

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.198—2003

贝类 记忆丧失性贝类毒素软骨藻酸的测定

Shellfishes—Test method of domoic acid in amnesic shellfish poisoning

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

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人：卫锋、王竹天、陈明生、王玉萍、唐守亭。

贝类 记忆丧失性贝类毒素软骨藻酸的测定

1 范围

本标准规定了海产双壳类贝肉、贝柱、外套膜及其制品的记忆丧失性贝类毒素软骨藻酸检验的抽样、制样和液相色谱测定方法。

本标准适用于海产双壳类贝肉、贝柱、外套膜及其制品(不包括盐渍制品)的记忆丧失性贝类毒素软骨藻酸的检验。

本标准检测限为 $1.0 \mu\text{g}$ 。

本标准线性范围为 $1 \mu\text{g} \sim 250 \mu\text{g}$ 。

2 原理

试样以甲醇/水提取,经 LC-SAX 强阴离子柱固相萃取(SPE)净化,用 RP-HPLC 定量分析。

3 试剂

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 乙腈:色谱纯。

3.3 三氟乙酸:优级纯。

3.4 一水柠檬酸:优级纯。

3.5 柠檬酸三铵:优级纯。

3.6 乙腈+水(1+9)。

3.7 0.5 mol/L 柠檬酸溶液(pH=3.2):40.4 g 一水柠檬酸和 14.0 g 柠檬酸三铵溶解于 400 mL 水中,以浓氨水调 pH=3.2,加入 50 mL 乙腈,完全溶解后,以水定容至 500 mL。

3.8 LC-SAX 柱:3 mL。

3.9 标准储备液:DACS-1C($100 \mu\text{g}/\text{mL}$),或相当者。

3.10 软骨藻酸标准溶液:以乙腈+水(1+9)稀释标准储备液分别配成为含软骨藻酸 0.1、1.0、2.5、10.0、25.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作溶液。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪:配有二极管阵列或紫外检测器。

4.2 组织均质器:最大转速 20 000 r/min。

4.3 台式高速离心机:最大转速 6 000 r/min。

4.4 涡旋均匀器。

4.5 超声波清洗器。

5 分析步骤

5.1 提取

称取试样 5.0 g(精确到 0.1 g)于 50 mL 加盖离心管中,加入 10 mL 甲醇+水(1+1)溶液,涡旋混匀 1 min,超声提取 5 min,以 4 000 r/min 离心 20 min,使固液两相彻底分离。移出上清液至 25 mL 容量瓶中,残渣再加入 5 mL 甲醇+水(1+1)重复提取两遍,上清液均移入 25 mL 容量瓶中,以水定容至刻度,混匀。