

# 贝类中大田软海绵酸的液相色谱-串联质谱 优化测定法

伍志强<sup>1</sup>, 王本成<sup>2</sup>, 孙艳波<sup>2</sup>, 刘义<sup>3\*</sup>

(1. 湛江出入境检验检疫局, 湛江 524001; 2. 广东医学院, 药学院, 湛江 524001;  
3. 广东天然药物研究与开发实验室, 广东医学院, 湛江 524025)

**摘要:** **目的** 建立测定贝类组织中腹泻性贝类毒素大田软海绵酸(okadaic acid, OA)的优化高效液相色谱-串联质谱方法。**方法** 样品经 0.125 mol/L 盐酸性水溶液提取, 乙酸乙酯萃取, HLB 固相萃取小柱净化, 采用液相色谱-串联质谱进行检测。**结果** 以 80% 甲醇-水为流动相等度洗脱, 流速为 0.3 mL/min, 柱温为 35 °C, 选择正离子扫描和多反应监测(MRM)模式进行分析, OA 在 2~200 µg/L 范围内线性关系良好。采用本研究改进的前处理方法, 4 个添加水平下的回收率为 90.5%~99.6%, 高于采用行业标准 SN/T2269-2009 前处理方法的回收率(81.3%~87.5%), 相对标准偏差小于 10%, 方法定量限(以 S/N = 10 计)为 1.0 µg/kg。成功应用本方法检测了湛江市市售的 7 种贝类样品, 未检出 OA。**结论** 该优化方法灵敏度高, 操作较简便, 适合于多种贝类样品中 OA 的检测。

**关键词:** 液相色谱-串联质谱法; 大田软海绵酸; 前处理; 贝类

## Improvement of determination method of okadaic acid in shellfish by liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WU Zhi-Qiang<sup>1</sup>, WANG Ben-Cheng<sup>2</sup>, SUN Yan-Bo<sup>2</sup>, LIU Yi<sup>3\*</sup>

(1. Zhanjiang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Zhanjiang 524001, China; 2. College of Pharmacy, Guangdong Medical College, Zhanjiang 524001, China; 3. Guangdong Key Laboratory for Research and Development of Natural Drugs, Guangdong Medical College, Zhanjiang 524025, China)

**ABSTRACT: Objective** High performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) method has been established for okadaic acid (OA) determination in shellfish products. **Methods** Shellfish sample was extracted by water solution containing 0.125 mol/L HCl. Shellfish extract solution was extracted with ethyl acetate and then cleaned-up by solid phase extraction (SPE) on an Oasis HLB cartridge and detected by HPLC-MS/MS. **Results** The detection was performed using 80% methanol-water (80:20, v/v) as a mobile phase with a flow rate at 0.3 mL/min, and a column temperature at 35 °C. Positive ion mode and multiple reaction monitoring (MRM) mode were used in analysis. The calibration curve was linear in the range of 2~200 µg/L. By adopting the improved pre-treatment method in present study, the recoveries of OA added at 4 concentration levels were 90.5%~99.6%, higher than the recoveries (81.3%~87.5%) of SN/T2269-2009

基金项目: 广东省科技计划项目(2011B040300032)、广东出入境检验检疫局科技项目(2012GDK48)

**Fund:** Supported by Science and Technology Planning Project of Guangdong Province(2011B040300032) and Guangdong Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau Technology Project (2012GDK48)

\*通讯作者: 刘义, 硕士, 副研究员, 主要研究方向为天然药物。E-mail: plliu78@sina.com

\*Corresponding author: LIU Yi, Master, Associate Professor, Guangdong Key Laboratory for Research and Development of Natural Drugs, Guangdong Medical College, Zhanjiang 524025, China. E-mail: plliu78@sina.com

pre-treatment method. The quantification limit (LOD) ( $S/N = 10$ ) of the method was 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ . By this method, there were no OA checked out from 7 kinds of shellfish samples from various markets in Zhanjiang city.

