-11-12 发布

2021-03-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由农业农村部畜牧兽医局提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本标准起草单位：浙江省兽药饲料监察所、广东省农业科学院农产品公共监测中心、广东农科监测科技有限公司。

本标准主要起草人：周炜、黄晓梅、王威利、张航俊、丁晨红、侯轩、何绮霞、郭炫君、苏秋权、罗成江、林雪贤、李亚菲、张晓丽、刘海燕。

饲料中 7 种青霉素类药物含量的测定

1 范围

本标准规定了饲料中青霉素、青霉素 V、氯唑西林、苯唑西林、氨苄西林、阿莫西林和双氯西林测定的高效液相色谱法和液相色谱-串联质谱法。

本标准两种方法适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和维生素预混合饲料中 7 种青霉素类药物含量的测定。

本标准液相色谱法测定配合饲料、浓缩饲料、精料补充料的检出限为 2.5 mg/kg, 定量限为 5 mg/kg; 维生素预混合饲料的检出限为 1.0 mg/kg, 定量限为 2.0 mg/kg。液相色谱-串联质谱法对上述各种饲料的检出限均为 0.05 mg/kg, 定量限为 0.1 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 高效液相色谱法

3.1 原理

配合饲料、浓缩饲料、精料补充料试样采用 20% 乙腈溶液提取(维生素预混合饲料试样经 Na_2EDTA -Mcllvaine 缓冲溶液提取, HLB 固相萃取小柱净化), 用三氮唑-氯化汞衍生, 高效液相色谱仪测定, 基质匹配标准溶液校准, 外标法定量。

3.2 试剂或材料

除非另有规定, 仅使用分析纯试剂。

3.2.1 水: GB/T 6682, 一级。

3.2.2 乙腈: 色谱纯。

3.2.3 甲醇: 色谱纯。

3.2.4 氢氧化钠溶液(5 mol/L): 称取氢氧化钠 20 g, 用水溶解并稀释至 100 mL。

3.2.5 50% 乙腈溶液: 准确量取 50 mL 乙腈(3.2.2), 加水定容至 100 mL, 混匀。

3.2.6 20% 乙腈溶液: 准确量取 20 mL 乙腈(3.2.2), 加水定容至 100 mL, 混匀。

3.2.7 Na_2EDTA -Mcllvaine 缓冲液: 分别称取柠檬酸 0.47 g、磷酸氢二钠 70.0 g、乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA) 37.2 g, 加水至 900 mL 使溶解, 用 5 mol/L 氢氧化钠溶液(3.2.4)调节 pH 至 8, 加水至 1 000 mL, 混匀。

3.2.8 苯甲酸酐溶液: 准确称取苯甲酸酐 2.262 g, 用乙腈(3.2.2)溶解并定容至 50 mL, 4℃ 避光保存, 有效期为 3 个月。

3.2.9 氯化汞溶液(0.1 mol/L): 准确称取氯化汞 0.27 g, 用水溶解并定容至 10 mL, 临用现配。

3.2.10 衍生化试剂: 准确称取 1,2,4-三氮唑 13.78 g 于 100 mL 棕色瓶中, 用 60 mL 水溶解, 加入 0.1 mol/L 氯化汞溶液(3.2.9) 10 mL, 用 5 mol/L 氢氧化钠溶液(3.2.4)调节 pH 至 9.0 ± 0.5 , 用水稀释至 100 mL, 如有浑浊取上清液使用。4℃ 避光保存, 有效期为 3 个月。

3.2.11 0.05 mol/L 磷酸盐缓冲溶液: 取五水合硫代硫酸钠 2.00 g, 用水溶解, 再加入二水合磷酸二氢钠 5.00 g、无水磷酸氢二钠 2.50 g 和四丁基硫酸氢铵 3.25 g, 用水定容至 1 000 mL。

