

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2269—2009

---

### 进出口贝肉中大田软海绵酸的检测 液相色谱-串联质谱法

Determination of okadaic acid in shellfish meat for import and export—  
LC-MS/MS method

2009-02-20 发布

2009-09-01 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准的附录 A、附录 B 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：方晓明、王敏、唐毅锋、王传现。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

# 进出口贝肉中大田软海绵酸的检测

## 液相色谱-串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了进出口贻贝和蛤蜊中大田软海绵酸的制样和液相色谱-串联质谱检测方法。  
本标准适用于进出口贻贝和蛤蜊中大田软海绵酸的检测。

### 2 测定方法

#### 2.1 方法提要

试样中的大田软海绵酸用甲醇/水提取,再用三氯甲烷抽提,经 Sep-pak silica 固相萃取柱净化后,用 C<sub>18</sub> 柱色谱分离,选择电喷雾正离子模式质谱检测,外标法定量。

#### 2.2 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水或相适应的去离子水。

2.2.1 乙腈:液相色谱级。

2.2.2 甲醇。

2.2.3 甲酸。

2.2.4 正己烷。

2.2.5 三氯甲烷。

2.2.6 丙酮。

2.2.7 氮气:纯度>99.9%。

2.2.8 甲醇-水(80+20)。

2.2.9 正己烷-丙酮-水(20+80+0.3)。

2.2.10 甲醇-丙酮-水(3+97+0.3)。

2.2.11 甲醇-丙酮-水(50+50+0.3)。

2.2.12 0.1%甲酸水溶液(含 2 mmol/L 乙酸铵):1 L 水中加入 1.0 mL 甲酸和 0.156 g 乙酸铵。

2.2.13 乙腈-0.1%甲酸水溶液(含 2 mmol/L 乙酸铵)(30+70)。

2.2.14 大田软海绵酸(Okadaic acid, C<sub>44</sub>H<sub>68</sub>O<sub>13</sub>, CAS 号:78111-17-8)标准物质:纯度大于等于98.0%。

2.2.15 大田软海绵酸标准储备液:准确称取适量的大田软海绵酸标准品,用甲醇配制成 10 μg/mL 的标准储备液,于-18℃中可保存半年。根据需要可将储备液再稀释成适当浓度的中间溶液。

2.2.16 大田软海绵酸基质标准工作溶液:根据需要吸取适量大田软海绵酸标准储备液或中间溶液(2.2.15),用空白样品提取液稀释成适当浓度的基质标准工作溶液。基质标准工作溶液在-18℃保存,可使用1周。

2.2.17 Sep-pak silica 柱:使用前小柱预先用 10 mL 丙酮(含 0.3%水)、10 mL 甲醇(含 0.3%水)和 10 mL 正己烷-丙酮-水(20+80+0.3)活化,流速为 2 mL/min。

#### 2.3 仪器和设备

2.3.1 液相色谱-串联质谱仪:配有电喷雾离子源。

2.3.2 固相萃取装置。

2.3.3 恒温氮吹装置。

2.3.4 均质机。