

T/XJZJXH

新疆维吾尔自治区质量检验检测协会团体标准

T/XJZJXH 0014—2026

驼乳中四环素类抗生素的测定 智能手机辅助 稀土荧光试纸条定量法

Smartphone-assisted rare-earth fluorescent test strip method for the
determination of tetracycline residues in camel milk

2026 - 07 - 31 发布

2026 - 08 - 03 实施

新疆维吾尔自治区质量检验检测协会 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 试剂 1

5 测定步骤 2

 5.1 提取 2

 5.2 测定 2

6 结果判定 2

7 结果计算和表述 2

 7.1 智能手机采集图片颜色值与测量浓度的换算 2

 7.2 试样中被测组分残留量 3

8 本方法的灵敏度 3

附录 A（资料性） 稀土荧光试纸条和试纸条测试流程..... 4

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020 《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由新疆维吾尔自治区质量基础发展研究院提出。

本文件由新疆维吾尔自治区质量检验检测协会归口并组织实施。

本文件起草单位:新疆维吾尔自治区质量基础发展研究院、浙江中医药大学、新疆新驼乳业有限公司、招商新疆质量检测技术研究院有限公司、杭州中美华东制药有限公司。

本文件主要起草人:龙泽荣、张泉龙、赵林、苏华、李俊龙、木合塔尔·买买提依明、李小飞、李瑜、王建玲、傅涵、范田丽、杨婷钰。

本文件实施应用中的疑问,请咨询新疆维吾尔自治区质量基础发展研究院。

对本文件的修改意见建议,请反馈至新疆维吾尔自治区质量基础发展研究院(乌鲁木齐市新市区河北东路188号)。

新疆维吾尔自治区质量基础发展研究院 联系电话:0991-6613093; 邮政编码:830011

驼乳中四环素类抗生素的测定 智能手机辅助稀土荧光试纸条定量法

1 范围

本文件规定了驼乳中四环素类抗生素（四环素、盐酸四环素、土霉素、金霉素、多西环素）稀土荧光试纸条筛选检测方法。

本文件适用于生鲜驼乳、巴氏杀菌驼乳和超高温灭菌驼乳中四环素类抗生素（四环素、盐酸四环素、土霉素、金霉素、多西环素）残留的筛选检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

稀土荧光试纸条 rare-earth fluorescent test strip

是一种以稀土铈荧光纳米材料为示踪标记，类抗原-抗体特异性反应的快速检测试纸条，借助紫外激发检测荧光信号，实现对待测物的高灵敏度定性分析与定量分析。

3.2

基于“色采”App 智能手机 RGB 比色定量 smartphone-based RGB colorimetric quantification using the color grab App

是利用智能手机内置摄像头采集显色反应的数字图像，借助ColorMeter等颜色拾取App提取反应区RGB值，将归一化RGB参量（如 $R/(R+G+B)$ 或R值）与已知浓度标准品拟合得到校准曲线，从而通过对未知样品RGB值的测定实现待测物定量分析的便携式数字图像比色法。

3.3

单色明度梯度 constant-hue constant-chroma value series

指在保持色相和彩度/饱和度不变的前提下，仅改变颜色的明度，从最浅到最深所形成的一系列有序渐变颜色样本。

3.4

检出限 limit of detection; LOD

在95%置信水平下，方法或仪器能可靠判断“被测物存在”的最低量。

[来源：JCGM 200:2012, 4.18]

4 试剂

所用试剂见表1。

表 1 试剂

试剂		规格/浓度	制备方法	要求
纯水		一级水	——	符合 GB/T 6682标准
浓盐酸		37%	——	——
盐酸		0.01 mol/L	取80 μL37%浓盐酸，以水稀释定容至100 mL	——
乙醇		95%	——	——
Na ₂ HPO ₄ ·12H ₂ O		98%	——	——
NaH ₂ PO ₄ ·2H ₂ O		98%	——	——
磷酸盐（HPO ₄ ²⁻ -H ₂ PO ₄ ⁻ ）缓冲液		0.01 mol/L，pH =7.4±0.1（25℃）	称取 Na ₂ HPO ₄ ·12H ₂ O 2.20 g，NaH ₂ PO ₄ ·2H ₂ O 0.60 g，加水溶解，混合，室温定容至1000 mL	——
标准品	四环素	≥95.0%	——	——
	盐酸四环素	≥95.0%	——	——
	土霉素	≥95.0%	——	——
	金霉素	≥95.0%	——	——
	多西环素	≥95.0%	——	——
标准储备液	四环素	100 μg/mL	取四环素、盐酸四环素、土霉素、金霉素、多西环素各10 mg，精密称定，用1 mL盐酸溶解，磷酸缓冲液稀释定容至100 mL棕色容量瓶中，摇匀，即得	-18℃以下避光保存，有效期3个月
	盐酸四环素			
	土霉素			
	金霉素			
	多西环素			

