

T/GXDSL

团 体 标 准

T/GXDSL —2026

有机肥中抗生素与激素类污染物检测方法 规范

Standard for Detection Methods of Antibiotic and Hormone Pollutants in Organic
Fertilizers

(工作组讨论稿)

(本草案完成时间：2026-01-29)

2026 - - 发布

2026 - - 实施

广西电子商务企业联合会 发布

目 次

前 言	III
有机肥中抗生素与激素类污染物检测方法规范	1
1 引言	1
2 范围	1
3 规范性引用文件	1
4 术语和定义	2
4.1 有机肥	2
4.2 抗生素	2
4.3 激素类污染物	2
4.4 检出限	2
4.5 定量限	2
5 采样与样品制备	2
5.1 采样工具	3
5.2 采样方法	3
5.3 样品保存	3
5.4 样品制备	3
6 试剂与材料	3
6.1 试剂	3
6.2 标准品	3
6.3 标准溶液配制	3
6.4 主要试剂	3
7 仪器与设备	4
7.1 液相色谱-串联质谱仪	4
7.2 分析天平	4
7.3 高速离心机	4
7.4 涡旋振荡器	4
7.5 超声波清洗器	4
7.6 固相萃取装置	4
7.7 氮吹仪	4
7.9 样品粉碎设备	4
8 分析步骤	5
8.1 提取	5
8.2 净化	5
8.3 仪器条件	5
8.4 标准曲线绘制	5
9 结果计算与表达	5

9.1 定性判定	5
9.2 定量计算	6
9.3 结果表达	6
10 方法性能指标	6
10.1 线性范围	6
10.2 检出限与定量限	6
10.3 准确度	6
10.4 精密度	6
11 质量控制要求	6
11.1 实验室环境	6
11.2 试剂空白	7
11.3 基质空白与加标控制	7
11.4 标准曲线核查	7
11.5 仪器校准	7
11.6 数据记录与档案	7
12 检测报告	7
12.1 样品基本信息	7
12.2 检测依据	7
12.3 仪器设备信息	7
12.4 检测结果	7
12.5 质量控制说明	7
12.6 检测信息	8
12.7 其他说明	8
13 安全注意事项	8
14 附则	8

前 言

本文件依据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。

本文件由广西产学研科学研究院提出。

本文件由广西电子商务企业联合会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

有机肥中抗生素与激素类污染物检测方法规范

1 引言

有机肥是农业绿色发展、土壤肥力提升的核心投入品，其质量安全直接关系到土壤生态、农产品安全及公众健康。近年来，畜禽养殖业中兽用抗生素与激素类物质的广泛使用，导致部分残留物随粪污进入有机肥，引发农业生态潜在污染，制约农业高质量发展。为落实国家相关法律法规及战略部署，规范检测流程、统一标准，强化有机肥质量监管，保障产品安全施用，特制定本规范。整合国内外先进检测经验，建立有机肥中相关污染物的标准化检测与质量控制体系，明确统一技术参数，为各级检测、监管及生产单位提供可靠技术支撑，推动有机肥产业规范化发展。

2 范围

规定了有机肥中四环素类、磺胺类等常见兽用抗生素，以及雌激素、雄激素等激素类污染物的样品采集、保存、前处理、仪器分析、结果计算与质量控制全过程技术要求。适用于各类固体有机肥中上述污染物的定性定量检测，涵盖生产、流通、使用各环节的质量监管、产品检验及科研监测，为有机肥质量评价、污染防治及监管执法提供技术依据。

3 规范性引用文件

下列文件为本规范应用的必备文件。注日期的引用文件仅该版本适用；不注日期的，其最新版本（含修改单）适用，确保检测工作符合国家最新要求。

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1-2005 饲料采样

GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范食品理化检测

HJ/T 166-2004 土壤环境监测技术规范

NY 525-2021 有机肥料

《兽药管理条例》（国务院令 第 404 号，2014 年修订）

《食品安全国家标准食品中兽药最大残留限量》（GB 31650-2021）

《农药残留检测质量控制指南》（NY/T 789-2004）

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

GB 19489-2008 实验室生物安全通用要求

4 术语和定义

下列术语和定义适用于本规范，统一技术表述、避免歧义，保障检测结果一致性与可比性。

4.1 有机肥

来源于动植物残体或代谢物，经发酵腐熟、无害化处理制成的含碳物料，符合 NY 525-2021 要求，核心功能为改善土壤性状、提升肥力、供给养分，是化肥减量增效的重要替代产品。