**Conclusion** The developed method was highly sensitive and simple, and was suitable for determination of OA in many kinds of shellfish products.

**KEY WORDS:** high performance liquid chromatograph-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS); okadaic acid; pre-treatment; shellfish

## 1 引言

大田软海绵酸(okadaic acid, OA)属腹泻性贝类毒素(diarrhetic shellfish poisons, DSP), 是海洋中藻类产生的一类脂溶性次级代谢产物, 是 DSP 的重要组成部分之一, 经食物链被贝类摄入后因其较高的脂溶性容易在贝类体内长期累积, 被人食用后会引起人体的毒性反应。虽然 OA 较麻痹性毒素毒性小, 但一般的烹调加热不能将其破坏, 长期的毒性效应可致癌, 且由于 DSP 中毒症状与细菌性胃肠炎类似, 极易混淆, 使其流行比预想的更严重, 因而受到国际社会的重点关注<sup>[1-3]</sup>。我国是水产贝类大国, 各种贝类产品消费量大, 出口量大, 因此, OA 的准确检测对贝类食品安全监管具有极为重要的意义。

目前, 国内外常用的 OA 检测方法主要包括小鼠生物法<sup>[4-5]</sup>、气相色谱法(GC)、液相色谱法(HPLC)<sup>[6]</sup>、液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)<sup>[7-10]</sup>、磷酸酶活性抑制检测法<sup>[11-13]</sup>、细胞毒性检测法、免疫学方法<sup>[14-15]</sup>等, 这些方法各有优缺点。小鼠生物法、细胞毒性检测法和磷酸酶活性抑制检测法操作简便, 成本低, 但无法对毒素进行分离检测, 难以准确快速地定性和定量。气相色谱和液相色谱检测法干扰较大, 定性不够准确, 且需要相应的标准品, 目前标准品价格昂贵不易得。酶联免疫学方法具有高特异性和选择性, 但其检测过程需要酶标记抗体, 成本高, 耗时长, 其对应的商品化试剂盒易产生假阳性结果。2012 年出台的海产品进出口行业标准 SN/T 3314-2012 中采用了化学发光免疫检测 OA, 其实际样品的最低检出限可达 2.464  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 但是操作步骤繁琐, 耗时长<sup>[16]</sup>。LC-MS/MS 是 OA 检测目前应用较多的检测方法, 能够较为精确的定性和定量, 在仪器设备日益发展的今天具有显著的优势。目前在 OA 的 LC-MS/MS 检测方法中, 大多采用甲醇、二氯甲烷等有机溶剂作为 OA 的提取剂, 并通

过有机溶剂进行液-液萃取脱脂, 然后经固相萃取小柱净化用于检测<sup>[7-10,17,18]</sup>。在这些研究中, 其线性范围和定量限存在较大差异。我国在出入境检验检疫行业标准 SN/T2269-2009<sup>[19]</sup>中也应用了 LC-MS/MS 检测 OA, 经目前的实际应用发现, 所采用的样品前处理方法和检测条件易造成样品堵塞、乳化等现象, 其最低检出限为 0.1  $\text{mg}/\text{kg}$ 。因此, 需要进一步优化条件以满足当前的行业标准。本研究拟通过优化 OA 的样品前处理方法和 LC-MS/MS 检测条件, 解决该类问题, 并将优化后的方法用于湛江海域大宗贝类产品中 OA 的检测, 为 OA 的安全检测方法应用提供参考。

## 2 材料与方法

### 2.1 材料、试剂和仪器

Agilent 1200 高效液相色谱系统(美国 Agilent 公司); API 4000 QTRAP 三重四级杆质谱系统(美国 AB SCIEX 公司); Sunfire™ C18 液相色谱柱 (2.1 × 150 mm, 5  $\mu\text{m}$ , 美国 Waters 公司); 3K 15 台式高速冷冻离心机(德国 Sigma 公司); HB3120U 超声波清洗器(汉邦科技公司); Biotage 氮吹仪(欧乐科贸易有限公司); XW-80A 漩涡混合器(上海精科实业有限公司); Milli-Q Academic A10 超纯水仪(美国 Millipore 公司); SPH-110×24 往复式恒温水浴摇床(上海世平实验设备有限公司)。