3.2.12 标准品:青霉素(Penicillin, $C_{16}H_{18}N_2O_4S$, CAS 号:61-33-6)、青霉素 V(Penicillin V, $C_{16}H_{18}N_2O_5S$, CAS 号:87-08-1)、氯唑西林(Cloxacin, $C_{19}H_{18}ClN_3O_5S$, CAS 号:61-72-3)、苯唑西林(Oxacillin, $C_{19}H_{19}N_3O_5S$, CAS 号:66-79-5)、氨苄西林(Ampicillin, $C_{16}H_{19}N_3O_4S$, CAS 号:69-53-4)、阿莫西林(Amoxicillin, $C_{16}H_{19}N_3O_5S$, CAS 号:26787-78-0)、双氯西林(Dicloxacin, $C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_5S$, CAS 号:3116-76-5),纯度不低于 95%。

注:标准品可含结晶水或为相应的盐。

3.2.13 标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):称取适量青霉素类药物标准品(精确至 0.01 mg)(3.2.12),分别置于 10 mL 棕色容量瓶中,用 50%乙腈溶液(3.2.5)溶解并定容,摇匀,置于一20℃储藏,有效期为 1 个月。如所用标准品为相应的盐或含结晶水,应折算成有效成分。

3.2.14 混合标准工作溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):准确量取青霉素标准储备溶液(3.2.13)各 1.0 mL,置于同一 10 mL 容量瓶中,用 50%乙腈溶液(3.2.5)稀释至刻度,于一20℃保存,有效期为 1 个月。

3.2.15 亲水亲脂平衡型(HLB)固相萃取小柱:200 mg/6 mL,或性能相当者。

3.2.16 微孔滤膜:0.45 μm ,有机系。

3.3 仪器设备

3.3.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器。

3.3.2 分析天平:感量 0.001 g 和 0.01 mg。

3.3.3 涡旋混合器。

3.3.4 水浴锅。

3.3.5 振荡仪。

3.3.6 超声波清洗机。

3.3.7 冷冻离心机:转速不低于 10 000 r/min。

3.3.8 固相萃取装置。

3.4 样品

按 GB/T 20195 的规定制备样品,至少约 200 g,粉碎使其全部通过 0.42 mm 孔径的分析筛,充分混匀,装入磨口瓶中,避光保存,备用。选取与待测样品类型相同,均匀一致,且在待测物保留时间处,仪器响应值小于方法定量限 30%的饲料样品,作为空白样品。

3.5 试验步骤

3.5.1 提取净化

3.5.1.1 配合饲料、浓缩饲料、精料补充料

平行做 2 份试验。称取试样 2 g,精确至 0.001 g,于 50 mL 离心管中,准确加入 20%乙腈溶液(3.2.6)20 mL,涡旋 30 s,振荡 20 min。10 000 r/min 离心 5 min。准确量取 500 μL 上清液于 2 mL 一次性塑料离心管中,待衍生化。

3.5.1.2 维生素预混合饲料

平行做 2 份试验。称取试样 2 g,精确至 0.001 g,于 50 mL 离心管中,准确加入 $\text{Na}_2\text{EDTA-McIlvaine}$ 缓冲液 20 mL,涡旋混合 30 s,超声 10 min,于 10 000 r/min 离心 5 min,取上清液,备用。取 HLB 固相萃取小柱(3.2.15),依次用甲醇(3.2.3)、水各 5 mL 活化,准确移取 5 mL 备用液过柱,用 3 mL 水淋洗,真空抽干。准确移取 5 mL 乙腈(3.2.2)洗脱,挤干 HLB 柱,收集洗脱液于 15 mL 离心管中,涡旋混匀,准确量取 500 μL 洗脱液于 2 mL 一次性塑料离心管中,待衍生化。

3.5.2 衍生化

向 3.5.1.1 或 3.5.1.2 待衍生的试样溶液中,加入 50 μL 苯甲酸酐溶液(3.2.8),涡旋混匀,置于 50℃水浴锅中反应 5 min,冰浴快速冷却至室温,加入 450 μL 衍生化试剂(3.2.10),涡旋混匀,65℃水浴锅中反应 10 min,冰浴快速冷却至室温。于 4℃下 10 000 r/min 离心 3 min,取上层清液过微孔滤膜,6 h 内上机测定。

