



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

37.2 g,加入 900 mL 水溶解,混匀。用盐酸溶液(4.2.6)和氢氧化钠溶液(4.2.7)调 pH 至 4.0,加水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.2.9 10%甲醇溶液:移取 10 mL 甲醇(4.2.3),用水稀释至 100 mL,混匀。

4.2.10 20%甲醇溶液:移取 20 mL 甲醇(4.2.3),用水稀释至 100 mL,混匀。

4.2.11 0.1%甲酸溶液:移取 1 mL 甲酸(4.2.4),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.2.12 标准储备溶液(1 mg/mL):准确称取土霉素对照品(CAS:79-57-2,纯度不低于 88%)适量(精确至 0.01 mg),相当于土霉素 10 mg,于 10 mL 容量瓶中,加甲醇(4.2.3)溶解并定容,混匀。-18 °C 以下保存,有效期为 1 个月。

4.2.13 标准工作溶液(10 μg/mL):准确移取 1 mL 标准储备溶液(4.2.12),置 100 mL 容量瓶中,用甲醇稀释、定容、混匀。临用现配。

4.2.14 标准系列溶液 I:准确移取适量标准工作溶液(4.2.13),用 20%甲醇溶液(4.2.10)稀释配制成质量浓度分别为 20 ng/mL、40 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、1 000 ng/mL 和 2 000 ng/mL 的标准系列溶液,临用现配。

4.2.15 标准系列溶液 II:准确移取适量标准工作溶液(4.2.13),用 20%甲醇溶液(4.2.10)稀释配制成质量浓度分别为 1 ng/mL、2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、50 ng/mL 和 100 ng/mL 的标准系列溶液,临用现配。

4.2.16 亲水亲脂平衡固相萃取柱:60 mg/3 mL,或性能相当者。

4.2.17 微孔滤膜:尼龙,0.22 μm。

4.3 仪器设备

4.3.1 液相色谱-串联质谱仪:带电喷雾离子源。

4.3.2 电子天平:精度 0.01 g 和 0.01 mg。

4.3.3 涡旋混合器。

4.3.4 涡旋振荡器。

4.3.5 超声波清洗器。

4.3.6 离心机:转速不低于 10 000 r/min。

4.3.7 固相萃取装置。

4.3.8 氮吹仪。

4.4 样品

按 GB/T 20195 制备试样,至少 200 g,粉碎使其全部通过 0.425 mm 孔径的试验筛,充分混匀,装入密闭容器中,备用。选取类型相同,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。

4.5 试验步骤

4.5.1 配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料

平行做两份试验。称取 5 g(精确至 0.01 g)试样于 50 mL 离心管中,准确加入 25 mL 盐酸甲醇溶液(4.2.5),涡旋混匀,振荡提取 10 min,10 000 r/min 离心 5 min,准确移取上清液 0.2 mL 至另一离心管中,准确加水 0.8 mL,涡旋混匀,10 000 r/min 离心 5 min,取上清液过微孔滤膜(4.2.17),待测。

4.5.2 添加剂预混合饲料和混合型饲料添加剂

4.5.2.1 提取

平行做两份试验。称取 2 g(精确至 0.01 g)试样于 50 mL 离心管中,加入 20 mL 缓冲溶液 I(4.2.8),

涡旋混匀,振荡提取 10 min,超声提取 10 min,10 000 r/min 离心 10 min,取上清液至另一离心管中。残渣分别用 20 mL 和 10 mL 缓冲溶液 I (4.2.8) 重复提取,合并上清液,用缓冲溶液 I (4.2.8) 定容至 50 mL,混匀。

4.5.2.2 净化

固相萃取柱(4.2.16)依次用 3 mL 甲醇、3 mL 水、3 mL 缓冲溶液 I (4.2.8) 活化,准确移取 1 mL 提取溶液过柱,分别用 3 mL 水、3 mL 10% 甲醇溶液(4.2.9)淋洗,抽干。用甲醇 3 mL 洗脱,收集洗脱液于 40 °C 下氮气吹干。准确加入 1 mL 20% 甲醇溶液(4.2.10)涡旋溶解残余物,过微孔滤膜(4.2.17),待测。

4.5.3 基质匹配标准系列溶液的制备

4.5.3.1 配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料

取空白试样,按 4.5.1 处理得到空白基质溶液,准确移取标准系列溶液 I (4.2.14) 各 50 μ L,分别用空白基质溶液定容至 1.0 mL,配制成质量浓度分别为 1 ng/mL、2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、50 ng/mL 和 100 ng/mL 的基质匹配标准系列溶液。

