

《贝类 脂溶性海洋生物毒素的检测
液相色谱-串联质谱法》
(报批稿)

编制说明

标准起草组

二〇一九年一月

目 录

（一）制定标准的背景、目的和意义	1
（二）工作简况	2
1. 任务来源、计划项目编号，标准负责起草和参加起草的单位.....	2
2. 主要工作过程、标准起草人及其所做的工作.....	2
（三）标准编制原则和确定标准主要内容（如技术指标、参数、公式、性能要求、试验方法、检验规则等）的论据（包括试验、统计数据）.....	4
1. 标准编制原则.....	4
2. 确定标准主要内容的论据（包括试验、统计数据）.....	5
（四）主要试验(或验证)的分析、综述，技术经济论证，预期的经济效果 ..	13
1. 主要试验的分析论证.....	13
2. 预期经济效益.....	21
（五）与有关的现行法律、法规和标准的关系	21
（六）标准作为强制性或推荐性国家(或行业)标准的建议	22
（七）贯彻该标准的要求和措施建议	22
附表 1	23

（一）制定标准的背景、目的和意义

海洋毒素是海洋中有毒藻种产生的一类生物活性物质的统称，能够通过鱼虾贝等海洋动物中间传递媒介，对人类健康造成危害。根据中毒症状，分为麻痹性贝毒（Paralytic Shellfish Poisoning, PSP）、腹泻性贝毒（Diarrhetic Shellfish Poisoning, DSP）、神经性贝毒（Neurotoxic Shellfish Poisoning, NSP）、记忆缺失性贝毒（Amnesic Shellfish Poisoning, ASP）、西加鱼毒（Ciguatera Fish Poisoning, CFP）。根据化学结构及其溶解性，可分为水溶性毒素由石房蛤毒素组(saxitoxin, STX)和软骨藻酸组(domoic acid, DA)组成；脂溶性海洋生物毒素由大田软海绵酸毒素组(okadaic acid, OA, DTX)、原多甲酸毒素组(azaspiracid, AZA)、短裸甲藻毒素组(brevetoxin, BTX)、蛤毒素组(pectenotoxin, PTX)、虾夷扇贝毒素组(yessotoxin, YTX)、环亚胺类毒素组(cyclic imine, CI 包括 GYM、SPX 等)等上百种化合物组成（谭志军等，2013）。在我国沿岸海域已发现有有毒微藻 50 余种，世界范围内的海洋有毒微藻及其毒素，现在我国沿岸海域大都能被发现。海洋毒素的检测方法主要有小鼠生物法、液相色谱/质谱法，以及酶联免疫检测法等。

由原甲藻属 *Prorocentrum* 产生的大田软海绵酸(Okadaic acid, OA)，由鳍藻属 *Dinophysi* 产生的鳍藻毒素(Dinophysis toxin, DTX)和蛤毒素(Pectenotoxin, PTX)，由网状原角藻 *Protoceratium reticulatum*、多边舌甲藻 *Lingulodinium polyedrum* 和具刺膝沟藻 *Gonyaulax spinifera* 产生的虾夷扇贝毒素(Yessotoxin, YTX)，以及由腹孔环氨藻 *Azadinium poporum* 产生的原多甲酸毒素组(azaspiracid, AZA)。这些产毒的藻类在我国沿岸海域相继发现，采用液相串联质谱法检测，检出

了这些脂溶性海洋生物毒素（刘仁沿等，2008；高春蕾等，2010；Liu et al., 2011；Wu et al., 2014；Li et al., 2014；Wang et al., 2015），但仅在东海出现 OA 和 DTX1 超标（li et al., 2012），以及北黄海出现 YTX 超标现象(陈建华等，2014)。

我国近海环境的污染和富营养化问题愈加凸显，有毒赤潮灾害频发，产生的毒素富集在海洋生物体内，其中很大一部分为脂溶性海洋生物毒素，对海洋生态环境和人类健康与食品安全产生严重威胁。为科学评价贝类中的脂溶性海洋生物毒素的危害，加强对海洋环境脂溶性海洋生物毒素的监测、保障海洋食品安全，规范贝类体中脂溶性海洋生物毒素的检测方法，制定本标准，是十分有必要的。

（二）工作简况

1. 任务来源、计划项目编号，标准负责起草和参加起草的单位

根据《国家海洋局关于下达 2014 年度海洋行业标准制修订计划项目的通知》（国海科字[2015]57 号），由国家海洋环境监测中心负责起草，中国科学院海洋研究所、厦门大学、中国水产科学院黄海水产研究所等参加起草《贝类体中脂溶性海洋生物毒素的检测 液相色谱串联质谱法》（项目编号为 201502023-T）行业标准。

2. 主要工作过程、标准起草人及其所做的工作

（1）主要工作过程

由于小鼠生物法检测腹泻性贝类毒素出现严重的假阳性问题，2011 年，欧盟就做出决定从 2014 年 12 月 31 日起停止了小鼠生物法检测腹泻性贝类毒素或脂溶性海洋生物毒素(Regulation (EU) No 15, 2011)，并制定了海洋脂溶性海洋生物毒素液相色谱质谱检测技术方法(EU, 2011)。为了大连市长海县海水养殖虾夷扇贝出口欧盟的要求，

自 2011 年国家海洋环境监测中心就承担了虾夷扇贝体内腹泻性贝类毒素的检测任务；自 2015 年 1 月起，依据欧盟贝类体中脂溶性海洋生物毒素检测技术方法(EU, 2011,2015)，对长海县虾夷扇贝体内脂溶性海洋生物毒素的检测，满足了欧盟贝类毒素检测技术要求，于 2016 年 3 月，欧盟批准了长海县虾夷扇贝可出口欧盟。

鉴于国际上海洋脂溶性生物检测方法的更新以及国内海洋环境监测与海产品安全检测的需求，在《我国近岸重要生物毒素监测技术产品化及业务化应用示范》(201305010，海洋公益性行业科研专项经费项目，2013-2016)立项时，就提出了《贝类体中脂溶性海洋生物毒素的检测 液相色谱串联质谱法》制定的工作内容。在这一项目实施过程中，依据欧盟脂溶性海洋生物毒素检测技术标准(EU, 2011,2015)，采用液相色谱串联质谱法，国家海洋环境监测中心承担了北黄海和南海、国家海洋局第一海洋研究所承担了南黄海、中国科学院海洋研究所承担了渤海、厦门大学承担了东海 4 个航次的贝类样品中脂溶性海洋生物毒素的检测。近几年来，中国水产科学院黄海水产研究所对贝类体中海洋脂溶性海洋生物毒素检测技术方法也进行比较系统的研究(姚建华等, 2010; 谭志军等, 2013; Wu et al. , 2014)。

