

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 23217—2008

水产品中河豚毒素的测定 液相色谱-荧光检测法

Determination of tetrodotoxin in aquatic products—
HPLC-fluorescence detection method

2008-12-31 发布

2009-05-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
水 产 品 中 河 豚 毒 素 的 测 定
液 相 色 谱 - 荧 光 检 测 法
GB/T 23217—2008

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话 : 68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷

各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 15 千 字

2009 年 4 月 第 一 版 2009 年 4 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 1-36697

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换

版 权 专 有 侵 权 必 究

举 报 电 话 : (010)68533533

前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国福建出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：杨方、钱疆、刘正才、林中、张云、林永辉、陈健、庞国芳。

水产品中河豚毒素的测定

液相色谱-荧光检测法

1 范围

本标准规定了水产品中河豚毒素测定的液相色谱测定方法与液相色谱-串联质谱确证方法。

本标准适用于河豚鱼、织纹螺、虾、牡蛎、花蛤、鱿鱼中河豚毒素的测定与确证。

本标准方法的检出限为 0.05 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

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 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

试样中含有的河豚毒素采用酸性甲醇提取，提取液浓缩后，过 C₁₈ 固相萃取小柱净化，液相色谱-柱后衍生荧光法测定，液相色谱-串联质谱法确证，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙酸:色谱纯。

4.3 甲酸:色谱纯。

4.4 乙酸铵。

4.5 氢氧化钠。

4.6 庚烷磺酸钠。

4.7 1%乙酸甲醇溶液:移取 10 mL 乙酸，以甲醇稀释至 1 L。

4.8 1%乙酸溶液:移取 10 mL 乙酸，以水稀释至 1 L。

4.9 乙酸铵缓冲液:称取 4.6 g 乙酸铵和 2.02 g 庚烷磺酸钠，加入约 700 mL 水溶解，以乙酸调节 pH 值为 5.0，以水稀释至 1 L。

4.10 0.1%甲酸水溶液:移取 1 mL 甲酸，加水稀释至 1 L。

4.11 4 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 160 g 氢氧化钠，以水溶解并稀释至 1 L。

4.12 河豚毒素标准物质(tetrodotoxin,分子式 C₁₁H₁₇N₃O₈,CAS 4368-28-9):纯度≥98%。

4.13 标准贮备液(100 mg/L):准确称取河豚毒素 10.0 mg,用少量水溶解后以甲醇定容至 100 mL,该标准贮备液置于 4℃ 冰箱中保存。