4.2 抗生素

由微生物或高等动植物产生，具有抑制、杀灭其他微生物或调节生物代谢功能的化学物质，本规范特指畜禽养殖中易残留于粪污并迁移至有机肥的兽用抗生素。

4.3 激素类污染物

含人工合成及生物源性激素类物质，主要包括雌激素、雄激素、孕激素等，多用于畜禽生长调节或疫病辅助治疗，易通过粪污进入有机肥，对土壤生态及人体健康有潜在危害。

4.4 检出限

给定置信水平（通常 95%）下，采用本规范方法，能明确检出并与空白样品区分的目标物质最低浓度或最小量，是判定污染物是否存在的核心依据。

4.5 定量限

本规范实验条件下，能准确定量测定目标物质且测量偏差符合要求的最低浓度或最小量，是定量检测的最低标准。

5 采样与样品制备

采样与样品制备是保障检测结果代表性、准确性的关键，需遵循科学、公正、规范原则，确保样品真实反映有机肥质量状况。

5.1 采样工具

采样工具需清洁、干燥、无污染物，主要包括采样铲、取样钻、无菌自封袋、棕色避光瓶、保温箱、样品标签、采样记录簿等，使用前需清洁去残留。

5.2 采样方法

按 GB/T 14699.1-2005 执行，采用随机多点采样法，每批次采样点位不少于 15 个，每个点位取样 200~500 g，混合制成不少于 2 kg 总样品。详细记录采样信息并粘贴标签。

5.3 样品保存

样品采集后立即密封保存，标签注明关键信息，24 小时内送至实验室，全程-20℃以下避光保存，保存期不超过 30 d，逾期需重新采样。

5.4 样品制备

样品经自然风干或 40℃以下低温烘干后，剔除异物、粉碎，过 0.15 mm（100 目）筛，混匀后密封-20℃保存备用，详细记录制备过程。

6 试剂与材料

试剂与材料质量直接决定检测准确性，需遵循国家相关标准，规范选用、储存与使用，建立质量核查机制。

6.1 试剂

除特殊说明外，试剂为色谱纯（仪器分析用）或分析纯（前处理用）；实验用水符合 GB/T 6682-2008 一级水要求。试剂采购自正规供应商，入库前核查，不合格者严禁使用。

6.2 标准品

目标化合物标准品纯度 $\geq 95\%$ ，优先选用有证标准物质，具体包括：四环素类：四环素、土霉素、金霉素、强力霉素；磺胺类：磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶；喹诺酮类：诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星；大环内酯类：红霉素、泰乐菌素；雌激素：雌酮、17 β -雌二醇、己烯雌酚；雄激素：睾酮、甲基睾酮；孕激素：黄体酮、炔诺酮。

6.3 标准溶液配制

精确称取各标准品 10.0 mg（精确至 0.0001 g），用甲醇溶解定容至 10 mL，配成 1.0 mg/mL 单标储备液，-20℃避光保存不超过 6 个月。按需用甲醇逐级稀释配制混合标准工作液，现配现用。

6.4 主要试剂

主要试剂包括：乙腈、甲醇（均色谱纯），乙酸乙酯、正己烷等（均分析纯），EDTA、柠檬酸缓冲液、Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲提取液（pH=4.0）、固相萃取柱等。试剂分类储存，定期检查更换。