为科学评价贝类中的脂溶性海洋生物毒素的危害，加强对海洋环境脂溶性海洋生物毒素的监测、保障海洋食品安全，规范贝类体中脂溶性海洋生物毒素的检测方法，2014 年国家海洋局生态环境保护司委托国家海洋环境监测中心作为第一起草单位提出制定推荐性海洋行业标准《贝类体中脂溶性海洋生物毒素的检测 液相色谱串联质谱法》，2015 年通过标准立项审查工作，开始编制《贝类体中脂溶性海洋生物毒素的检测 液相色谱串联质谱法》(草案稿)。根据标准的主

要内容，国家海洋环境监测中心筛选 6 家开展脂溶性海洋生物毒素检测研究机构进行标准验证工作，结合验证的反馈结果综合分析标准的指标设定及技术要求的合理性，经反复论证和修改最终形成征求意见稿。2016 年 8 月，选取了 19 家单位对标准进行征求意见，有 16 家反馈了意见，根据反馈意见进行修改，形成送审稿。2019 年 1 月 3 日，召开了送审稿的审查会议，共邀请 9 位专家，根据专家意见对送审稿进行了修改完善，其中根据专家提出的其中的一条意见，即：根据 2016 年发布的国家标准《食品安全国家标准 贝类中腹泻性贝类毒素的测定》名称建议将本标准的名称改为“贝类 脂溶性海洋生物毒素的检测 液相色谱-串联质谱法”，同时修订英文名称。

(2) 标准起草人及其所做的工作

标准主要起草人：许道艳、梁玉波、刘仁沿、刘磊、陈猛、于仁诚、潭志军、高春蕾、续彦龙。

任务分工：许道艳为组织实施；梁玉波、刘仁沿、刘磊、续彦龙主要承担贝类体中脂溶性海洋生物毒素检测技术方法与标准编制；陈猛和潭志军主要承担贝类体中脂溶性海洋生物毒素检测技术方法与实验室互校；于仁诚和高春蕾主要承担贝类体中脂溶性海洋生物毒素检测与实验室互校。

(三)标准编制原则和确定标准主要内容（如技术指标、参数、公式、性能要求、试验方法、检验规则等）的论据（包括试验、统计数据）。

1. 标准编制原则

本标准编制过程中遵循以下原则：

(1) 符合性

符合国家和行业有关方针、政策、法律、法规，贯彻国家强制性

标准。

(2) 适用性

充分考虑我国国情,以促进海洋环境监测与海产品食用安全检测为目的,兼顾当前及未来海洋脂溶性海洋生物毒素分析技术的发展,确保为海洋环境监测和海产品食用安全检测/检测提供准确、有效的方法和完善的技术。

(3) 目的性

有利于我国海洋环境监测和海产品安全检测技术的进步,有利于海洋生态环境监测和海产品安全检测与评价技术水平的提高,可促进我国海洋生态环境资源的合理开发利用与保护。

(4) 协调性

与相关国家和行业标准协调一致。

2. 确定标准主要内容的论据 (包括试验、统计数据)

(1) 分析方法确定

针对小鼠生物法检测腹泻性贝类毒素或脂溶性海洋生物毒素具有明显的特异性不强、检测结果变异大、对一些毒素组分无法检出、假阳性问题严重等缺点 (Alexander et al., 2009), 欧盟食品安全管理局确定液相色谱串联质谱法(LC-MS/MS)是替代小鼠生物法检测脂溶性海洋生物毒素的可靠方法 (Regulation (EU) No 15/2011)。欧盟制定了脂溶性海洋生物毒素的安全食用限量标准: OAs+PTXs 为 160 μ g/kg, AZAs 为 160 μ g/kg, YTXs 为 3750 μ g/kg。迄今为止,国内外相关应用液相色谱串联质谱法检测脂溶性海洋生物毒素已有大量的研究报道 (Garcia-Altare et al., 2013, Liu et al., 2011 ; Wu et al., 2014; Li et al., 2014; Wang et al., 2015), 应用这一方法, 已鉴定出脂溶性海洋生物毒

素 50 多种。目前, 国内相关学者一致认为液相色谱串联质谱法(LC-MS/MS)是检测脂溶性海洋生物毒素可靠的检测方法。

(2) 样品前处理条件的确定

海洋脂溶性海洋生物毒素大多易溶于极性有机溶剂, 如丙酮、乙腈、甲醇、二氯甲烷、乙酸乙酯等, 故乙腈、甲醇、丙酮和二氯甲烷等都是良好的提取剂, 但二氯甲烷对人毒性较大, 易造成环境污染; 丙酮虽是经典提取溶剂, 但同时又能将基质中的油脂和色素同时提取出来, 且与水互溶后常温下不能与水分离, 导致提取液中大量水无法去除。而乙酸乙酯对极性物质的提取效率较差, 通常需要在提取过程中加入大量的无水硫酸钠以提高极性物质的提取效率, 而且乙酸乙酯提取体系中会共提取许多大分子的脂质和蜡质的物质。

甲醇是一种良好的提取剂, 可以与水任一比混溶, 可更有效的与样品组织细胞中待测物接触, 且乙腈本身对样品中的糖、脂肪和蛋白质的溶解性较小, 对蛋白有沉淀作用, 故本实验选择甲醇作为提取剂进行贝类样品的提取。样品与 100% 甲醇经混匀后提取两次, 在 3000r/min 的转速下离心 10min, 取得了较好的提取效果。

(3) 净化条件的确定

将固相萃取柱预先依次用 1mL 甲醇活化、1mL 30% 甲醇水平衡。将待净化液转移至固相萃取柱中, 再用 1mL 20% 甲醇进行淋洗, 抽至近干后(至少抽 1min); 用 1mL 氨水甲醇溶液洗脱, 控制洗脱流速为 1 滴/秒, 收集洗脱液并定容。

(4) 液相色谱条件的确定

色谱柱的选择。国内外参考文献均选用 C18 柱为分析柱, 比较了几家公司生产的色谱柱, 结果显示 Waters 公司生产的 XBridge C18

柱(150 mm×3.0 mm; 3.5 μm)和 XBridge C18 柱(50 mm×2.1 mm; 2.5 μm)在保留时间以及分离度均比较理想,此外两款色谱柱在稳定性上也优于其他色谱柱。

