



# 中华人民共和国国家标准

GB 31658.6—2021

## 食品安全国家标准 动物性食品中四环素类药物残留量的测定 高效液相色谱法

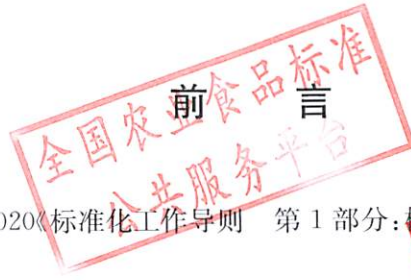
National food safety standard—  
Determination of tetracyclines residues in animal derived food  
by high performance liquid chromatography method

2021-09-16 发布

2022-02-01 实施



中华人民共和国农业农村部  
中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布  
国家市场监督管理总局



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

本文件系首次发布。

# 食品安全国家标准

## 动物性食品中四环素类药物残留量的测定

### 高效液相色谱法

#### 1 范围

本文件规定了动物性食品中四环素类药物残留量检测的制样和高效液相色谱测定方法。

本文件适用于猪、牛、羊、鸡的肌肉、肝脏和肾脏,猪、鸡的皮+脂肪,鸡蛋,牛奶,鱼皮+肉,虾肌肉中土霉素、四环素、金霉素、多西环素残留量的检测。

#### 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

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试样中残留的四环素类药物,经EDTA·2Na-McIlvaine缓冲溶液提取,固相萃取柱净化,高效液相色谱-紫外法测定,外标法定量。

#### 5 试剂与材料

以下所用的试剂,除特别注明外均为分析纯试剂;水为符合GB/T 6682规定的一级水。

##### 5.1 试剂

- 5.1.1 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ):色谱纯。
- 5.1.2 乙腈( $\text{CH}_3\text{CN}$ ):色谱纯。
- 5.1.3 三氟乙酸( $\text{CF}_3\text{COOH}$ )。
- 5.1.4 二氯甲烷( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ )。
- 5.1.5 乙二胺四乙酸二钠( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8$ )。
- 5.1.6 枸橼酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。
- 5.1.7 磷酸氢二钠( $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )。
- 5.1.8 草酸( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )。
- 5.1.9 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )。
- 5.1.10 钨酸钠( $\text{Na}_2\text{WO}_4$ )。

##### 5.2 标准品

盐酸土霉素含量 $\geq 97.0\%$ ,盐酸四环素含量 $\geq 97.5\%$ ,盐酸金霉素含量 $\geq 93.1\%$ ,盐酸多西环素含量 $\geq 98.2\%$ ,见附录A。

##### 5.3 溶液配制

- 5.3.1 柠檬酸溶液:取柠檬酸 21.01 g,用水溶解并稀释至 1 000 mL。
- 5.3.2 磷酸氢二钠溶液:取磷酸氢二钠 71.63 g,用水溶解并稀释至 1 000 mL。