7 仪器与设备

仪器设备需遵循国家计量认证与实验室管理要求，规范校准、使用与维护，确保性能稳定、检测数据准确。

7.1 液相色谱-串联质谱仪

配备 ESI 离子源、MRM 模式，具备正负离子切换功能，分辨率、灵敏度符合要求。定期校准与性能验证，校准记录留存。

7.2 分析天平

配备感量 0.0001 g（标准品、试剂称量）和 0.01 g（样品称量）两台天平，定期校准，保持清洁干燥。

7.3 高速离心机

转速≥10000 r/min，带冷冻功能，能实现液固分离，定期维护校准。

7.4 涡旋振荡器

振荡频率可调，能使样品与提取液充分混合，运行稳定。

7.5 超声波清洗器

功率可调、带加热功能，用于辅助提取目标污染物，参数可精准控制。

7.6 固相萃取装置

带负压控制系统，流速 0~10 mL/min 可调，用于样品净化，定期清洁防交叉污染。

7.7 氮吹仪

温度室温~80 °C可调，氮气流量可控，用于洗脱液浓缩，避免目标物损失。

7.8 pH 计

精度≥0.01 pH，用于测定缓冲液、提取液 pH 值，定期校准。

7.9 样品粉碎设备

包括无菌研钵、高速粉碎机等，清洁无污染，粉碎后样品粒度均匀，使用后及时清洁。

所有仪器建立档案，记录相关信息，操作人员经培训考核合格后方可上岗。

8 分析步骤

分析步骤遵循标准化原则，明确技术参数与质量控制要求，确保检测过程可重复、可追溯。

8.1 提取

精确称取 2.0 g 样品，置于 50 mL 离心管中，加 10 mL Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲提取液，涡旋 1 min、超声提取 20 min（200 W，25 °C），加 10 mL 乙腈涡旋 2 min，10000 r/min 离心 10 min，收集上清液。残渣重复提取一次，合并上清液备用，记录操作参数。

8.2 净化

将合并后的上清液转移至已活化的 HLB 固相萃取柱（依次用 6 mL 甲醇、6 mL 一级水活化），3 mL/min 流速过柱；用 6 mL 5% 甲醇水淋洗、抽干 10 min，再用 8 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液氮吹至近干，用 1.0 mL 甲醇-水（1:1）复溶，过 0.22 μm 滤膜后待测，记录操作参数。

8.3 仪器条件

8.3.1 色谱条件：色谱柱：C18 柱（100 mm × 2.1 mm，1.8 μm）；流动相：A 相 0.1% 甲酸水溶液，B 相乙腈；梯度洗脱程序：0~2 min 5% B，2~10 min 5%~95% B，10~12 min 95% B，12.1~15 min 5% B；流速 0.3 mL/min；柱温 40 °C；进样量 5 μL。

8.3.2 质谱条件：离子源：ESI；扫描方式：正负离子切换；离子源温度 150 °C，脱溶剂气温度 500 °C、流量 1000 L/h；毛细管电压 3.0 kV（正离子）/ 2.5 kV（负离子）；MRM 模式，各目标物监测离子对相关参数按仪器优化结果设定并留存。

8.4 标准曲线绘制

将混合标准工作液逐级稀释成至少 5 个浓度点，按上述条件测定，每个浓度点重复 3 次，取峰面积平均值。以浓度为横坐标、峰面积为纵坐标绘制标准曲线，计算回归方程及相关系数（ $r^2 \geq 0.995$ ），记录留存。

9 结果计算与表达

结果计算与表达需科学准确、规范统一，明确定性定量标准，确保结果可比、权威。

9.1 定性判定

样品中目标物保留时间与标准品偏差 $\leq \pm 2.5\%$ ，且各监测离子对相对丰度偏差符合要求（ $> 50\% \pm 20\%$ ， $20\% \sim 50\% \pm 25\%$ ， $10\% \sim 20\% \pm 30\%$ ， $\leq 10\% \pm 50\%$ ），方可判定阳性检出，否则未检出。

9.2 定量计算

采用外标法定量，计算公式如下：
$$X = \frac{C \times V \times f}{m}$$
式中：X—样品中目标化合物含量（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）；C—测定液中目标物浓度（ ng/mL ）；V—定容体积（ mL ）；f—稀释倍数；m—样品质量（ g ）。计算保留四位有效数字，记录备查。

9.3 结果表达

检测结果以 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 表示，保留三位有效数字。低于定量限（LOQ）标注“<LOQ”并注明限值；高于定量限直接报告数值，注明相关质量控制参数。

10 方法性能指标

本规范检测方法经系统验证，性能指标符合国家要求，科学可靠、实用性强。

10.1 线性范围

各目标物在 1.0~200.0 ng/mL 范围内线性良好（ $r^2 \geq 0.995$ ），覆盖常见残留水平。

10.2 检出限与定量限

检出限（LOD）0.5~2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限（LOQ）1.5~5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，低于国家相关限值，可有效检出低浓度残留。