流动相的优化。正离子模式下,选择添加 2 mM 甲酸铵和 50 mM 甲酸,负离子模式下选择添加 0.05%的氨水进行梯度洗脱,各种分析物可以获得较高的灵敏度同时可以促进目标物的保留和分离。加入不同体积分数的乙腈,结果发现随着乙腈比例的增加流动相的极性逐渐减小,洗脱能力逐渐增强,兼顾到合适的保留时间和良好的色谱峰形,以及试样中还有众多其他成分需要洗脱,最终分别选择乙腈初始比例为 10%,流动相采用梯度洗脱。

流速的选择。正离子模式下流速设置为 0.3 mL/min 负离子模式下设置为 0.4 mL/min 的时候,从样品的检测结果来看,待测组分的色谱峰已经能达到良好的分离度和具有良好的峰型,因此对于两种模式分别选择 0.3 mL/min, 0.4 mL/min 的流速。

(5) 质谱条件的优化

首先采用 LC-MS 的 SCAN 模式下,扫面范围为 50~1500 m/z,得到不同毒素的特征母离子,然后分别优化其母离子的出口毛细管处电压,确定其响应最大的的出口毛细管处电压,然后分别对其母离子进行二次选择性电离,通过优化碰撞能量,选取适合检测分析的子离子,结合样品基质进样分析,在确定其出峰位置没有基质干扰的情况下,其 MRM 检测条件见表 1。

表 1. 11 种脂溶性海洋生物毒素的离子碎片参数

毒素组分	模式	母离子	子离子	DP(V)	EP(V)	CE(V)	CXP(V)
OA	Neg	803.5	255.1, 563.2	-80	-10	-60	-13
DTX1	Neg	817.5	255.2, 577.2	-80	-10	-55	-13

DTX2	Neg	803.5	255.2, 577.2	-80	-10	-60	-13
YTX	Neg	1141.5	1061.7, 855.5	-12	-10	-48	-20
homo-YTX	Neg	1155.5	1075.5, 869.5	-12	-10	-45	-20
PTX-2	Pos	876.5	823.5, 213.2	90	10.5	39	11
AZA1	Pos	842.6	824.6, 806.6	110	10	46	11
AZA2	Pos	856.5	838.5, 820.5	110	10	46	11
AZA3	Pos	828.5	810.5, 792.3	110	10	46	11
SPX1	Pos	692.4	444.2, 164.1	90	10	40	11
GYM	Pos	508.4	490.3, 392.3	95	10	35	11

确定 11 种脂溶性海洋生物毒素的质谱条件如下：

喷雾电压：4500 V。

毛细管温度：450℃(正离子模式)；600℃(负离子模式)。

源内碰撞解离电压：5 V。

雾化气流速：60 L/min。

辅助加热气流速：50 L/min。

(6) 检测限和定量限的确定

根据仪器的灵敏度和目标化合物的安全限量，在本方法的条件下，不同毒素在 S/N=3 时的浓度即为检测限；在 S/N=10 时的毒素浓度为定量限。综合不同仪器，确定本标准的定量限如表 2 所示，与国外(表 3) 相关定量限比较，定量限比较接近，甚至更低。

本方法对 11 种海洋脂溶性海洋生物毒素定量限见表 2。

表 2. 本标准所规定的定量限

毒素组分	定量限 (µg/kg)
OA	6.6
DTX1	9.9
DTX2	13.2
PTX2	79.2
YTX	85.8

homo-YTX	6.6
AZA1	2.31
AZA2	3.3
AZA3	1.65
GYM	0.33
SPX1	3.3

备注：数据来源国家海洋环境监测中心，仪器型号为：API 4000，AB Sciex

表 3. 在不同生物体中 6 种海洋脂溶性海洋生物毒素的定量限

Lipophilictoxins	LOQs($\mu\text{g}/\text{kg}$)			
	pH2	pH6.8	pH7.9	pH11
AZA1				
Mussel	8.7	12.4	9.2	6.0
Oyster	6.8	13.9	8.3	10.9
Clam	5.6	29.8	7.7	9.7
SeaUrchin	7.6	15.5	3.1	4.6
GYM				
Mussel	6.1	4.7	1.5	13.2
Oyster	7.0	7.8	3.4	5.7
Clam	11.2	19.2	1.7	10.9
SeaUrchin	18.4	6.4	2.4	3.4
OA				
Mussel	14.9	26.9	22.0	3.6
Oyster	15.2	29.2	18.3	6.8
Clam	8.7	21.1	19.1	7.1
SeaUrchin	10.5	25.5	21.7	8.5
PTX2				
Mussel	25.6	71.6	5.3	13.4
Oyster	22.2	52.9	27.2	15.6
Clam	23.3	36.7	11.0	10.2
SeaUrchin	24.8	85.8	13.1	8.7
SPX1				

Mussel	33.7	8.2	55.7	14.7
Oyster	17.4	6.2	15.7	14.3
YTX				
Mussel	377.1	>300.0	>300.0	36.0
Oyster	340.3	>300.0	>300.0	15.8
Clam	312.9	>300.0	>300.0	12.4
SeaUrchin	272.6	>300.0	>300.0	16.3

备注：数据来源于 Garcia-Altres et al., 2013;仪器型号：3200 QTRAP

(7) 方法回收率和相对标准偏差的确定

依据添加回收样品采用在定量空白样中添加脂溶性海洋生物毒素标准储备溶液的方法来制备。对于每一种毒素分别添加三个浓度水平，进行样品处理后测定。实验结果表明，此方法回收率较高，重复性良好。本方法对不同添加浓度范围方法的回收率和相对标准偏差见表4和表5。依此确定本标准在 $0.08 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 200 \mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度水平上的回收率为 $80\% \sim 120\%$ ，相对标准偏差小于 10% 。高于国外同类检测水平（表6）。

表4. 不同添加浓度脂溶性海洋生物毒素范围方法的回收率和相对标准偏差

毒素组分	添加浓度 $\mu\text{g}/\text{kg}$	贻贝	
		回收率%	相对标准偏差%
OA	2.50	99.7	1.7
	10.00	101.5	4.2
	40.00	99.9	1.8
DTX1	2.50	96.4	6.2
	10.00	99.3	3.5
	40.00	99.5	0.6
DTX2	2.50	96.2	5.0
	10.00	103.5	2.9
	40.00	99.9	2.9

