

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1735—2006

SN/T 1735—2006

进出口贝类产品中麻痹性贝类毒素 检验方法 高效液相色谱法

Inspection of paralytic shellfish poison in shellfish for import and export—
High performance liquid chromatography

中华人民共和国出入境检验检疫
行业标准
进出口贝类产品中麻痹性贝类毒素
检验方法 高效液相色谱法
SN/T 1735—2006

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 27 千字

2006年5月第一版 2006年5月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-16835 定价 12.00 元



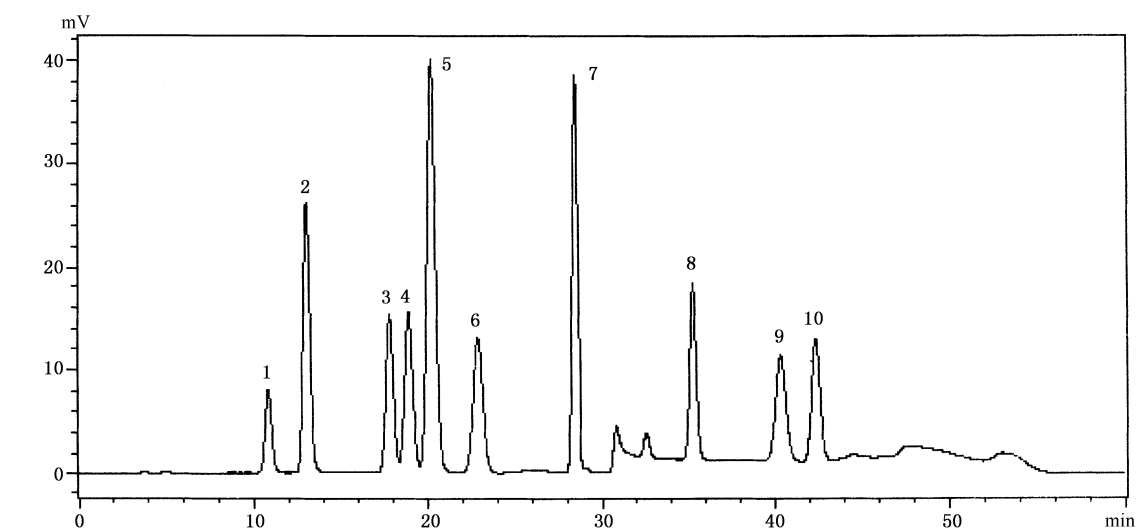
SN/T 1735-2006

2006-01-26 发布

2006-08-16 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

Annex A
(Informative annex)
Chromatogram of standards



- 1—GTX4;
- 2—GTX1;
- 3—dcGTX3;
- 4—B1;
- 5—dcGTX2;
- 6—GTX3;
- 7—GTX2;
- 8—NEO;
- 9—dcSTX;
- 10—STX.

Figure A.1 Chromatogram of paralytic shellfish poison standards

前 言

本标准的附录 A 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：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、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：谢丽琪、欧阳珊、周亚敏、岳振峰、陈沛金、赵琼晖、方晓明、唐毅峰。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

$$X = \frac{A \cdot c \cdot V}{A_s \cdot m} \dots\dots\dots(1)$$

Where:

- X—Concentration of paralytic shellfish poisoning toxin in the test sample, μg/kg;
- A—Peak area of paralytic shellfish poisoning toxin in the test sample;
- A_s—Peak area of paralytic shellfish poisoning toxin in working standard solution;
- c—Concentration of paralytic shellfish poisoning toxin in working standard solution, μg/L;
- V—The final volume of sample solution, mL;
- m—The corresponding mass of test sample, g.

3.5.2 Toxicity Conversion

According to the international practice, the toxicity factor of the STX toxin was established to 1. The toxicity factors of other PSP toxins were decided on their relative toxicity to STX (Table 4). The concentration of paralytic shellfish poison in sample is figured as STX_{eq}. Calculation equation:

$$STX_{eq} = \sum_{i=1}^n X_i \cdot r_i \dots\dots\dots(2)$$

Where:

- X_i—Concentration of paralytic shellfish poisoning toxin;
- r_i—Toxicity factor.

Table 4 Toxicity factor of paralytic shellfish poison

Poisoning Toxins	GTX1	GTX4	GTX2	GTX3	dcGTX2	dcGTX3	GTX5(B1)	NEO	STX	dcSTX
Toxicity factor	0.99	0.73	0.36	0.64	0.65	0.75	0.06	0.92	1	0.51

4 Limit of determination and recovery

4.1 The limit of determination of this method is 125 μg/kg (STX_{eq}), as for GTX4 is 16.7 μg/kg; GTX1 is 50.7 μg/kg; dcGTX3 is 4.8 μg/kg; B1 is 31.9 μg/kg; dcGTX2 is 17.3 μg/kg; GTX3 is 6.5 μg/kg; GTX2 is 19.6 μg/kg; NEO is 15.7 μg/kg; dcSTX is 12.5 μg/kg; STX is 14.5 μg/kg.

4.2 Recovery

According to the experiment data, the fortifying concentration of paralytic shellfish poison and their corresponding recoveries are as following:

GTX4 between 16.7 μg/kg~100.0 μg/kg, recoveries in scallop are between 76.6%~97.3%, recoveries in formosum are between 73.6%~95.8%.

GTX1 between 50.7 μg/kg~304.0 μg/kg, recoveries in scallop are between 79.5%~91.3%, recoveries in formosum are between 78.3%~92.3%.

**进出口贝类产品中麻痹性贝类毒素
检验方法 高效液相色谱法**

1 范围

本标准规定了进出口贝类产品中麻痹性贝类毒素检验的抽样、制样和液相色谱检测方法。本标准适用于进出口贝类产品中麻痹性贝类毒素的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 10 000 件为一检验批。
同一检验批的商品应具有相同的特征,如包装、标识、产地、规格和等级等。

2.2 抽样数量

见表 1。

表 1 抽 样 数 量

批量/件		最低抽样数/件
冷 冻 品	活品,盐藏品	
150 及以下	90 及以下	3
151~3 200	91~500	5
3 201~1 000	501~1 200	13
—	1 201~10 000	20

2.3 抽样方法

按 2.2 规定的抽样件数随机抽取,逐件开启。从每件中抽取 500 g 为原始样品,原始样品总量不少于 4 kg,放入清洁容器内,加封后,标明标记及时送交实验室。

2.4 样品的制备

从抽取的原始样品中取可食用部分,用清水冲去污物和泥沙,用滤纸或者干净纱布小心地吸去多余的水分,放入粉碎机中搅碎至匀浆状,均分成两份,装入清洁的容器内,作为试样。密封,并标明标记。

2.5 试样保存

将试样于-18℃以下避光保存。
注:在抽样和制样过程中,必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

试样中的麻痹性贝类毒素用 0.1 mol/L 的盐酸提取,离心后,将上清液过 C₁₈ 固相萃取柱净化,再经过 10 000 D 的超滤离心管过滤,滤液用高效液相色谱进行分离,经在线柱后衍生反应后,进行荧光检测,外标法定量。

3.2 试剂和材料

除特殊规定外,所用的试剂均为分析纯,水为去离子水。

3.2.1 乙腈:色谱纯。