10.3 准确度

以空白加标回收率评价，加标水平为 LOQ、2×LOQ、10×LOQ，每个水平重复 6 次，回收率 70%~120%，相对标准偏差 $\leq 15\%$ 。

10.4 精密度

同一条件下 6 次重复测试，相对标准偏差（RSD） $\leq 15\%$ ，确保方法重复性与稳定性。

11 质量控制要求

遵循 GB/T 27404-2008、JJF 1059.1-2012 要求，建立全流程质量控制体系，确保检测数据可追溯、可核查。

11.1 实验室环境

实验室分区明确、无交叉污染，温湿度控制在 20~25 $^{\circ}\text{C}$ 、45%~65%，配备必要安全防护设施，符合 GB 19489-2008 要求。

11.2 试剂空白

每批样品检测需制备至少 1 个试剂空白，目标物不得检出；若检出需排查污染源，重新制备直至合格，否则该批次结果无效。

11.3 基质空白与加标控制

每批样品（≥20 个）至少设 1 个基质空白、2 个平行加标样品（加标水平 $2\times\text{LOQ}$ ）。基质空白无目标物，加标回收率符合要求、平行偏差≤10%，否则重测。

11.4 标准曲线核查

每批样品随行标准曲线，测定中间浓度标准液，测定值与理论值偏差≤10%，否则重绘曲线并重测。

11.5 仪器校准

LC-MS/MS 每 6 个月校准一次，分析天平、pH 计等定期检定，其他仪器定期维护核查，确保运行稳定。

11.6 数据记录与档案

所有检测原始记录、图谱、校准记录等需完整规范、严禁涂改，纸质或电子形式留存，电子记录备份，档案保存期不少于 6 年。

12 检测报告

检测报告需内容完整、数据准确、签字齐全，具备法律效力，作为质量监管、合格判定等的依据，至少包含以下内容：

12.1 样品基本信息

名称、编号、来源、批次、采样及接收日期、状态；

12.2 检测依据

本规范编号及相关引用文件；

12.3 仪器设备信息

型号、编号、校准情况；

12.4 检测结果

各目标物检测值、LOQ，未检出标注“<LOQ”，注明计算方法；

12.5 质量控制说明

试剂空白、加标回收等结果，说明可靠性；

12.6 检测信息

日期、检测及审核、批准人员签字，单位相关信息及资质标识；

12.7 其他说明

必要时注明异常情况处理方式、结果使用范围。检测报告一式多份，分别交由委托单位、检测单位存档、监管部门核查。

13 安全注意事项

实验操作遵循实验室安全管理规定，坚持“安全第一、预防为主”，保障人员、环境及公共安全。操作人员经专业培训，上岗穿戴防护用品，严禁违规操作；有机试剂在通风橱中取用操作，严禁明火，储存于防爆试剂柜，远离火源热源；废弃化学品分类收集，交由资质单位集中处理，严禁随意排放；仪器操作遵循规程，异常时及时停机断电、上报处理，严禁擅自拆卸；实验室配备应急救援物资，人员熟悉应急流程，突发事件及时处置上报；实验结束后清洁器具、台面，关闭仪器水电，规范记录整理资料。

14 附则

本标准由广西电子商务企业联合会负责解释。本标准自发布之日起试行，试行期为一年。试行期满后，根据实施反馈情况进行修订和完善。各相关单位可依据本标准制定具体的实施细则。若本标准与国家新颁布的法律法规或强制性标准有不一致之处，应以国家法律法规和强制性标准为准。本标准所引用的规范性引用文件如有更新，其最新版本适用于本标准。广西电子商务企业联合会将根据技术发展和应用需求，适时组织对本标准的复审与修订工作，以保障其持续的先进性和适用性。本标准的有效实施，有赖于各级医疗机构、主管部门、技术服务商和各相关方的共同努力，通过规范智慧医院数据互联互通共享技术，推动医疗健康数据资源有效整合与安全共享，提升医疗服务质量和效率，促进智慧医院建设规范化发展，为推进健康中国建设提供技术支撑。