YTX	12.50	118.3	2.1
	50.00	91.7	0.9
	200.00	101.0	3.7
homo-YTX	12.50	106.4	8.4
	50.00	99.2	3.1
	200.00	100.7	1.2
PTX2	7.81	113.9	5.7
	31.30	104.7	3.5
	125.00	102.9	3.5
SPX1	1.56	92.3	7.5
	6.25	99.8	0.3
	25.00	99.3	2.5
GYM	0.08	95.7	2.7
	0.31	81.1	0.6
	1.25	92.1	3.3
AZA1	1.56	87.6	1.3
	6.25	91.5	0.3
	25.00	88.9	0.6
AZA2	0.78	86.7	7.0
	3.13	102.9	4.3
	12.50	100.9	4.6
AZA3	1.56	105.1	3.3
	3.13	94.8	5.1
	12.50	97.6	5.2

备注：数据来源于国家海洋环境监测中心，仪器型号为：API 4000，AB Sciex

表 5. 不同添加浓度脂溶性海洋生物毒素范围和不同种生物体中方法的回收率和相对标准偏差

毒素组分	添加浓度 μg/kg	长牡蛎		虾夷扇贝		紫贻贝	
		回收率%	相对标准偏差%	回收率%	相对标准偏差%	回收率%	相对标准偏差%
OA	2.5	90.4	6.34	92.7	3.67	97.9	9.21
	10	91.5	9.05	90.4	3.62	93.5	8.05
	20	90.6	4.7	97.9	8.46	91.4	8.69

DTX1	2.5	99.5	8.03	92.2	4.75	94.3	5.93
	10	85.4	8.06	88.3	8.38	89.2	6.37
	20	90.5	8.3	85.8	6.8	89.9	4.32
DTX2	2.5	88.2	4.63	95.1	4.37	92	7.21
	10	90.5	7.26	92.7	6.15	94.9	5.85
	20	92.3	5.13	99.5	3.67	94.1	6.98
YTX	25	97.9	4.36	99.5	6.55	92.8	6.46
	100	91.2	3.07	94.9	6.45	88.4	7.41
	200	91.9	6.3	95.6	4.93	91.9	4.56
PTX2	2.5	96.9	9.58	95.4	9.53	90.9	6.03
	10	93.3	8.48	91.8	9.66	95.1	5.72
	20	84.5	5.09	80.9	7.1	93.3	3.5
SPX1	2.5	94.2	3.89	94.3	5.04	89.9	6.07
	10	94.4	6.43	92.8	8.89	93.2	4.67
	20	86.8	9.19	85.3	8.7	102	5.37
GYM	2.5	83.7	6.3	82.9	6.85	80.1	6.16
	10	94.1	7.98	95.7	6.79	93.5	5.97
	20	80.8	5.46	83.4	4.85	92.2	5.06
AZA1	2.5	85.9	5.54	89	5	92.6	4.8
	10	91.6	6.43	92.4	5.84	86.9	4.63
	20	101	3.16	96.9	5.73	92.4	5.84
AZA2	2.5	86.2	6.61	91.5	5.95	84.5	7.92
	10	92.5	5.27	95.6	9.29	89	5.27
	20	92.3	4.7	89.2	5.92	98.5	3.1
AZA3	2.5	83.1	7.03	91.1	4.82	90.4	8.6
	10	92.6	4.52	85.5	5.67	94.2	6.53
	20	92.1	5.04	95.8	5.49	98.6	3.58

数据来源：中国水产科学院黄海水产研究所

表 6. 不同添加浓度脂溶性海洋生物毒素范围和不同种生物体中方法的回收率和精密度

毒素组分	添加浓度 μg/kg	Mussel		Oyster		Clam		Sea Urchin	
		回收率	精密度	回收率	精密度	回收率	精密度	回收率	精密度
		%	HorRat	%	HorRat	%	HorRat	%	HorRat

AZA1	80	110	0.5	120.4	0.7	103.1	0.6	115	0.5
	160	102.8	0.4	111.6	0.3	114.6	0.4	108.7	0.8
	240	110.2	0.3	100.9	0.6	101.4	0.3	110	0.6
GYM	80	92.8	0.4	108.1	0.4	90.8	0.6	95.9	0.8
	160	83.6	0.4	95.2	0.5	101.3	0.1	98.4	0.2
	240	89.4	0.5	92.1	0.4	95.5	0.2	93.5	0.3
OA	80	83	1.1	80.7	0.2	68.1	0.3	69.7	1
	160	103.8	0.3	66.2	0.7	70.5	0.8	84.8	0.4
	240	84.4	0.9	61.5	0.5	84.3	0.1	77.8	0.2
PTX2	80	98	0.2	103.5	0.9	89.3	0.7	91.9	0.4
	160	88.9	0.4	91.4	0.7	92.9	0.4	91.1	0.5
	240	85	0.5	81.8	0.2	89	0.6	96.3	0
SPX1	80	117	0.6	119	0.6	88.3	0.2	82.3	0.3
	160	90.5	0.5	105.1	0.2	93.1	0.5	91.6	0.7
	240	98.4	1	98.6	0.2	91	0.7	82.8	0.9
YTX	250	109.1	1.3	57.7	1.7	59.1	1.3	64.9	1.7
	500	71.4	0.5	40.1	1.9	39	1.1	48.1	1.1

备注：数据来源于 Garcia-Altres et al., 2013；仪器型号：3200 QTRAP

(四) 主要试验(或验证)的分析、综述，技术经济论证，预期的经济效果

1. 主要试验的分析论证

(1) 标准曲线测试

本方法采用外标法定量，对于液相色谱-质谱/质谱法由于基质效应的存在，标准品需要使用空白配制。取空白样品按照样品前处理步骤进行处理。用所得的样品溶液将毒素标准储备液逐级稀释，得到喹啉黄浓度为系列浓度的标准溶液。在本方法所确定的实验条件下进样，测定其峰面积，以各毒素标准工作液的浓度为横坐标，以特征离子峰面积为纵坐标，绘制工作曲线。11种海洋脂溶性海洋生物毒素标准直线的回归系数均在0.99287-0.99995之间（见表7）。