3.5.3 基质匹配标准系列溶液及其衍生物的制备

称取空白试样 2 g, 精确至 0.001 g, 按 3.5.1.1 或 3.5.1.2 步骤操作, 制备空白基质溶液。加入 100 $\mu\text{g/mL}$ 标准工作液(3.2.14)适量, 配制成浓度为 0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、0.75 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.00 $\mu\text{g/mL}$ 和 20.00 $\mu\text{g/mL}$ 的基质匹配标准系列溶液。取该标准系列溶液各 500 μL , 按照 3.5.2 步骤操作, 所得终浓度分别为 0.25 $\mu\text{g/mL}$ 、0.375 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.5 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 和 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 基质匹配标准工作液衍生物, 6 h 内上机测定。

3.5.4 测定

3.5.4.1 液相色谱参考条件

色谱柱: C_{18} 柱, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5.0 μm ; 或性能相当者。

流速: 1.0 mL/min。

柱温: 30℃。

进样量: 50 μL 。

检测波长: 325 nm。

流动相: A 为 0.05 mol/L 磷酸盐缓冲溶液(3.2.11); B 为乙腈(3.2.2), 梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

时间, min	A, %	B, %
0.0	65	35
0.5	65	35
1.0	60	40
6.0	50	50
10.0	40	60
12.0	40	60
13.0	65	35
16.0	65	35

3.5.4.2 基质匹配标准曲线系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下, 分别取基质匹配标准系列溶液(3.5.3)和试样溶液(3.5.2)上机测定。7 种青霉素类标准溶液的高效液相色谱图参见附录 A。

3.5.4.3 定性

以保留时间定性, 试样溶液中青霉素类药物保留时间应与标准系列工作溶液中目标化合物的保留时间一致, 其相对偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内。

3.5.4.4 定量

以基质匹配标准系列溶液中青霉素类衍生物的浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 其相关系数应不低于 0.99。试样溶液与标准溶液中待测物的响应值均应在仪器检测的线性范围内, 如超出线性范围, 应重新试验或将试样溶液和基质匹配标准溶液作相应稀释 n 倍后重新衍生测定。单点校准定量时, 试样溶液中待测物的浓度与标准溶液浓度相差不超过 30%。

3.6 试验数据处理

试样中待测物有效成分的含量以质量分数 w_i 计, 数值以毫克每千克(mg/kg)表示。多点校准按式(1)计算, 单点校准按式(2)计算。

$$w_i = \frac{\rho_i \times V_1 \times V_2 \times 1000}{m \times V_3 \times 1000} \times n \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_i ——从基质匹配标准曲线查得的试样溶液中相应青霉素类药物 i 的浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——试样提取液的体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——衍生化后所得溶液总体积, 单位为毫升(mL);

V_3 ——用于衍生化的提取液体积(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

n ——超出线性范围后,需要进一步稀释的倍数。

$$w_i = \frac{A_i \times \rho_{si} \times V_1 \times V_2 \times 1000}{A_{si} \times m \times V_3 \times 1000} \times n \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_i ——试样溶液中相应青霉素类药物 i 衍生物的峰面积;

A_{si} ——基质匹配标准溶液中相应青霉素类药物 i 的峰面积;

ρ_{si} ——基质匹配标准溶液中相应青霉素类药物 i 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——试样提取液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——衍生化后所得溶液总体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——用于衍生化的提取液体积(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

n ——超出线性范围后,需要进一步稀释的倍数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,计算结果保留 3 位有效数字。

3.7 精密度

在重复性条件下,2 次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 20%。

4 液相色谱-串联质谱法

4.1 原理

配合饲料、浓缩饲料和精料补充料试样经 20%乙腈溶液提取,供液相色谱-串联质谱仪测定,基质匹配外标法定量;维生素预混合饲料试样经 Na_2EDTA -Mcllvaine 缓冲液提取,HLB 固相萃取小柱净化,洗脱液吹干后,用 20%乙腈溶液溶解,供高效液相色谱-串联质谱仪检测,基质匹配外标法定量。