OA 标准品(Sigma 公司); 甲醇、乙腈为色谱纯(美国 Fisher 公司); 乙酸乙酯为分析纯(天津科密欧); 3 mL HLB 固相萃取小柱(美国 Waters 公司), 超纯水 (18.2  $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ )。贝类样品包括翡翠贻贝、紫贻贝、尖紫蛤、波纹巴菲蛤、毛蚶、西施舌、文蛤, 均为湛江市售。

### 2.2 试剂的配制

储备液的配制: 100  $\mu\text{g}$  OA 标准品, 甲醇溶解, 定

容至 10 mL, 得 10  $\mu\text{g/mL}$  标准储备液,  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  冰箱保存。

工作液的配制: 临用时取 OA 储备液, 加入甲醇, 稀释成浓度为 2、4、8、16、32、40、100、200  $\mu\text{g/L}$  的工作液。

### 2.3 样品前处理

贝类吐沙洗净, 以不锈钢刀打开, 将组织进行匀浆, 称取 2.0 g (精确至 0.01 g) 浆状贝肉样品, 分别采用两种不同方法进行样品前处理, 具体方法如下:

方法 1 按照 SN/T 2269-2009 标准方法进行检测样品的前处理<sup>[19]</sup>。

方法 2 采用了与方法 1 不同的溶剂萃取方法和净化方法, 主要步骤如下: 将样品置于 25 mL 离心管中, 加入 0.125 mol/L 盐酸溶液 10 mL, 漩涡 30 s, 超声 10 min, 12000 r/min 冷冻离心 10 min, 移出上清液, 加入 10 mL 乙酸乙酯摇床振荡 30 min, 移出乙酸乙酯层。残渣用 10 mL 0.125 mol/L 盐酸溶液重复提取一次, 重复上述操作, 合并两次乙酸乙酯萃取液。45  $^{\circ}\text{C}$  氮气吹干, 加入 1 mL 超纯水, 漩涡 30 s 后待净化。

将 HLB 固相萃取小柱依次采用 3 mL 甲醇和 3 mL 水活化。将上述样品提取液上柱, 分别用 3 mL 水和 3 mL 10% 甲醇水溶液 (v:v) 淋洗, 真空抽干后用 3 mL 甲醇洗脱, 收集洗脱液于 45  $^{\circ}\text{C}$  氮气吹干, 用 1 mL 80% (v:v) 甲醇水流动相溶解, 过 0.22  $\mu\text{m}$  有机滤膜后进行 LC-MS/MS 分析。

### 2.4 LC-MS/MS 条件的确定

#### 2.4.1 色谱条件

通过选择不同流动相、流速和柱温确定较优的

LC 条件。流动相的选择: 比较 70% 乙腈-水和 80% 甲醇-水两种洗脱体系下仪器对 OA 的响应。流速选择范围 0.2~0.4 mL/min, 柱温选择范围 25~35  $^{\circ}\text{C}$ , 通过比较不同流速和柱温下 OA 的响应信号确定较优流速和柱温。进样量: 20  $\mu\text{L}$ 。

#### 2.4.2 质谱条件

结合文献<sup>[8]</sup>采用以下质谱条件: 电喷雾离子源 (ESI), 多反应监测 (MRM), 利用注射泵以 10  $\mu\text{L/min}$  流动注射的方式将 1 mg/L 的 OA 标准溶液注入离子源, 首先确定离子化模式, 并各离子源参数和质谱参数。

### 2.5 精密度和回收率实验

取 2.0 g 样品置于 25 mL 离心管, 加入 1.0、2.0、4.0、8.0  $\mu\text{g/kg}$  四个不同浓度点标准品工作液, 每个浓度点平行 6 次实验, 其他前处理步骤同方法 1 和方法 2。比较两种前处理方法的回收率和相对标准偏差。