表 7.11 种海洋脂溶性海洋生物毒素标准线性方程和相关系数

毒素组分	线性范围(ng/mL)	线性方程	相关系数
OA	0.31-40.00	$y = 3678.36070 x + 294.27890$	0.99994
DTX1	0.31-40.00	$y = 4425.27920 x + 621.06323$	0.99993
DTX2	0.31-40.00	$y = 4829.87843 x + 938.51482$	0.99994
YTX	1.56-200	$y = 5522.58380 x + -8632.59835$	0.99890
homoYTX	1.56-200	$y = 7532.31204 x + -6606.11113$	0.99995
PTX2	3.90-500	$y = 26892.31799 x + 7.57174e5$	0.98925
SPX1	0.78-100	$y = 3.24224e4 x + 3.56220e4$	0.99942
GYM	0.04-5	$y = 2.34554e5 x + 2509.28693$	0.99971
AZA1	0.78-100	$y = 3.45379e5 x + 1.26322e6$	0.99287
AZA2	0.39-50	$y = 2.54863e5 x + 1.48548e5$	0.99896
AZA3	0.39-50	$y = 4.03754e5 x + 3.00780e5$	0.99893

备注：数据来源中国科学院海洋研究所

(2) 内控样品测试

国家海洋环境监测中心、中国科学院海洋研究所、厦门大学、中国水产科学院黄海水产研究、辽宁省进出口检验检疫技术中心、大连市进出口检验检疫技术中心等 6 个毒素检测实验室，对同一浓度的标准溶液重复测定 3 次，11 种海洋脂溶性海洋生物毒素内控样批内相

对标准偏差 RSD_r 为 5.75~15.06%，实验室内相对标准偏差 RSD_r 为 10.92~28.81%，HorRat 值为 0.25~1.18，回收率在 91.32~131.02% 之间(表 8, 表 10, 表 12, 表 14, 表 16, 表 17, 表 19, 表 20, 表 21, 表 23, 表 25)，检测灵敏度高于国外同类毒素检测水平（表 9, 表 11, 表 13, 表 15, 表 18, 表 22, 表 24, 表 26）。

(3) 盲样测试

上述 6 个毒素检测实验室分别测试两份不同含量的添加有不同毒素水平的贝类盲样，每个盲样测定 3 次。盲样 1 批内相对标准偏差 RSD_r 为 4.89%~12.40%，实验室内相对标准偏差 RSD_r 11.37~36.53% HorRat 值为 0.35~1.07。盲样 2 批内相对标准偏差 RSD_r 为 4.83~16.32%，实验室内相对标准偏差 RSD_r 为 14.72~34.01%，HorRat 值为 0.46~1.11(表 8, 表 10, 表 12, 表 14, 表 16, 表 17, 表 19, 表 20, 表 21, 表 23, 表 25)，检测灵敏度高于国外同类毒素检测水平（表 11, 表 13, 表 15, 表 17, 表 20, 表 24, 表 26, 表 28）。

依据内控样品和盲样检测最大相对标准误差，确定本方法的批内相对标准偏差 $\leq 15\%$ ，实验室内相对标准偏差 $\leq 37\%$ 。

表 8.毒素 OA 的实验室内比对结果

Material	N of labs a(b)*	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD_r %	Reproducibility	
					RSD_R %	HorRat
盲样 1	6(0)	9.53	79.43%	7.65	11.37	0.35
盲样 2	5(1)	9.86	123.27%	4.83	14.72	0.46
空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	5(1)	11.11	81.54%	7.10	10.92	0.35

备注：*去除数据异常的实验室个数 (b) 后剩余的实验室个数 (a)。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 9.毒素 OA 的实验室内比对结果

Material	N of labs	Mean	Recovery	Repeatability	Reproducibility
----------	-----------	------	----------	---------------	-----------------

	a(b) *	µg/kg	%	RSD_r %	RSD_R %	HorRat
<i>Donax trunculus</i>	15(0)	184	-	10.8	28.6	1.39
<i>Ensis arcuatus</i>	12(3)	84.6	-	12.4	32.7	1.41
<i>Mytilus edulis</i>	13(1)	86.0	-	12.5	31.2	1.35
<i>Chamelea gallina</i>	14(1)	182	-	8.34	34.1	1.65
<i>Mytilus edulis</i>	15(0)	431	-	4.87	35.5	1.95
<i>Cerastoderma edule</i>	15(0)	154	-	22.2	39.7	1.87
<i>Mytilus edulis</i>	13(2)	338	-	4.38	32.3	1.72

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于 European Union Reference Laboratory for Marine Biotoxins, 2015。

表 10.毒素 DTX1 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b)*	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
盲样 1	6(0)	9.31	132.96%	6.84	14.60	0.45
盲样 2	6(0)	20.58	108.34%	8.50	25.50	0.89
空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	6(0)	13.92	131.02%	6.93	25.16	0.83

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 11.毒素 DTX1 的实验室间比对结果

Material	N of labs a(b) *	Mean µg/kg	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
<i>Mytilus edulis</i>	14(1)	422	-	5.84	31.0	1.70
<i>Mytilus edulis</i>	15(0)	273	-	6.66	39.2	2.01

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于 European Union Reference Laboratory for Marine Biotoxins, 2015。

表 12.毒素 DTX2 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
盲样 1	6(0)	6.32	126.43%	12.40	36.53	1.07
盲样 2	6(0)	14.40	102.86%	5.49	30.20	1.00
空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	6(0)	13.92	100.83%	6.93	25.16	0.83

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 13.毒素 DTX2 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b)*	Mean µg/kg	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
<i>Donax trunculus</i>	14(1)	238	-	8.80	27.4	1.38
<i>Ensis arcuatus</i>	11(2)	68.2	-	14.9	23.2	0.97
<i>Chamelea gallina</i>	14(0)	80.4	-	19.7	34.4	1.47
<i>Mytilus edulis</i>	11(1)	57.7	-	8.03	34.5	1.40
<i>Cerastoderma edule</i>	15(0)	104	-	21.9	33.1	1.47

<i>Mytilus edulis</i>	14(1)	400	-	6.32	32.3	1.76
-----------------------	-------	-----	---	------	------	------

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于 European Union Reference Laboratory for Marine Biotoxins, 2015。

表 14.毒素 YTX 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
盲样 1	6(0)	53.11	79.27%	7.90	19.02	0.76
盲样 2	6(0)	13.72	85.75%	8.97	34.01	1.11
空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	6(0)	47.61	96.46%	15.06	18.82	0.74

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 15.毒素 YTX 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b)*	Mean µg/kg	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
<i>Mytilus edulis</i>	11(0)	111	-	9.16	35.2	1.58