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 甲酸:色谱纯。

4.2.4 甲醇。

4.2.5 氢氧化钠溶液(5 mol/L):称取氢氧化钠 20 g,用水溶解并稀释至 100 mL。

4.2.6 20%乙腈溶液:取乙腈(4.2.2)200 mL,加水 800 mL,混匀。

4.2.7 Na_2EDTA -Mcllvaine 缓冲液:分别称取柠檬酸 0.47 g、磷酸氢二钠 70.0 g、乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)37.2 g,加水 900 mL 使溶解,用 5 mol/L 氢氧化钠溶液(4.2.5)调节 pH 至 8,加水至 1 000 mL,混匀。

4.2.8 0.2%甲酸溶液:取甲酸(4.2.3)2.0 mL,加水至 1 000 mL,混匀。

4.2.9 标准品:同 3.2.12。

4.2.10 标准储备溶液(1 mg/mL):精确称取 7 种标准品(4.2.9)适量(精确至 0.01 mg),分别置于 10 mL 棕色容量瓶中,用 20%乙腈溶液(4.2.6)溶解并定容至刻度。4℃冷藏保存,有效期为 7 d。如所用标准品为相应的盐或含结晶水,应折算成有效成分。

4.2.11 混合标准工作溶液(1 $\mu\text{g/mL}$):准确移取标准储备溶液(4.2.10)各 100 μL ,置于同一 100 mL 容量瓶中,用 20%乙腈溶液(4.2.6)稀释定容。现配现用。

4.2.12 亲水亲脂平衡型(HLB)固相萃取柱:200 mg/6 mL,或性能相当者。

4.2.13 微孔滤膜:有机系,0.22 μm 。

4.3 仪器设备

4.3.1 液相色谱-串联质谱仪:配有电喷雾电离源。

4.3.2 电子天平:感量 0.001 g。

4.3.3 分析天平:感量 0.01 mg。

4.3.4 离心机:转速不低于 10 000 r/min。

4.3.5 涡旋混合器。

4.3.6 振荡器。

4.3.7 酸度计。

4.3.8 氮吹仪。

4.3.9 固相萃取装置。

4.4 样品

同 3.4。

4.5 试验步骤

4.5.1 提取净化

4.5.1.1 配合饲料、浓缩饲料和精料补充料

平行做 2 份试验。称取试样约 2 g,精确至 0.001 g,于 50 mL 离心管中,准确加入 20%乙腈溶液(4.2.6)20 mL,涡旋混合 30 s,振荡 20 min,于 10 000 r/min 离心 5 min,取上清液过微孔滤膜,待测。

4.5.1.2 维生素预混合饲料

平行做 2 份试验。称取试样约 2 g,精确至 0.001 g,于 50 mL 离心管中,准确加入 Na_2EDTA -Mcllvaine 缓冲液 20 mL,涡旋混合 30 s,振荡 20 min,于 10 000 r/min 离心 5 min,取上清液,备用。

固相萃取小柱依次经 5 mL 甲醇(4.2.4)和 5 mL 水活化,准确移取 5.0 mL 备用液过柱,用 5 mL 水淋洗,挤干。用 6 mL 乙腈洗脱,收集全部洗脱液。于 40℃ 下,氮吹至干。用 5.0 mL 20%乙腈溶液(4.2.6)复溶,涡旋混匀,过微孔滤膜,待测。

4.5.1.3 基质匹配标准系列溶液的制备

取基质空白试样,按 4.5.1.1 或 4.5.1.2 处理得到空白基质溶液。分别取适量的混合标准工作溶液(4.2.11),于 40℃ 下,氮吹至干,以空白基质溶液进行稀释,配制成 10 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、500 ng/mL 和 1 000 ng/mL 基质匹配标准系列溶液,待测。