## 3 结果与分析

### 3.1 色谱条件的确定

#### 3.1.1 流动相的选择

从图 1 可知, 两种不同流动相体系下, 虽然 70% 乙腈-水体系下的 OA 峰宽更窄, 但其峰面积低于甲醇-水体系, 经过反复实验确定采用甲醇-水体系对检测响应值和效果并无不良影响。同时基于乙腈毒性较

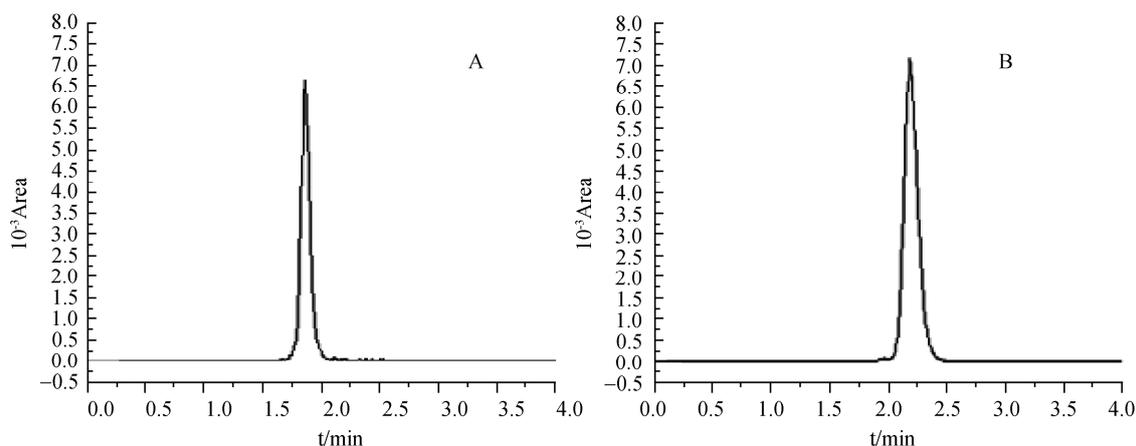


图 1 不同流动相体系对 OA 检测的影响

Fig. 1 The effects of the mobile phases on the response of OA

A: 乙腈-水 (70:30, v:v); B: 甲醇-水 (80:20, v:v)

A: acetonitrile-water (70:30, v:v); B: methanol-water (80:20, v:v)

大且价格昂贵,因此,综合考虑采用 80%甲醇-水系代替 70%乙腈-水体系。

### 3.1.2 柱温和流速的选择

通过在不同流速和不同柱温下检测同一浓度样品的峰面积确定较优流速和柱温。在单样品多次进样的情况下, RSD%保持在 1%以内。从表 1 数据可知,相同进样量在不同流速和不同柱温条件下检测峰面积有一定程度上的差异。不同流速对峰面积有影响,其中 0.3 mL/min 的流速下峰面积相对较高,与 0.4 mL/min 相比差异显著。但柱温在 25~35 °C 范围内对峰面积无显著差异,综合考虑,选择柱温 35 °C 和 0.3 mL/min 流速为较优检测条件。

表 1 温度和流速对 OA 峰面积的影响( $n=6$ )

Table 1 The effects of temperature and flow rate on peak areas of OA ( $n=6$ )

流速 mL/min	温度 °C		
	25	30	35
0.2	891	898	895
0.3	902	907	909
0.4	871	874	878

### 3.2 质谱条件的确定

分别在正负离子模式下对 OA 母离子进行扫描,发现正离子模式扫描灵敏度更高,因此确定采用正离子扫描模式进行检测。利用一级质谱全扫描分析目标化合物的分子离子峰,选取加钠峰  $m/z$  827.6 为母离子。利用二级质谱全扫描收集各自的子离子信息,确定适合定量与定性分析的特征离子对。从 OA 子离子扫描图中选择的特征性定量和定性离子对分别为  $m/z$  827.8/723.8 和  $m/z$  827.8/809.6(图 2)。离子源优化参数分别为:气帘气 (CUR) 20 psi, 碰撞气 (CAD) medium, 离子源温度(TEM) 600 °C, 雾化气 (GS1) 60 psi, 辅助气 (GS2) 70 psi, 喷雾电压 4500 V, ihe: on。