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于 European Union Reference Laboratory for Marine Biotoxins, 2015。

表 16.毒素 hYTX 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
盲样 1	6(0)	31.77	79.42%	7.37	18.39	0.68
盲样 2	6(0)	20.37	81.50%	9.97	22.66	0.79
空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	6(0)	40.18	95.55%	7.77	28.81	1.11

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 17.毒素 PTX2 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
盲样 1	6(0)	21.52	107.62%	11.77	12.73	0.45
盲样 2	4(2)	93.66	93.66%	8.38	17.22	0.75

空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	6(0)	39.64	91.32%	12.25	22.13	0.85

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 18.毒素 PTX2 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b)*	Mean µg/kg	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
<i>Donax trunculus</i>	13(0)	82.9	114	12.6	32.8	1.41
<i>Chamelea gallina</i>	13(0)	77.7	72.8	9.86	34.0	1.45

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于 European Union Reference Laboratory for Marine Biotoxins, 2015。

表 19.毒素 SPX1 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
盲样 1	6(0)	68.25	87.50%	4.89	20.71	0.86
盲样 2	4(2)	7.37	52.65%	8.27	25.27	0.75
空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	6(0)	8.49	105.57%	8.23	12.37	0.38

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 20.毒素 GYM 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
盲样 1	6(0)	2.54	84.76%	5.59	28.45	0.72
盲样 2	5(1)	0.73	72.58%	7.53	32.72	0.69
空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	6(0)	0.43	104.61%	7.28	18.73	0.36

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 21.毒素 AZA1 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat

盲样 1	6(0)	15.96	99.73%	12.17	14.15	0.47
盲样 2	6(0)	8.93	89.27%	16.32	27.67	0.85
空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	6(0)	7.27	98.35%	8.74	14.31	0.43

备注：*去除数据异常的实验室个数 (b) 后剩余的实验室个数 (a)。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 22.毒素 AZA1 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean µg/kg	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
<i>Donax trunculus</i>	14(0)	91.5	88.7	14.8	28.7	1.25
<i>Ensis arcuatus</i>	13(1)	50.5	75.9	12.6	17.8	0.71
<i>Mytilus edulis</i>	10(4)	323	-	6.66	10.7	0.57
<i>Chamelea gallina</i>	14(1)	113	74.0	5.79	17.9	0.80
<i>Mytilus edulis</i>	14(1)	225	-	3.99	15.2	0.76
<i>Cerastoderma edule</i>	13(1)	43.5	78.8	11.0	17.3	0.68
<i>Mytilus edulis</i>	12(1)	472	-	3.83	12.8	0.71

备注：*去除数据异常的实验室个数 (b) 后剩余的实验室个数 (a)。

数据来源于 European Union Reference Laboratory for Marine Biotoxins, 2015。

表 23.毒素 AZA2 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
盲样 1	6(0)	12.57	89.80%	6.23	13.94	0.45
盲样 2	6(0)	4.47	89.39%	12.84	24.17	0.67
空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	6(0)	3.69	99.23%	5.75	9.28	0.25

备注：*去除数据异常的实验室个数 (b) 后剩余的实验室个数 (a)。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 24.毒素 AZA2 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b)*	Mean µg/kg	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
<i>Donax trunculus</i>	10(1)	30.3	138.4	12.1	20.4	0.76
<i>Ensis arcuatus</i>	11(2)	39.5	136.2	6.67	28.6	1.10
<i>Mytilus edulis</i>	12(1)	84.4	-	10.2	25.1	1.08

<i>Chamelea gallina</i>	11(3)	63.2	117.7	6.91	25.2	1.04
<i>Mytilus edulis</i>	13(2)	62.1	-	4.92	28.4	1.17
<i>Cerastoderma edule</i>	12(2)	40.0	117.6	9.25	24.2	0.93
<i>Mytilus edulis</i>	11(4)	111	-	1.70	29.2	1.31

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于 European Union Reference Laboratory for Marine Biotoxins, 2015。

表 25.毒素 AZA3 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean ng/mL	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
盲样 1	6(0)	15.62	78.12%	6.86	16.52	0.55
盲样 2	4(2)	13.26	106.05%	8.60	16.40	0.54
空白	6(0)	0.00	—	—	—	—
内控样	6(0)	3.61	94.32%	9.41	19.03	0.51

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于国家海洋环境监测中心

表 26.毒素 AZA3 的实验室间比对结果

Material	N °of labs a(b) *	Mean µg/kg	Recovery %	Repeatability RSD _r %	Reproducibility	
					RSD _R %	HorRat
<i>Mytilus edulis</i>	8(2)	30.1	-	12.0	42.6	1.57
<i>Mytilus edulis</i>	12(3)	95.3	-	13.3	25.4	1.12
<i>Mytilus edulis</i>	12(3)	106	-	7.68	20.4	0.91

备注：*去除数据异常的实验室个数（b）后剩余的实验室个数（a）。

数据来源于 European Union Reference Laboratory for Marine Biotoxins, 2015。

2. 预期经济效益

本标准的编制，可以规范贝类体中脂溶性海洋生物毒素的检测方法，使分析过程变的相对简单、快捷，结果更加科学准确，能为保障海洋食品安全提供科学支持，同时促进海洋标准化的发展。

（五）与有关的现行法律、法规和标准的关系

本标准符合现行有关法律、法规和强制性标准，与相关标准协调配套。

(六) 标准作为强制性或推荐性国家(或行业)标准的建议

海洋动物大多可被食用，是广为消费的海产品。我国是海产品生产与消费大国，也是进口大国。海洋动物体中毒素含量的高低，一方面可说明我国海洋生态环境质量状况，另一方面更代表着海产品的食用安全性，对食用者具有致癌、致畸、致残甚至死亡的风险，因而备受关注。依据新修订的《环保法》和《食品安全法》及《海洋环保法》的要求，按照习总书记“用最严谨的标准、最严格的监管、最严厉的处罚、最严肃的问责”有关食品安全监管的指示，我国正在不断加强海洋生物毒素的监测。由于《贝类中腹泻性贝类毒素的测定》

(GBT5009.212-2008)(小鼠生物法检测腹泻性贝类毒素)具有非常明显的缺欠，建议《贝类 脂溶性海洋生物毒素的测定 液相色谱-串联质谱法》作为推荐性行业标准。

