



中华人民共和国国家标准

GB/T 32951—2016

有机肥料中土霉素、四环素、金霉素与强力霉素的含量测定 高效液相色谱法

Determination of oxytetracycline, tetracycline, chlortetracycline and doxycycline content for organic fertilizers—HPLC method

2016-08-29 发布

2017-03-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本标准起草单位:上海化工研究院、上海出入境检验检疫局工业品与原材料检测技术中心、泰州市产品质量监督检验所、上海交通大学。

本标准主要起草人:周辉、周韵、孙明星、商照聪、叶平、马明、闵红、沈国清、赵杰、洪丽玲。

有机肥料中土霉素、四环素、金霉素与强力霉素的含量测定 高效液相色谱法

警告：使用本标准可能会涉及到危险的材料、操作和设备，但本标准无意对与其使用相关的所有安全问题都提出建议。使用者在应用本标准之前，有责任建立使用的安全和防护措施，并确定相关规章限制的使用性。

1 范围

本标准规定了有机肥料中土霉素、四环素、金霉素和强力霉素含量的高效液相色谱检测方法。

本标准适用于有机肥料、有机-无机复混肥料中土霉素、四环素、金霉素和强力霉素含量的测定。

本标准不适用于豆饼肥中土霉素、四环素、金霉素和强力霉素含量的测定。

本方法检出限分别为：土霉素 0.75 mg/kg，四环素 0.75 mg/kg，金霉素 1.0 mg/kg，强力霉素 0.75 mg/kg。

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 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 6379.2 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样中土霉素、四环素、金霉素和强力霉素经 Na_2EDTA -McIlvaine-甲醇提取液提取、固相萃取小柱净化处理后进样，高效液相色谱紫外检测器测定，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所有试剂均为分析纯，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 水合草酸($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

4.7 磷酸氢二钠溶液：0.4 mol/L。称取 143.26 g 磷酸氢二钠，用水溶解，定容至 1 000 mL。

4.8 柠檬酸溶液：0.2 mol/L。称取 42.03 g 柠檬酸，用水溶解，定容至 1 000 mL。