### 3.3 前处理方法优化

根据 OA 的理化性质及其相关检测标准进行测试样品前处理方法的优化。分别比较了 SN/T 2269-2009 标准方法<sup>[19]</sup>(方法 1)和本研究采用的改良方法(方法 2)对样品中 OA 的提取效果。因实验过程中发现本研究所采用的几种贝类基质加标回收率虽有差异,但并不显著,在此仅列出其中一种贝类基质的结果。添加 4 个不同水平的 OA 标准品,按照两种前处理方法测定回收率和精密度,结果显示(表 2),

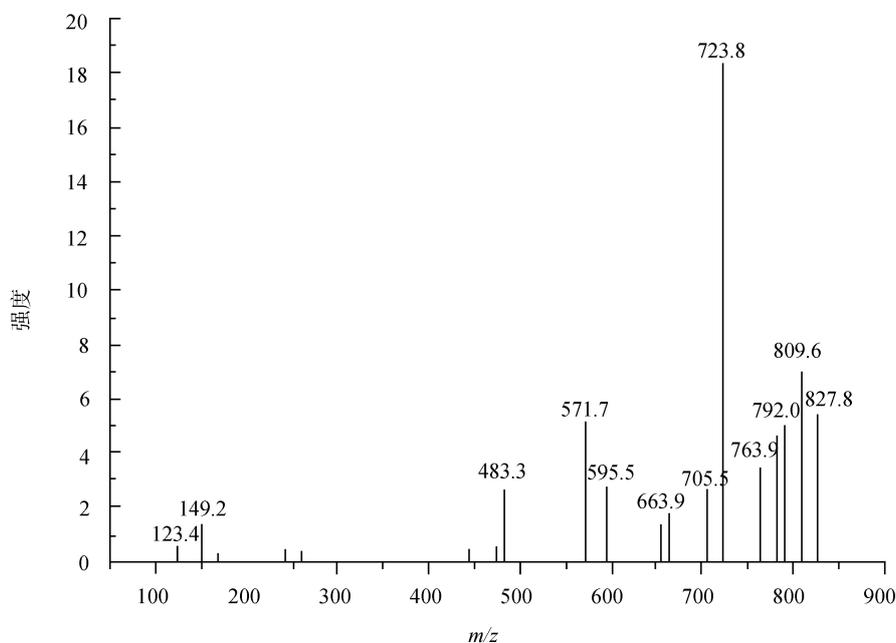


图 2 OA 子离子扫描图

Fig. 2 Daughter ions scanning chromatogram from OA

表 2 不同前处理方法加标回收率和精密度的比较  
Table 2 The comparison of recoveries and RSDs of the pre-treatment methods

提取方法	OA 理论浓度( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率(% , $n=6$ )	相对标准偏差 RSD(% , $n=6$ )
方法 1	1.00	82.0	8.85
	2.00	81.3	5.74
	4.00	85.7	7.85
	8.00	87.5	8.32
方法 2	1.00	90.5	6.52
	2.00	93.2	7.43
	4.00	95.5	9.76
	8.00	99.6	5.95

采用改良后的方法 2 前处理, 回收率均有较大改善, 从 81.3%~87.5%范围提高到 90.5%~99.6%范围, RSD 9.76%, 均在可接受范围内。