(七) 贯彻该标准的要求和措施建议

本标准批准后应加强对标准的宣传和贯彻，在宣传贯彻和应用中不断收集用户意见和建议，跟踪国内外毒素检测技术方法进步，为及时修订脂溶性海洋生物毒素检测技术标准，奠定基础。

附表 1

应用小鼠生物法 (MBA) 和液相色谱串联质谱法 (LC-MS/MS) 检测我国沿岸海域贝类体内腹泻性贝类毒素结果

序号	采集时间	采样地点	种类	小鼠法 (Mu/g)	液相色谱串联质谱法 (LC-MS/MS) (µg/kg)							
					GYM	YTX	Homo-YTX	45-OH-homo-YTX	PTX2	PTX2sa	7epiPTX2sa	OA
1	2007/7/21	辽宁省大连大长山	缢蛭	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
2	2007/7/21	辽宁省大连大长山	菲律宾蛤仔	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
3	2007/7/21	辽宁省大连大长山	栉孔扇贝	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
4	2007/7/21	辽宁省大连大长山	紫石房蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
5	2007/7/12	辽宁省庄河	缢蛭	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
6	2007/7/12	辽宁省庄河	菲律宾蛤仔	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
7	2007/7/12	辽宁省庄河	文蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
8	2007/7/12	辽宁省庄河	青蛤	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
9	2007/7/12	辽宁省庄河	毛蚶	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
10	2007/7/12	辽宁省庄河	四角蛤蜊	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
11	2007/7/13	辽宁省东港	缢蛭	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
12	2007/7/13	辽宁省东港	文蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
13	2007/7/13	辽宁省东港	青蛤	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
14	2007/7/13	辽宁省东港	中国蛤蜊	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
15	2007/7/13	辽宁省东港	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
16	2007/7/13	辽宁省东港	菲律宾蛤仔	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
17	2007/7/13	辽宁省东港	毛蚶	0.1	未检出	未检出	< LOQ	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
18	2007/7/16	辽宁省大连营城	菲律宾蛤仔	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
19	2007/7/16	辽宁省大连营城	竹蛭	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

序号	采集时间	采样地点	种类	小鼠法 (Mu/g)	液相色谱串联质谱法 (LC-MS/MS) (µg/kg)							
					GYM	YTX	Homo-YTX	45-OH-homo-YTX	PTX2	PTX2sa	7epiPTX2sa	OA
20	2007/7/16	辽宁省大连营城	贻贝	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
21	2007/7/16	辽宁省大连夏家河	竹蛭	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
22	2007/7/16	辽宁省大连夏家河	贻贝	0.2	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
23	2007/7/16	辽宁省大连夏家河	菲律宾蛤仔	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
24	2007/7/16	辽宁省大连夏家河	文蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
25	2007/7/31	辽宁省大连金石滩	栉孔扇贝	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
26	2007/7/31	辽宁省大连金石滩	缢蛭	0.2	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
27	2007/7/31	辽宁省大连金石滩	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
28	2007/7/31	辽宁省大连金石滩	紫贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
29	2007/7/31	辽宁省大连金石滩	菲律宾蛤仔	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
30	2007/7/31	辽宁省大连金石滩	长牡蛎	0.2	未检出	未检出	未检出	未检出	2.7	4.6	4.5	0.64
31	2007/8/1	辽宁省大连大长山	紫贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
32	2007/8/1	辽宁省大连大长山	长牡蛎	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
33	2007/8/5	辽宁省锦州	杂色蛤	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
34	2007/8/5	辽宁省锦州	四角蛤蜊	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
35	2007/8/5	辽宁省锦州	紫贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
36	2007/8/5	辽宁省盘锦	杂色蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
37	2007/8/5	辽宁省盘锦	四角蛤蜊	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
38	2007/8/5	辽宁省盘锦	毛蚶	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
39	2007/8/5	辽宁省营口	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
40	2007/8/5	辽宁省营口	紫贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
41	2007/8/5	辽宁省营口	四角蛤蜊	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
42	2007/8/8	辽宁省瓦房店	长牡蛎	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

序号	采集时间	采样地点	种类	小鼠法 (Mu/g)	液相色谱串联质谱法 (LC-MS/MS) (µg/kg)							
					GYM	YTX	Homo-YTX	45-OH-homo-YTX	PTX2	PTX2sa	7epiPTX2sa	OA
43	2007/8/8	辽宁省瓦房店	紫贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
44	2007/8/5	河北省唐海	杂色蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
45	2007/8/5	河北省唐海	长牡蛎	0.2	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
46	2007/8/5	河北省唐海	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
47	2007/8/5	河北省乐亭	杂色蛤	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
48	2007/8/5	河北省乐亭	毛蚶	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
49	2007/8/5	河北省乐亭	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
50	2007/8/5	河北省昌黎	紫贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
51	2007/8/5	河北省昌黎	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
52	2007/8/5	河北省昌黎	四角蛤蜊	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
53	2007/8/4	河北省黄骅	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
54	2007/8/4	天津市驴驹河	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
55	2007/7/28	山东省日照	杂色蛤	> 0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
56	2007/7/28	山东省日照	栉孔扇贝	0.2	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
57	2007/7/28	山东省日照	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
58	2007/7/28	山东省青岛	杂色蛤	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
59	2007/7/28	山东省青岛	毛蚶	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
60	2007/7/29	山东省荣成	紫贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
61	2007/7/29	山东省荣成	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
62	2007/7/29	山东省荣成	中国蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
63	2007/7/29	山东省烟台	中国蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	0.66	未检出	21.7	0.11
64	2007/7/29	山东省烟台	杂色蛤	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
65	2007/8/2	山东省莱州	长牡蛎	0.2	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

序号	采集时间	采样地点	种类	小鼠法 (Mu/g)	液相色谱串联质谱法 (LC-MS/MS) (µg/kg)							
					GYM	YTX	Homo-YTX	45-OH-homo-YTX	PTX2	PTX2sa	7epiPTX2sa	OA
66	2007/8/2	山东省莱州	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
67	2007/8/2	山东省莱州	四角蛤蜊	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
68	2007/8/2	山东省长岛	紫贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
69	2007/8/2	山东省长岛	长牡蛎	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
70	2007/8/2	山东省长岛	栉孔扇贝	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
71	2007/8/2	山东省长岛	虾夷扇贝	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
72	2007/8/4	山东省东营	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
73	2007/8/4	山东省东营	四角蛤蜊	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
74	2007/8/4	山东省东营	长牡蛎	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
75	2007/6/27	江苏省赣榆县	毛蚶	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
76	2007/6/27	江苏省赣榆县	文蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
77	2007/6/27	江苏省赣榆县	杂色蛤	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
78	2007/6/27	江苏省赣榆县	缢蛏	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
79	2007/6/27	江苏省赣榆县	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
80	2007/6/29	江苏省大丰	日本镜蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
81	2007/6/29	江苏省大丰	四角蛤蜊	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
82	2007/6/29	江苏省大丰	缢蛏	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
83	2007/6/29	江苏省射阳	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
84	2007/6/29	江苏省射阳	日本镜蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
85	2007/6/29	江苏省射阳	缢蛏	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
86	2007/6/29	江苏省启东	缢蛏	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
87	2007/6/29	江苏省启东	四角蛤蜊	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
88	2007/6/29	江苏省启东	日本镜蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

