



中华人民共和国国家标准

GB/T 22990—2008

牛奶和奶粉中土霉素、四环素、金霉素、 强力霉素残留量的测定 液相色谱-紫外检测法

Determination of oxytetracycline, tetracycline, chlortetracycline,
doxycycline residues in milk and milk powder—
HPLC-UV method

2008-12-31 发布

2009-05-01 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 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：郭春海、窦彩云、陈瑞春、马育松、艾连峰、吕红英、贾海涛、姚春毅、庞国芳。

牛奶和奶粉中土霉素、四环素、金霉素、 强力霉素残留量的测定 液相色谱-紫外检测法

1 范围

本标准规定了牛奶和奶粉中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量液相色谱-紫外检测测定方法。

本标准适用于牛奶和奶粉中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定。

本标准的方法检出限：牛奶中土霉素、四环素为 $5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 、金霉素、强力霉素为 $10 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。奶粉中土霉素、四环素为 $25 \mu\text{g}/\text{kg}$ 、金霉素、强力霉素为 $50 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分：总则与定义(GB/T 6379.1—2004, ISO 5725-1:1994, IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004, ISO 5725-2:1994, IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

3 原理

用 0.1 mol/L $\text{Na}_2\text{EDTA-McIlvaine}$ 缓冲溶液提取试样中四环素族抗生素残留，Oasis HLB 或相当的固相萃取柱和羧酸型阳离子交换柱净化，液相色谱仪测定，外标法定量。

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：色谱纯。
- 4.2 乙腈：色谱纯。
- 4.3 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)。
- 4.4 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 4.5 乙二胺四乙酸二钠($\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。
- 4.6 草酸($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。
- 4.7 0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液：称取 71.63 g 磷酸氢二钠(4.3)，用水溶解，定容至 $1\,000 \text{ mL}$ 。
- 4.8 0.1 mol/L 柠檬酸溶液：称取 21.04 g 柠檬酸(4.4)，用水溶解，定容至 $1\,000 \text{ mL}$ 。
- 4.9 McIlvaine 缓冲溶液：将 625 mL 0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液(4.7)与 $1\,000 \text{ mL}$ 0.1 mol/L 柠檬酸溶液(4.8)混合，必要时用 NaOH 或 HCl 调 $\text{pH}=4.0 \pm 0.05$ 。
- 4.10 0.1 mol/L $\text{Na}_2\text{EDTA-McIlvaine}$ 缓冲溶液：称取 60.50 g 乙二胺四乙酸二钠(4.5)放入 $1\,625 \text{ mL}$ McIlvaine 缓冲溶液(4.9)中，使其溶解，摇匀。