4.5.3.2 添加剂预混合饲料和混合型饲料添加剂

取空白试样,按 4.5.2 步骤处理至氮气吹干,分别准确加入标准系列溶液 II (4.2.15) 各 1 mL 溶解残余物,涡旋混匀,配制成质量浓度分别为 1 ng/mL、2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、50 ng/mL 和 100 ng/mL 的基质匹配标准系列溶液。

4.5.4 测定

4.5.4.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C₁₈ 色谱柱,柱长 100 mm,内径 2.1 mm,粒径 1.7 μ m,或性能相当者;
- b) 柱温: 35 °C;
- c) 进样量: 2 μ L;
- d) 流速: 0.3 mL/min;
- e) 流动相: A 相为乙腈; B 相为 0.1% 甲酸溶液(4.2.11),梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A 相(体积分数)/%	B 相(体积分数)/%
0	10	90
1.0	10	90
3.0	40	60
4.0	40	60
4.1	10	90
5.5	10	90

4.5.4.2 质谱参考条件

质谱参考条件如下:

- a) 离子源:电喷雾离子源;
- b) 扫描方式:正离子扫描(ESI⁺);
- c) 检测方式:多反应监测(MRM);
- d) 毛细管电压:1.0 kV;
- e) 离子源温度:150 ℃;
- f) 雾化温度:500 ℃;
- g) 锥孔气流速:50 L/h;
- h) 雾化气流速:1 000 L/h;
- i) 多反应监测(MRM)离子对、锥孔电压和碰撞能量见表 2。

表 2 多反应监测(MRM)离子对、锥孔电压及碰撞能量的参考值

被测物名称	监测离子对 m/z	锥孔电压/V	碰撞能量/eV
土霉素	461.2>426.1 ^a	38	18
	461.2>337.0		26
^a 为定量离子。			

4.5.4.3 标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下,分别取土霉素基质匹配标准系列溶液(4.5.3)和试样溶液(4.5.1 或 4.5.2)上机测定。土霉素的猪配合饲料基质匹配标准溶液定量离子色谱图见附录 A。

4.5.4.4 定性

在相同试验条件下,试样溶液(4.5.1 或 4.5.2)与基质匹配标准溶液(4.5.3)中土霉素的保留时间的相对偏差应在±2.5%之内。根据表 4 选择的土霉素定性离子对,比较试样图谱中土霉素定性离子的相对离子丰度与质量浓度接近的基质匹配标准溶液中的定性离子的相对离子丰度,若偏差不超过表 3 规定的范围,则可判定为试样中存在土霉素。

表 3 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
最大允许偏差/%	±20	±25	±30	±50

4.5.4.5 定量

以土霉素的基质匹配标准溶液质量浓度为横坐标、色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,标准曲线的相关系数不低于 0.99。试样溶液(4.5.1 或 4.5.2)与基质匹配标准溶液(4.5.3)中土霉素的响应值均应在仪器检测的线性范围内,如超出线性范围,应将试样溶液用空白基质溶液稀释后重新测定。单点校准定量时,试样溶液中土霉素的质量浓度与基质匹配标准溶液质量浓度相差不超过 30%。

4.6 试验数据处理

试样中土霉素的含量以质量分数 w 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:

$$w = \frac{\rho \times V \times V_2}{V_1 \times m \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- ρ ——由基质匹配标准曲线查得的试样溶液中土霉素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——提取溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——稀释或复溶后试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——用于分取稀释或净化的提取溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算系数;
- f ——超出线性范围后试样溶液的稀释倍数。

$$w = \frac{A \times \rho_s \times V \times V_2}{A_s \times V_1 \times m \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- A ——试样溶液中土霉素的色谱峰面积;
- ρ_s ——标准溶液中土霉素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——试样提取溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——稀释或复溶后试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- A_s ——基质匹配标准溶液中土霉素的色谱峰面积;
- V_1 ——用于分取稀释或净化的提取溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算系数;
- f ——超出线性范围后试样溶液的稀释倍数。

平行测定结果用算术平均值表示,结果保留 3 位有效数字。

4.7 精密度

在重复性条件下,两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%。

5 高效液相色谱法(HPLC)