序号	采集时间	采样地点	种类	小鼠法 (Mu/g)	液相色谱串联质谱法 (LC-MS/MS) (µg/kg)							
					GYM	YTX	Homo-YTX	45-OH-homo-YTX	PTX2	PTX2sa	7epiPTX2sa	OA
89	2007/6/29	江苏省启东	文蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
90	2007/7/2	浙江省舟山	日本镜蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
91	2007/7/2	浙江省舟山	贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
92	2007/7/2	浙江省舟山	缢蛭	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
93	2007/7/2	浙江省舟山	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
94	2007/7/5	浙江省温州	缢蛭	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
95	2007/7/5	浙江省温州	泥蚶	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
96	2007/7/5	浙江省台州	日本镜蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
97	2007/7/5	浙江省台州	缢蛭	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
98	2007/7/5	浙江省台州	泥蚶	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
99	2007/7/25	浙江省乐清	长牡蛎	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
100	2007/7/25	浙江省乐清	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
101	2007/7/25	浙江省台州	杂色蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
102	2007/7/25	浙江省台州	紫贻贝	0.2	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
103	2007/7/25	浙江省象山	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
104	2007/7/25	浙江省象山	紫贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
105	2007/7/25	浙江省象山	缢蛭	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
106	2007/7/6	福建省宁德	缢蛭	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
107	2007/7/6	福建省宁德	紫贻贝	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	11.9	未检出
108	2007/7/6	福建省长乐	文蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
109	2007/7/6	福建省长乐	缢蛭	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
110	2007/7/7	福建省莆田	杂色蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
111	2007/7/7	福建省莆田	缢蛭	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

序号	采集时间	采样地点	种类	小鼠法 (Mu/g)	液相色谱串联质谱法 (LC-MS/MS) (µg/kg)							
					GYM	YTX	Homo-YTX	45-OH-homo-YTX	PTX2	PTX2sa	7epiPTX2sa	OA
112	2007/7/7	福建省泉州	褶牡蛎	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
113	2007/7/7	福建省漳州	褶牡蛎	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
114	2007/7/8	福建省漳州	杂色蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
115	2007/7/8	福建省漳州	缢蛭	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
116	2007/7/8	福建省东山	杂色蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
117	2007/7/8	福建省东山	巴非蛤	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
118	2007/7/24	福建省霞浦	长牡蛎	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
119	2007/7/24	福建省霞浦	杂色蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
120	2007/7/24	福建省泉州	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
121	2007/7/24	福建省泉州	缢蛭	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
122	2007/7/24	福建省长乐	翡翠贻贝	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
123	2007/7/20	广东省雷州	皱纹蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
124	2007/7/20	广东省雷州	波纹巴非蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
125	2007/7/20	广东省雷州	曲波皱纹蛤	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
126	2007/7/20	广东省湛江	饼干镜蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
127	2007/7/20	广东省湛江	文蛤	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
128	2007/7/20	广东省阳江	近江牡蛎	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
129	2007/7/20	广东省阳江	翡翠贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
130	2007/7/20	广东省阳江	毛蚶	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
131	2007/7/18	广东省湛江	近江牡蛎	0.05	40.92	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
132	2007/7/11	广东省柘林	褶牡蛎	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
133	2007/7/11	广东省饶平	巴非蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
134	2007/7/11	广东省饶平	翡翠贻贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

序号	采集时间	采样地点	种类	小鼠法 (Mu/g)	液相色谱串联质谱法 (LC-MS/MS) (µg/kg)							
					GYM	YTX	Homo-YTX	45-OH-homo-YTX	PTX2	PTX2sa	7epiPTX2sa	OA
135	2007/7/11	广东省深圳坪山	波纹巴非蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
136	2007/7/11	广东省深圳坪山	文蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
137	2007/7/11	广东省汕头南澳	太平洋牡蛎	0.2	未检出	未检出	16.92	7.64	未检出	未检出	未检出	未检出
138	2007/7/11	广东省汕尾	文蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
139	2007/7/11	广东省汕尾	线边等蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
140	2007/7/11	广东省汕尾	四角蛤蜊	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
141	2007/7/14	广西北海	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
142	2007/7/14	广西北海	缘齿牡蛎	0.4	16.8	未检出	< LOQ	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
143	2007/7/14	广西北海	长肋日月贝	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
144	2007/7/14	广西北海	翡翠贻贝	0.1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
145	2007/7/14	广西北海	近江牡蛎	0.05	19.57	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	0.056
146	2007/7/14	广西北海	海湾扇贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
147	2007/7/14	广西北海	合浦珠母贝	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
148	2007/7/14	广西防城港	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
149	2007/7/14	广西防城港	饼干镜蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
150	2007/7/14	广西防城港	皱纹蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
151	2007/7/18	海南省三亚	皱纹蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
152	2007/7/18	海南省三亚	饼干镜蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
153	2007/7/18	海南省三亚	近江牡蛎	0.1	5.94	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
154	2007/7/18	海南省东方	文蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
155	2007/7/18	海南省东方	皱纹蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
156	2007/7/18	海南省东方	曲波皱纹蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
157	2007/7/18	海南省海口	杂色蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

序号	采集时间	采样地点	种类	小鼠法 (Mu/g)	液相色谱串联质谱法 (LC-MS/MS) (µg/kg)							
					GYM	YTX	Homo-YTX	45-OH-homo-YTX	PTX2	PTX2sa	7epiPTX2sa	OA
158	2007/7/18	海南省海口	巴非蛤	0.05	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
159	2007/7/18	海南省海口	皱纹蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
160	2007/7/18	海南省万宁	皱纹蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
161	2007/7/18	海南省万宁	丽文蛤	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出