

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3787—2020

土壤中四环素类、氟喹诺酮类、磺胺类、 大环内酯类和氯霉素类抗生素含量 同步检测方法 高效液相色谱法

Simultaneous determination of tetracyclines, fluoroquinolones, sulfonamides,
macrolides and chloramphenicols in soil by HPLC method

行业标准信息服务平台

2020-11-12 发布

2021-04-01 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。

本标准由农业农村部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、农业农村部农业耕地质量监测保护中心、北京农学院、中国农业科学院蜜蜂研究所、中国农业大学、中国标准化研究院。

本标准主要起草人：李兆君、冯瑶、李艳丽、陈守伦、魏朝俊、薛晓峰、徐彦军、赵林萍、杨丽。

行业标准信息服务平台

土壤中四环素类、氟喹诺酮类、磺胺类、大环内酯类和氯霉素类 抗生素含量同步检测方法 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了土壤中四环素类(土霉素、金霉素)、氟喹诺酮类(环丙沙星、恩诺沙星、诺氟沙星)、磺胺类(磺胺噻唑、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺甲恶唑、磺胺二甲嘧啶)、大环内酯类(泰乐菌素)和氯霉素类(氯霉素)共5类11种抗生素含量的高效液相色谱检测方法。

本标准适用于土壤中四环素类(土霉素、金霉素)、氟喹诺酮类(环丙沙星、恩诺沙星、诺氟沙星)、磺胺类(磺胺噻唑、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺甲恶唑、磺胺二甲嘧啶)、大环内酯类(泰乐菌素)和氯霉素类(氯霉素)共5类11种抗生素含量的检测。

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 36197 土壤质量 土壤采样技术指南

3 原理

试样中11种抗生素经 Na_2EDTA -McIlvaine缓冲液、有机混合提取剂依次提取,固相萃取柱净化处理后进样,高效液相色谱-紫外检测器测定,外标峰面积法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,本标准所用试剂均为分析纯,实验用水应符合GB/T 6682中一级水的规格。

- 4.1 甲醇:色谱纯。
- 4.2 乙腈:色谱纯。
- 4.3 丙酮:色谱纯。
- 4.4 甲酸:色谱纯。
- 4.5 乙二胺四乙酸二钠($\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。
- 4.6 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 4.7 无水磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)。
- 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,摇匀。
- 4.9 磷酸氢二钠溶液:0.2 mol/L。称取28.41 g无水磷酸氢二钠(4.7),用水溶解,定容至1 000 mL,摇匀。
- 4.10 磷酸氢二钠-柠檬酸(McIlvaine)缓冲液: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)混合并摇匀。必要时,用1 mol/L氢氧化钠溶液或1 mol/L盐酸溶液调节 $\text{pH}=4.0 \pm 0.1$ 。
- 4.11 Na_2EDTA -McIlvaine缓冲液:0.1 mol/L。称取60.5 g乙二胺四乙酸二钠(4.5),使其溶解于1 625 mL McIlvaine缓冲液(4.10)中,摇匀。
- 4.12 有机混合提取剂:量取40 mL甲醇(4.1)、40 mL乙腈(4.2)、20 mL丙酮(4.3)混合并摇匀。必要时,用1 mol/L氢氧化钠溶液或1 mol/L盐酸溶液调节 $\text{pH}=4.0 \pm 0.1$ 。