5.1 原理

试样中的土霉素用盐酸甲醇溶液或缓冲溶液提取,高效液相色谱-荧光法检测,外标法定量。

5.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.2.1 水:GB/T 6682,一级。

5.2.2 甲醇:色谱纯。

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

5.2.4 稀释溶液:移取 50 mL 盐酸甲醇溶液(5.2.3),用水稀释至 100 mL,混匀。

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

5.2.6 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。

5.2.7 缓冲溶液 I:分别称取水柠檬酸 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 37.2 g,加入 900 mL 水溶解,混匀。用盐酸溶液(5.2.5)和氢氧化钠溶液(5.2.6)调 pH 至 4.0,加水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.2.8 缓冲溶液 II:称取 9.3 g 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)和 6.1 g 氢氧化钠,加入 500 mL 水溶解,冷却至室温。再依次加入 5.5 g 无水氯化钙和 5.7 mL 冰乙酸,混匀。加水稀释至

1 000 mL,用氢氧化钠溶液(5.2.6)调 pH 至 6.6。

5.2.9 标准储备溶液(1 mg/mL):准确称取土霉素对照品(CAS号:79-57-2,纯度 $\geq 88\%$)适量(精确至 0.01 mg),相当于土霉素 10 mg,于 10 mL 容量瓶中,加甲醇(5.2.2)溶解并定容,混匀。-18 ℃以下保存,有效期为 1 个月。或购买有证标准溶液。

5.2.10 标准中间溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):准确移取标准储备溶液(5.2.9)1 mL,置 10 mL 容量瓶中,加甲醇稀释并定容。-18 ℃以下保存,有效期为 1 周。

5.2.11 标准系列溶液Ⅲ:准确移取土霉素标准中间溶液(5.2.10)适量,用稀释溶液(5.2.4)稀释,制得质量浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 和 10 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。临用现配。

5.2.12 标准系列溶液Ⅳ:准确移取土霉素标准中间溶液(5.2.10)适量,用缓冲溶液 I (5.2.7)稀释,制得质量浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 和 10 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。临用现配。

5.2.13 微孔滤膜:尼龙,0.45 μm 。

5.3 仪器设备

5.3.1 高效液相色谱仪:配荧光检测器。

5.3.2 天平:精度 0.01 g 和 0.01 mg。

5.3.3 pH 计:精度 ± 0.01 。

5.3.4 离心机:转速不低于 10 000 r/min。

5.3.5 涡旋混合器。

5.3.6 涡旋振荡器。

5.3.7 超声波清洗器。

5.4 样品

按 GB/T 20195 制备样品,至少 200 g,粉碎使其全部通过 0.425 mm 孔径的试验筛,充分混匀,装入密闭容器中,备用。

5.5 试验步骤

5.5.1 提取

5.5.1.1 配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料

平行做两份试验。称取 5 g(精确至 0.01 g)试样于 50 mL 离心管中,准确加入 25 mL 盐酸甲醇溶液(5.2.3),涡旋混匀,振荡提取 10 min,10 000 r/min 离心 5 min,准确移取上清液 0.5 mL 至另一离心管中,准确加水 0.5 mL,涡旋混匀,10 000 r/min 离心 5 min,取上清液过微孔滤膜(5.2.13),待测。

5.5.1.2 添加剂预混合饲料和混合型饲料添加剂

平行做两份试验。称取 2 g(精确至 0.01 g)试样于 50 mL 离心管中,加入 20 mL 缓冲溶液 I (5.2.7),涡旋混匀,振荡提取 10 min,超声提取 10 min,10 000 r/min 离心 10 min,取上清液至另一离心管中。残渣分别用 20 mL 和 10 mL 缓冲溶液 I (5.2.7)重复提取,合并上清液,用缓冲溶液 I (5.2.7)定容至 50 mL,混匀。取适量溶液过微孔滤膜(5.2.13),待测。

5.5.2 测定

5.5.2.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:C₁₈柱,柱长 150 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μm,或性能相当者;
 b) 柱温:30 ℃;
 c) 检测波长:激发波长 390 nm,发射波长 512 nm;
 d) 流速:1.0 mL/min;
 e) 进样量:20 μL;
 f) 流动相:A相为缓冲溶液Ⅱ(5.2.8),B相为甲醇,梯度洗脱程序见表4。

表4 梯度洗脱程序

时间/min	A相(体积分数)/%	B相(体积分数)/%
0	85	15
13	85	15
16	65	35
23	65	35
23.1	85	15
30	85	15

