



中华人民共和国国家标准

GB 5009.273—2016

食品安全国家标准 水产品中微囊藻毒素的测定

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
国家食品药品监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 SN/T 2678—2010《进出口淡水产品中微囊藻毒素的检测方法 酶联免疫吸附法》。

本标准与 SN/T 2678—2010 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 水产品中微囊藻毒素的测定”;
- 增加了液相色谱-串联质谱法。

食品安全国家标准

水产品中微囊藻毒素的测定

1 范围

本标准规定了水产品中微囊藻毒素(环状七肽)的液相色谱-串联质谱和间接竞争酶联免疫吸附的测定方法。

本标准适用于鱼、虾、河蚌等水产品中微囊藻毒素的测定。

第一法 液相色谱-串联质谱法

2 原理

试样中的微囊藻毒素(MC-LR, MC-RR 和 MC-YR)经甲醇溶液提取,固相萃取小柱净化,液相色谱-串联质谱测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 甲醇(CH_3O):色谱纯。
- 3.1.2 甲酸(CH_2O_2):色谱纯。
- 3.1.3 甲酸铵($\text{CH}_5\text{O}_2\text{N}$):色谱纯。
- 3.1.4 乙腈($\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$):色谱纯。
- 3.1.5 氮气:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 甲醇溶液(20%):将 20 mL 甲醇与 80 mL 水混合均匀。
- 3.2.2 甲醇溶液(80%):将 80 mL 甲醇与 20 mL 水混合均匀。
- 3.2.3 淋洗溶液:10 mL 水;10 mL 甲醇溶液(20%)。
- 3.2.4 含 0.1%甲酸的甲醇溶液:用甲醇将 0.1 mL 甲酸定容至 100 mL。

3.3 标准品

微囊藻毒素标准品:微囊藻毒素-LR (MC-LR, $\text{C}_{49}\text{H}_{74}\text{N}_{10}\text{O}_{12}$, CAS 号 101043-37-2)、微囊藻毒素-YR (MC-YR, $\text{C}_{52}\text{H}_{72}\text{N}_{10}\text{O}_{13}$, CAS 号 101064-48-6)、微囊藻毒素-RR (MC-RR, $\text{C}_{49}\text{H}_{75}\text{N}_{13}\text{O}_{12}$, CAS 号 111755-37-4),纯度均 $\geq 95\%$ 。

3.4 标准溶液配制

- 3.4.1 微囊藻毒素标准储备液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$):分别称取微囊藻毒素标准品 MC-LR、MC-YR、MC-RR 各