



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.116—2003  
代替 GB/T 14931.1—1994

---

## 畜、禽肉中土霉素、四环素、金霉素 残留量的测定(高效液相色谱法)

Determination of oxytetracycline, tetracycline and  
chlortetracycline residues in meat (HPLC)

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准代替 GB/T 14931.1—1994《畜、禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量测定方法(高效液相色谱法)》。

本标准与 GB/T 14931.1—1994 相比主要修改如下：

——修改了标准的中文名称,标准中文名称改为《畜、禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量的测定(高效液相色谱法)》；

——按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位:辽宁省食品卫生监督检验所、大连卫生检疫所、沈阳市卫生防疫站、辽宁省卫生职工医学院。

本标准主要起草人:翟永信、阎勇、卫峰、吴伯禄、马勇。

原标准于 1994 年首次发布,本次为第一次修订。

## 畜、禽肉中土霉素、四环素、金霉素 残留量的测定(高效液相色谱法)

### 1 范围

本标准规定了畜禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量的检测方法。

本标准适用于各种畜禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量的测定。

本标准检出限为土霉素 0.15 mg/kg, 四环素 0.20 mg/kg, 金霉素 0.65 mg/kg。

### 2 原理

试样经提取, 微孔滤膜过滤后直接进样, 用反相色谱分离, 紫外检测器检测, 与标准比较定量, 出峰顺序为土霉素、四环素、金霉素。标准加法定量。

### 3 试剂

3.1 乙腈(分析纯)。

3.2 0.01 mol/L 磷酸二氢钠溶液: 称取 1.56 g(精确到 $\pm 0.01$  g)磷酸二氢钠( $\text{NaH}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于蒸馏水中, 定容到 100 mL, 经微孔滤膜( $0.45 \mu\text{m}$ )过滤, 备用。

3.3 土霉素(OTC)标准溶液: 称取土霉素 0.010 0 g(精确到 $\pm 0.000 1$  g), 用 0.1 mol/L 盐酸溶液溶解并定容 10.00 mL, 此溶液每毫升含土霉素 1 mg。

3.4 四环素(TC)标准溶液: 称取四环素 0.010 0 g(精确到 $\pm 0.001$  g), 用 0.01 mol/L 盐酸溶液溶解并定容 10.00 mL, 此溶液每毫升含四环素 1 mg。

3.5 金霉素(CTC)标准溶液: 称取金霉素 0.010 0 g(精确到 $\pm 0.000 1$  g), 溶于蒸馏水并定容成 10.00 mL, 此溶液每毫升含金霉素 1 mg。

以上标准品均按 1 000 单位/mg 折算。3.3~3.5 溶液应于 4℃ 以下保存, 可使用 1 周。

3.6 混合标准溶液: 取 3.3、3.4 标准溶液各 1.00 mL, 取 3.5 标准溶液 2.00 mL, 置于 10 mL 容量瓶中, 加蒸馏水至刻度。此溶液每毫升含土霉素、四环素各 0.1 mg, 金霉素 0.2 mg, 临用时现配。

3.7 5%高氯酸溶液。

### 4 仪器

高效液相色谱仪(HPLC): 具紫外检测器。

### 5 色谱条件

5.1 柱: ODS- $\text{C}_{18}$  ( $5 \mu\text{m}$ )  $6.2 \text{ mm} \times 15 \text{ cm}$ 。

5.2 检测波长: 355 nm。

5.3 灵敏度: 0.002 AUFS。

5.4 柱温: 室温。

5.5 流速: 1.0 mL/min。

5.6 进样量: 10  $\mu\text{L}$ 。

5.7 流动相: 乙腈 + 0.01 mol/L 磷酸二氢钠溶液(用 30% 硝酸溶液调节 pH 2.5) = 35 + 65, 使用前用超声波脱气 10 min。