5.5.2.2 标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下,分别取标准系列溶液(5.2.11或5.2.12)和试样溶液(5.5.1)上机测定。在上述色谱条件下,土霉素标准溶液高效液相色谱图见附录B。

5.5.2.3 定性

以保留时间定性,试样溶液中土霉素保留时间应与标准溶液(质量浓度相当)中土霉素的保留时间一致,其相对偏差在±2.5%之内。

5.5.2.4 定量

以标准系列溶液中土霉素的质量浓度为横坐标、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(5.5.1)中土霉素的浓度应在标准曲线线性范围内。如超出范围,应将试样溶液用稀释溶液(5.2.4)或缓冲溶液Ⅰ(5.2.7)稀释后重新测定。单点校准定量时,试样溶液(5.5.1)中土霉素的质量浓度与标准溶液质量浓度相差不超过30%。

5.6 试验数据处理

5.6.1 配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料

试样中土霉素的含量以质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示。多点校准按式(3)计算;单点校准按式(4)计算:

$$w = \frac{\rho \times V \times V_2 \times 1\,000}{V_1 \times m \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- ρ ——从标准曲线查得的试样溶液土霉素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 V ——提取溶液体积,单位为毫升(mL);
 V_2 ——稀释后试样溶液体积,单位为毫升(mL);
 1 000 ——换算系数;

- V_1 ——用于稀释的提取溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- f ——超出线性范围后试样溶液的稀释倍数。

$$\omega = \frac{A \times \rho_s \times V \times V_2 \times 1\,000}{V_1 \times A_s \times m \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- A ——试样溶液中土霉素的峰面积;
- ρ_s ——土霉素标准溶液质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V ——提取溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——稀释后试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 ——换算系数;
- V_1 ——用于稀释的提取溶液体积,单位为毫升(mL);
- A_s ——标准溶液中土霉素的峰面积;
- m ——试样质量,单位为克(g);
- f ——超出线性范围后试样溶液的稀释倍数。

5.6.2 添加剂预混合饲料和混合型饲料添加剂

试样中土霉素的含量以质量分数 ω 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示。多点校准按式(5)计算;单点校准按式(6)计算:

$$\omega = \frac{\rho \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- ρ ——从标准曲线查得的试样溶液土霉素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V ——提取溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 ——换算系数;
- m ——试样质量,单位为克(g);
- f ——超出线性范围后试样溶液的稀释倍数。

$$\omega = \frac{A \times \rho_s \times V \times 1\,000}{A_s \times m \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- A ——试样溶液中土霉素的峰面积;
- ρ_s ——土霉素标准溶液质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V ——提取溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 ——换算系数;
- A_s ——标准溶液中土霉素的峰面积;
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- f ——超出线性范围后试样溶液的稀释倍数。

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。

5.7 精密度

在重复性条件下,两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 10%。



附录 A

(资料性)

土霉素的猪配合饲料基质匹配标准溶液定量离子色谱图

土霉素的猪配合饲料基质匹配标准溶液定量离子色谱图见图 A.1。

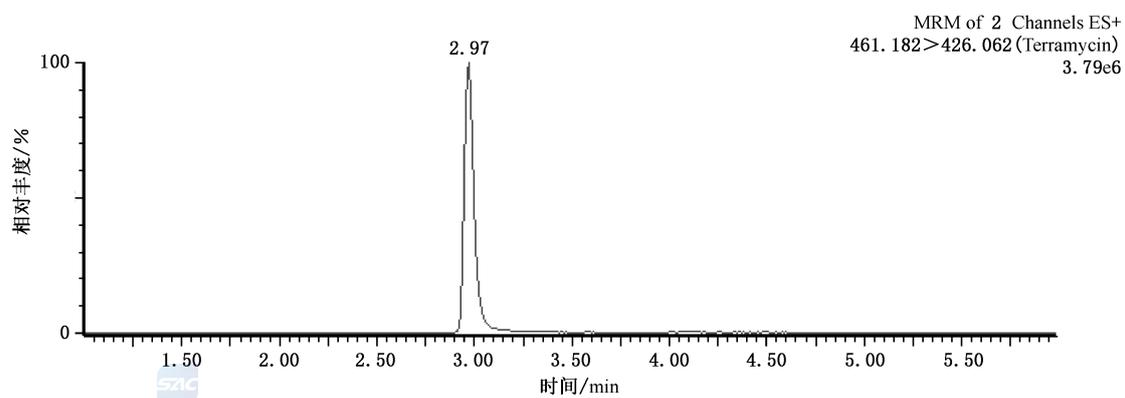


图 A.1 土霉素的猪配合饲料基质匹配标准溶液(10 ng/mL)定量离子色谱图

附录 B

(资料性)