4.5.2 测定

4.5.2.1 液相色谱参考条件

色谱柱: C_{18} 柱,柱长 150 mm,内径 3.0 mm,粒径 3.0 μm ,或性能相当者。

柱温:30℃。

流速:0.3 mL/min。

进样量:5 μL 。

流动相:A 为 0.2%甲酸溶液(4.2.8);B 为乙腈(4.2.2)。梯度洗脱程序见表 2。

表 2 梯度洗脱程序

时间, min	A, %	B, %
0.0	80	20
3.0	20	80
8.0	20	80
9.0	80	20
12.0	80	20

4.5.2.2 质谱参考条件

电离方式:电喷雾电离,正离子模式(ESI^+)。
检测方式:多反应监测(MRM)。
毛细管电压:5 500 V。
离子源温度:500℃。
去簇电压、碰撞能量等电压值应优化至最佳灵敏度。
多反应监测(MRM)离子对、去簇电压及碰撞能量等见表 3。

表 3 7 种青霉素类药物的定性、定量离子对及其他参考质谱条件

被测物名称	监测离子对, m/z	去簇电压, V	碰撞能量, eV
阿莫西林	$366.3 > 113.9^a$	21	24
	$366.3 > 134.0$		40
氨苄西林	$350.3 > 160.0^a$	27	17
	$350.3 > 192.0$		21
青霉素 V	$351.3 > 160.0^a$	25	15
	$351.3 > 192.0$		15
苯唑西林	$402.3 > 160.0^a$	43	16
	$402.3 > 213.0$		18
氯唑西林	$436.2 > 166.0^a$	50	16
	$436.2 > 276.0$		19
双氯西林	$470.2 > 166.0^a$	60	16
	$470.2 > 310.9$		17
青霉素	$335.3 > 160.0^a$	44	15
	$335.3 > 176.0$		16

^a 为定量离子。

4.5.2.3 基质匹配标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下,分别取基质匹配标准系列溶液(4.5.1.3)和试样溶液(4.5.1.1 或 4.5.1.2)上机测定。7 种青霉素类药物标准溶液定量离子色谱图参见附录 B。

4.5.2.4 定性

在相同试验条件下,试样溶液与基质匹配标准系列溶液中待测物的保留时间相对偏差应在 $\pm 2.5\%$ 之内。根据表 2 选择的定性离子对,比较试样谱图中待测物定性离子的相对离子丰度与浓度接近的基质匹配标准系列溶液中对应的定性离子的相对离子丰度,若偏差超过表 4 规定的范围,则可判定为样品中存在对应的待测物。

表 4 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

单位为百分号

相对离子丰度	>50	$>20 \sim 50$	$>10 \sim 20$	≤ 10
最大允许偏差	± 20	± 25	± 30	± 50

4.5.2.5 定量

以待测药物的浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,标准曲线的相关系数应不低于 0.99。试样溶液与标准溶液中待测物的响应值均应在仪器检测的线性范围内,如超出线性范围,应重新试验或将试样溶液和基质匹配标准溶液作相应稀释 n 倍后重新测定。单点校准定量时,试样溶液中待测物的浓度与标准溶液浓度相差不超过 30%。

4.6 试验数据处理

4.6.1 配合饲料、浓缩饲料和精料补充料

试样中待测物有效成分的含量以质量分数 w_i 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,多点校准按式(3)计算,单点校准,外标法按式(4)计算。

$$w_i = \frac{\rho_i \times V}{m \times 1000} \times n \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- ρ_i ——由标准曲线得到的试样溶液中相应青霉素类药物 i 的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——提取溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- n ——上机测定的试样溶液浓度超出线性范围后,进一步稀释的倍数。

$$w_i = \frac{A_i \times \rho_{si} \times V}{A_{si} \times m \times 1000} \times n \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- A_i ——试样溶液中待测物 i 的色谱峰面积;
- A_{si} ——基质匹配标准工作液中相应青霉素类药物 i 的色谱峰面积;
- ρ_{si} ——基质匹配标准工作液中相应青霉素类药物 i 的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——试样提取液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- n ——上机测定的试样溶液浓度超出线性范围后,进一步稀释的倍数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留 3 位有效数字。

