

ICS 67.120  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21317—2007

GB/T 21317—2007

## 动物源性食品中四环素类兽药残留量 检测方法 液相色谱-质谱/质谱法 与高效液相色谱法

Determination of tetracyclines residues in food of animal origin—  
LC-MS/MS method and HPLC method

中华人民共和国  
国家标准  
动物源性食品中四环素类兽药残留量  
检测方法 液相色谱-质谱/质谱法  
与高效液相色谱法  
GB/T 21317—2007

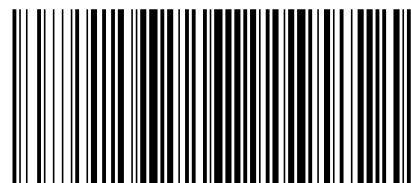
\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn  
电话:68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 27 千字  
2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-30857 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 21317—2007

2007-10-29 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：岳振峰、谢丽琪、叶卫翔、吉彩霓、林秀云、邱月明、赵凤娟、陈沛金、周亚敏。

本标准系首次发布。

表 C.1 (续)

样品种类	化合物	加标水平/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	高效液相色谱法		液相色谱-质谱/质谱法	
			回收率范围/%	相对标准偏差/%	回收率范围/%	相对标准偏差/%
鱼肉	二甲胺四环素	50.0	92.4~108	5.4	80.2~106	9.1
		100	77.3~90.5	4.9	86.9~98.1	4.2
		200	80.0~92.5	4.5	88.5~104	5.2
	差向土霉素	—	—	—	81.4~98.8	5.2
		—	—	—	80.1~86.2	3.0
		—	—	—	87.0~102	5.9
	土霉素	50.0	88.8~108	5.8	73.0~99.4	9.4
		100	80.0~99.8	7.5	80.6~94.6	4.9
		200	81.0~95.5	5.4	84.0~106	7.7
	差向四环素	—	—	—	80.6~93.0	5.1
		—	—	—	80.0~87.1	2.7
		—	—	—	85.5~96.5	3.3
	四环素	50.0	81.2~94.8	6.5	80.2~100	7.3
		100	80.5~91.0	3.6	80.4~96.1	6.5
		200	80.0~88.5	3.3	87.5~98.5	4.1
	差向金霉素	—	—	—	81.0~92.2	4.9
		—	—	—	80.5~87.5	3.1
		—	—	—	84.0~97.0	5.1
	去甲基金霉素	50.0	81.2~93.8	5.1	80.0~94.6	5.0
		100	80.5~88.4	3.1	80.2~86.5	2.9
		200	80.0~87.0	2.7	83.0~98.5	4.5
	金霉素	50.0	80.4~94.4	6.3	81.6~94.8	4.9
		100	80.1~88.4	3.4	80.9~88.5	2.8
		200	80.0~97.0	3.0	84.5~98.5	5.3
甲烯土霉素	50.0	80.2~91.2	4.3	80.2~92.2	5.3	
	100	80.8~89.7	3.0	80.1~84.8	1.6	
	200	80.0~85.5	2.4	80.5~88.5	2.8	
强力霉素	50.0	81.0~100	6.8	80.8~97.2	6.8	
	100	80.9~93.2	4.7	80.3~88.9	3.6	
	200	80.0~90.5	4.3	80.5~90.5	4.1	

## 动物源性食品中四环素类兽药残留量 检测方法 液相色谱-质谱/质谱法 与高效液相色谱法

### 1 范围

本标准规定了动物源性食品中四环素类兽药残留量检测的制样方法、高效液相色谱检测方法和液相色谱-质谱/质谱确证方法。

本标准适用于动物肌肉、内脏组织、水产品、牛奶等动物源性食品中二甲胺四环素、土霉素、四环素、去甲基金霉素、金霉素、甲烯土霉素、强力霉素 7 种四环素类兽药残留量的高效液相色谱测定和二甲胺四环素、差向土霉素、土霉素、差向四环素、四环素、去甲基金霉素、差向金霉素、金霉素、甲烯土霉素、强力霉素 10 种四环素类药物残留量的液相色谱-质谱/质谱测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

### 3 原理

试样中四环素族抗生素残留用 0.1 mol/L  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ -Mcllvaine 缓冲液( $\text{pH}=4.0\pm 0.05$ )提取, 经过滤和离心后, 上清液用 HLB 固相萃取柱净化, 高效液相色谱仪或液相色谱电喷雾质谱仪测定, 外标峰面积法定量。

### 4 试剂和材料

除另有说明外, 所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 甲醇: 高效液相色谱纯。
- 4.2 乙腈: 高效液相色谱纯。
- 4.3 乙酸乙酯。
- 4.4 乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.5 三氟乙酸。
- 4.6 柠檬酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.7 磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )。
- 4.8 柠檬酸溶液: 0.1 mol/L。称取 21.01 g 柠檬酸(4.6), 用水溶解, 定容至 1 000 mL。
- 4.9 磷酸氢二钠溶液: 0.2 mol/L。称取 28.41 g 磷酸氢二钠(4.7), 用水溶解, 定容至 1 000 mL。
- 4.10 Mcllvaine 缓冲溶液: 将 1 000 mL 0.1 mol/L 柠檬酸溶液(4.8)与 625 mL 0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液(4.9)混合, 必要时用氢氧化钠或盐酸调节  $\text{pH}=4.0\pm 0.05$ 。
- 4.11  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ -Mcllvaine 缓冲溶液: 0.1 mol/L。称取 60.5 g 乙二胺四乙酸二钠(4.4)放入 1 625 mL Mcllvaine 缓冲溶液(4.10)中, 使其溶解, 摇匀。
- 4.12 甲醇+水(1+19): 量取 5 mL 甲醇(4.1)与 95 mL 水混合。