5 测定步骤

5.1 提取

取5 mL均质后的驼乳样品与5 mL 95%乙醇混合，剧烈搅拌促进蛋白质沉淀并澄清，随后0.22 μm滤膜过滤备用。

5.2 测定

- 5.2.1 准确量取 100 μL 试样提取液，将其逐滴滴至稀土荧光试纸条“+”中心点，斑点直径≤0.5 cm。每次点样后，自然风干。
- 5.2.2 将试纸放置于紫外灯下（365 nm 档）暗室观察，采用智能手机拍照，固定拍摄角度，拍照清晰。
- 5.2.3 空白对照：磷酸盐缓冲液为空白样，空白样滴到试纸条表面应不呈现红色或其他颜色，否则应更换试纸重新测定。
- 5.2.4 标准工作曲线：磷酸盐缓冲液稀释标准储备液得 100 μg/L、200 μg/L、500 μg/L、1000 μg/L、1500 μg/L 和 2000 μg/L 的标准工作液。随后按照 5.2.1 和 5.2.2 同步测定，绘制标准工作曲线。具体测试流程参见附录 A。

6 结果判定

- 6.1 紫外灯下肉眼观察样品检测结果，并与空白组的显色结果对比，当试纸出现红色斑点时，判定存在五种四环素的任何一种，或者其中两种以上结果同时存在。
- 6.2 智能手机闪光灯拍照，内置应用程序“色采”提取图片“RGB”的 R 均值 ($\bar{R}$)，建立 $\bar{R}$ 与对应的标准液浓度 (C_s) 的校准线性方程，相关系数 (r^2) > 0.95，外标法定量。

7 结果计算和表述

7.1 智能手机采集图片颜色值与测量浓度的换算

见公式（1）。

$$\bar{R} = bC + d \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中:

$\bar{R}$ —为智能手机采集图片的颜色值(RGB)中R的算数平均值;

C —为被测组分浓度,单位为 $\mu\text{g/L}$;

b 、 d —为线性方程常数。

注: 计算结果以平行测定3次结果的算术平均值表示, 保留3位有效数字。

7.2 试样中被测组分残留量

见公式(2)。

$$X = 2C \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X —为试样中被测组分残留量的数值, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

C —试料溶液组分浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

注: 计算结果以平行2次测定结果的算术平均值表示, 且两次测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的20%, 保留3位有效数字。