4.6.2 维生素预混合饲料

试样中待测物有效成分的含量以质量分数 w_i 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,多点校准按式(5)计算,单点校准,外标法按式(6)计算。

$$w_i = \frac{\rho_i \times V \times V_1}{m \times V_2 \times 1000} \times n \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- ρ_i ——由标准曲线得到的试样溶液中相应青霉素类药物 i 的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——提取溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——氮气吹干后复溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——净化时所用试样提取溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- n ——上机测定的试样溶液浓度超出线性范围后,进一步稀释的倍数。

$$w_i = \frac{A_i \times \rho_{si} \times V \times V_1}{A_{si} \times m \times V_2 \times 1000} \times n \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- A_{si} ——基质匹配标准工作液中相应青霉素类药物 i 的峰面积;
- A_i ——试样溶液中相应青霉素类药物 i 的色谱峰面积;
- ρ_{si} ——基质匹配标准工作液中相应青霉素类药物 i 的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——试样提取液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——氮气吹干后复溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——净化时所用试样提取溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- n ——上机测定的试样溶液浓度超出线性范围后,进一步稀释的倍数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留 3 位有效数字。

4.7 精密度

在重复性条件下,2 次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 20%。

附录 A
(资料性附录)

7 种青霉素类药物标准溶液的高效液相色谱图

7 种青霉素类药物标准溶液的高效液相色谱图见图 A.1。

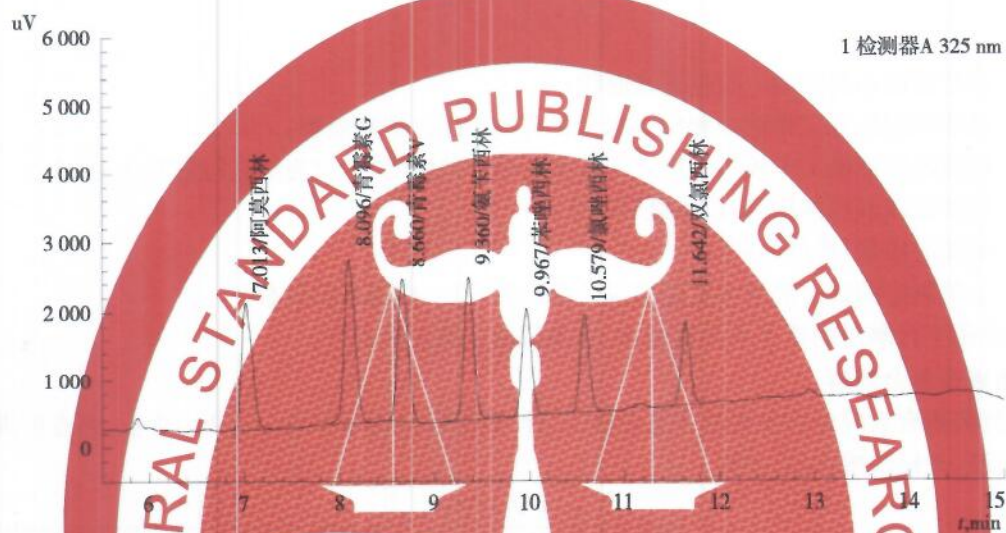


图 A.1 7 种青霉素类药物标准溶液(0.5 $\mu\text{g/mL}$)的高效液相色谱图

附录 B
(资料性附录)

