



中华人民共和国海洋行业标准

HY/T 0319—2021

贝类 脂溶性海洋生物毒素的检测 液相色谱-串联质谱法

Shellfish—Determination of lipophilic marine biotoxins—
LC-MS/MS method

2021-07-02 发布

2021-11-01 实施

中华人民共和国自然资源部 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器设备	2
6 样品	3
7 试验步骤	3
8 结果计算与表述	5
9 精密度	6
10 其他	6
附录 A (资料性) 脂溶性海洋生物毒素	7
附录 B (资料性) 特征离子质量色谱图	8
附录 C (规范性) 脂溶性海洋生物毒素的毒性因子	10
参考文献	11

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。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国海洋标准化技术委员会(SAC/TC 283)归口。

本文件起草单位：国家海洋环境监测中心、中国科学院海洋研究所、厦门大学、中国水产科学研究院黄海研究所。

本文件主要起草人：许道艳、梁玉波、刘仁沿、刘磊、陈猛、于仁诚、谭志军、高春蕾、续彦龙。

贝类 脂溶性海洋生物毒素的检测

液相色谱-串联质谱法

警示——为避免毒素的危害,应戴手套进行操作。移液管及移液器吸头等用过的器材、废弃的提取液等应在次氯酸钠溶液(5%)浸泡 1 h 以上以使毒素分解。

1 范围

本文件规定了贝类脂溶性海洋生物毒素大田软海绵酸、鳍藻毒素、蛤毒素、虾夷扇贝毒素、原多甲藻酸毒素、环亚胺毒素等 11 个毒素化合物的液相色谱-串联质谱检测方法原理、操作步骤及结果计算等。

本文件适用于贝类体中脂溶性海洋生物毒素的检测。

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 原理

贝类样品经甲醇提取,碱性条件下水解释放酯化态生物毒素部分,用 HLB 固相萃取柱净化,液相色谱分离,串联质谱测定,外标曲线法定量。

4 试剂和材料

- 4.1 乙腈(CH_3CN):色谱纯。
- 4.2 甲醇(CH_3OH):色谱纯。
- 4.3 甲酸(HCOOH)。
- 4.4 甲酸铵(HCOONH_4)。
- 4.5 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$):浓度 $\geq 25\%$ 。
- 4.6 氢氧化钠(NaOH)。
- 4.7 盐酸(HCL):浓度 $\geq 36\%$ 。
- 4.8 氢氧化钠溶液(2.5 mol/L):准确称取 50 g 氢氧化钠,用水定容至 500 mL,室温保存。
- 4.9 盐酸溶液(2.5 mol/L):准确量取 104.5 mL 盐酸,用水定容至 500 mL,室温保存。
- 4.10 甲醇溶液(30%):量取 30 mL 甲醇加到 70 mL 水中,混合均匀,室温,现用现配。
- 4.11 甲醇溶液(20%):量取 20 mL 甲醇加到 80 mL 水中,混合均匀,室温,现用现配。
- 4.12 氨水甲醇溶液(0.3%):吸取 0.3 mL 氨水,用甲醇定容至 100 mL,室温,现用现配。
- 4.13 脂溶性海洋生物毒素标准(见附录 A)溶液:OA、DTX1、DTX2、PTX2、YTX、homoYTX、AZA1、AZA2、AZA3、GYM、SPX1 标准物质纯度 $\geq 97\%$,避光保存于 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 。