土霉素标准溶液高效液相色谱图

土霉素标准溶液高效液相色谱图见图 B.1。

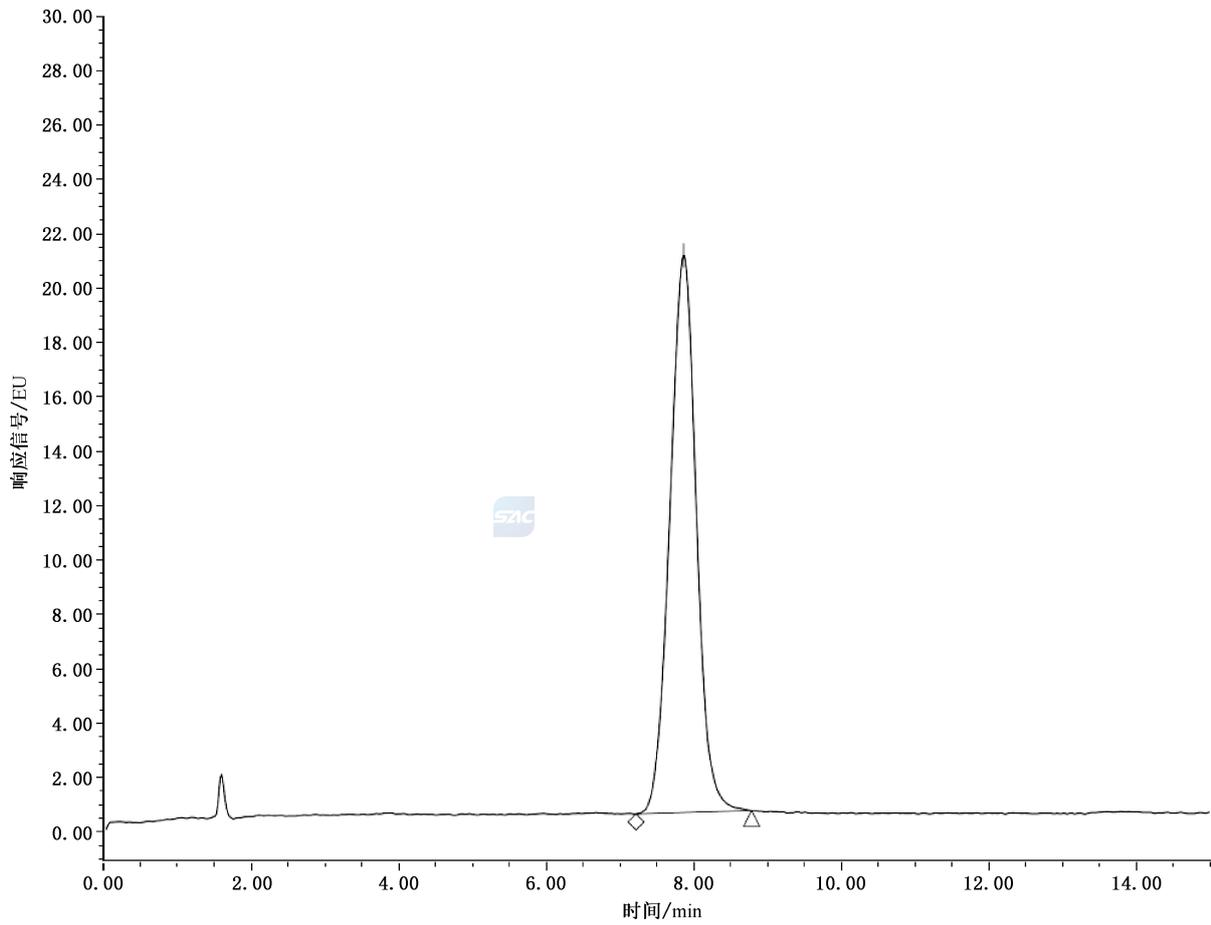


图 B.1 土霉素标准溶液(2 µg/mL)高效液相色谱图