7 种青霉素类药物标准溶液的定量离子色谱图

7 种青霉素类药物标准溶液的定量离子色谱图见图 B.1。

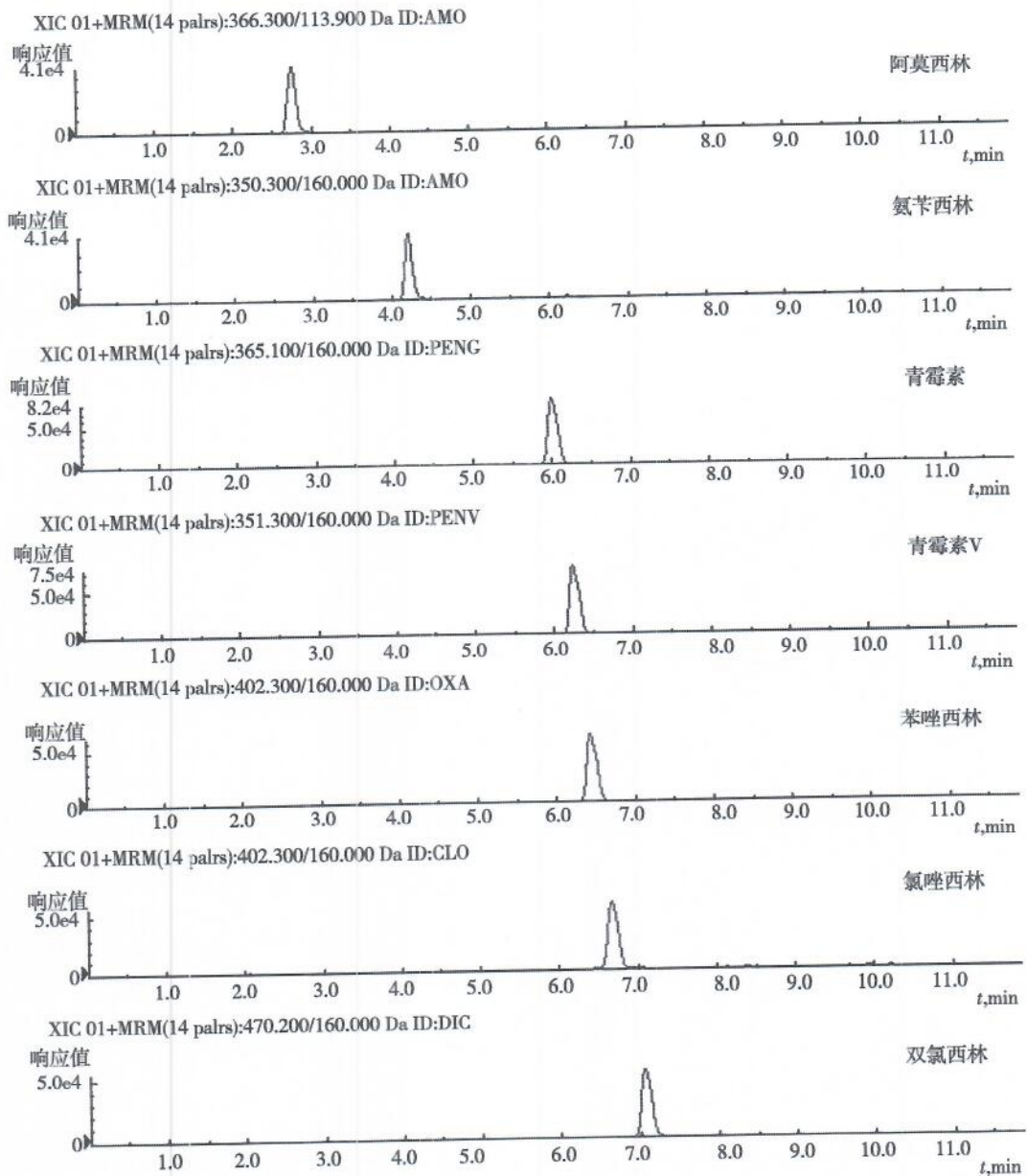


图 B.1 7 种青霉素类药物标准溶液的定量离子色谱图(浓度为 10 ng/mL)

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料中 7 种青霉素类药物含量的测定
农业农村部公告第 358 号—3—2020

* * *

中国农业出版社出版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)

北京印刷一厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

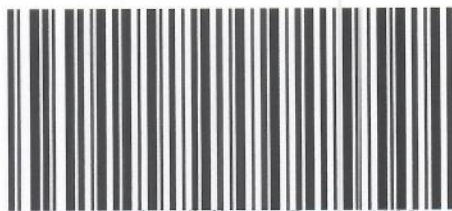
* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 1 字数 20 千字

2021 年 2 月第 1 版 2021 年 2 月北京第 1 次印刷

书号: 16109·8424

定价: 32.00 元



农业农村部公告第 358 号—3—2020

版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 59194261