8 本方法的灵敏度

各抗生素检出限为 $20 \mu\text{g/L}$ 。

附 录 A
(资料性)
稀土荧光试纸条和四环素测试流程

A.1 试纸条

取试纸条一张，红色框内标记黑色竖线为检测面。



图A.1 试纸全貌

A.2 试纸检测

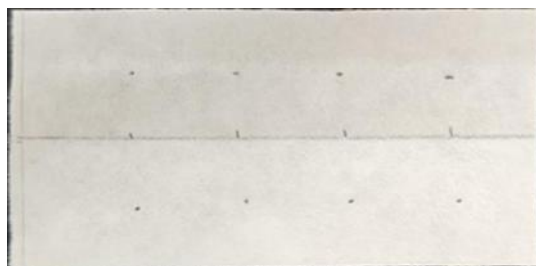
单张检测试纸最多可检测8个点。



图A.2 试纸检测区域

A.3 试纸加样

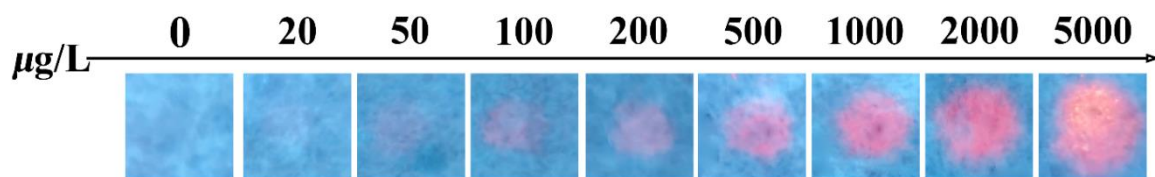
用移液枪量取100 μ L待测液，滴加至试纸条对应点位上，自然风干。



图A.3 试纸加样后状态

A.4 标准色卡对比

待检测点风干后，于暗室紫外灯（365 nm）照射，并与标准色卡进行对比获得大致浓度。



图A.4 标准色卡

A.5 定量检测

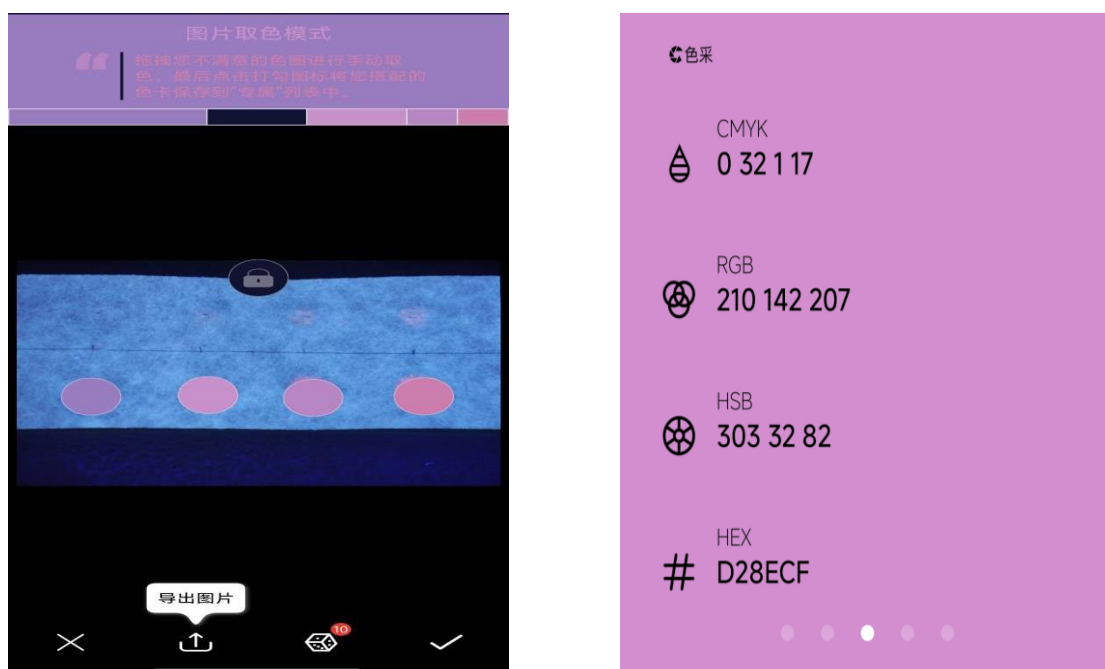
对待测液进行定量检测，手机预先下载“色采”APP；固定拍摄位，拍摄紫外灯（365 nm）下的荧光照片。



图A.5 色采 APP

A.6 取点

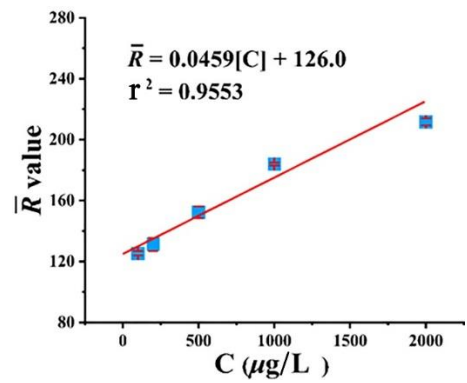
打开采集的荧光照片，随后依次取点，每个待测点建议取3个R值，获得算数平均值（ $\bar{R}$ ），随后带入标准方程计算具体浓度。



图A.6 选取3个以上测量点以及色斑RGB值

A.7 标准线性方程

见图A.7。



图A.7 标准线性方程

A.8 浓度计算

- A.8.1 带入标准方程计算待测液实际浓度。
- A.8.2 检测范围：100 μg/L~2000 μg/L 。
- A.8.3 计算见公式（A.1）：

$$\bar{R} = 0.0459[C] + 126.0 \text{ (} r^2 = 0.9553 \text{)} \cdots \cdots \cdots \text{(A. 1)}$$

式中：
 $\bar{R}$ ——RGB中R的算数平均值；
 C ——四环素浓度（μg/L）。

参 考 文 献

- [1] GB/T 5009.116—2003 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）
 - [2] GB/T 15608-2006 中国颜色体系
 - [3] GB/T 20764—2006 可食动物肌肉中土霉素、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
 - [4] GB/T 22259—2025 饲料中土霉素的测定
 - [5] 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
 - [6] GB/T 23409—2009 蜂王浆中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法
 - [7] GB 31650—2019 食品中兽药最大残留限量
 - [8] GB 31650.1—2022 食品安全国家标准 食品中41种兽药最大残留限量
 - [9] GB 31656.11—2021 食品安全国家标准 水产品中土霉素、四环素、金霉素和多西环素残留量的测定
 - [10] GB 31658.6—2021 食品安全国家标准 动物性食品中四环素类药物残留量的测定 高效液相色谱法
 - [11] GB 31658.17—2021 食品安全国家标准 动物性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱—串联质谱法
 - [12] GB 31659.2—2022 食品安全国家标准 禽蛋、奶和奶粉中多西环素残留量的测定液相色谱-串联质谱法
 - [13] KJ 202303—2023 动物源性食品中四环素类药物的快速检测 胶体金免疫层析法
 - [14] SN/T 4539.1—2016 商品化试剂盒检测方法 四环素类 方法一
 - [15] 饲料中土霉素、四环素、金霉素、多西环素的测定 农业农村部公告第282号-2-2020
-