目前, 较多的研究者都是采用有机溶剂(如甲醇或乙腈)来提取贝类中的 OA, 并以正己烷进行脱脂处理。本研究所采用的改良方法中, 通过酸性水溶液提取、乙酸乙酯萃取、摇床、冷冻离心等步骤, 能够很好地除去溶剂中的蛋白质, 从而解决了 SN/T 2269-2009 标准方法中因蛋白过高出现的乳化和堵塞现象, 操作步骤也得到了简化。因国际以及我国限量标准中都将 OA 控制在 200  $\mu\text{g}/\text{L}$  以下, 这种含量极微量的情况下, 贝类中的 OA 可以较完全地溶解于酸性水提取剂中。OA 在水溶液中可以电离形成离子, 酸性溶液可以减少 OA 的电离, 从而减少它在水溶液中的损失, 采用乙酸乙酯萃取时可以萃取得更完全, 且操作简便、快速。因此, 本研究选择方法 2 作为下面样品检测的前处理方法。

### 3.4 线性范围和检测限

为了消除基质效应带来的干扰, 选用不含测试组分的贝类样品以上述前处理方法 2 制备样品空白基质提取液, 以此来配制质量浓度系列为 0.5、1、2、4、8、16、24、32、40、100、200  $\mu\text{g}/\text{L}$  的 OA 标准液, 按上述条件进行检测, 以 OA 的质量浓度为横坐标, 离子峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 得出线性回归方程及相关系数:  $Y=1.27\times 10^4 X+0.00297$ ,  $R=0.9993$ , 线性关系良好且线性范围宽。采用空白样品添加 OA 标准品, 采用前处理方法 2 提取, 以信噪比  $S/N=3$  确定 OA 的检出限(LOD)为 0.2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 以信噪比  $S/N=10$  确定其定量限(LOQ)为 1.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 高于张海琪等

[8]报道的 0.02  $\text{mg}/\text{kg}$  和母清林等[9]报道的 2  $\mu\text{g}/\text{kg}$  LOQ, 与郭萌萌等[17]报道的 LOQ 较接近。该方法与 SN/T2269-2009 标准方法中的 0.1  $\text{mg}/\text{kg}$  相比, 灵敏度更高, 增加了 OA 检出机率, 更符合国际上当前对水产品中 OA 越来越严格的限量要求。因此, 本方法适用于贝类样品中 OA 的定量分析。

### 3.5 贝类样品的 OA 污染状况调查

应用本方法对湛江 7 种常见市售贝类进行了 OA 污染情况分析, 均未检出 OA, 此结果与商检部门所检测的结果一致。本方法适用于多种贝类样品中 OA 的实际测定。

## 4 讨论

目前我国商检部门仍然采用小鼠生物法进行贝类毒素的监控, 虽然也建立了几种 LC-MS/MS 分析方法, 但前处理方法尚需进一步完善。本文对液质联用比较了不同色谱条件、质谱条件以及不同前处理方法对水产品中 OA 的检测。结果表明, 改进的方法可以满足 SN/T 3314-2012 中行业标准的要求。用廉价且毒性相对较小的甲醇流动相代替乙腈, 对检测的结果影响不大。本文所建立的前处理方法操作更为简便, 在保证一定的精密度和准确度的情况下所用试剂相对毒性小且廉价, 为今后水产品中 OA 的相关检测和研究提供了更好的选择。

### 参考文献

- [1] European Food Safety Authority. Marine biotoxins in shellfish-Okadaic acid and analogues-scientific opinion of the panel on contaminants in the food chain [J]. EFSA J, 2008, 589:

- 1-62.
- [2] European Food Safety Authority. Marine biotoxins in shellfish – Pectenotoxin group [J]. EFSA J, 2009, 1109: 1-47.
- [3] European Food Safety Authority. Marine biotoxins in shellfish – Summary on regulated marine biotoxins [J]. EFSA J, 2009, 1306: 1-23.
- [4] 吴施卫, 曾淼, 卢大鹏, 等. 广东近岸海域2005年春季的腹泻性贝毒素特征分析 [J]. 海洋环境科学, 2008, 27(2): 166-170. Wu SW, Zheng M, Lu DP, *et al.* Analysis on diarrhetic shellfish poisoning of shellfish from coastal area of the Guangdong province in spring 2005 [J]. Mar Environ Sci, 2008, 27(2): 166-170.
- [5] 刘材材, 项凌云, 王金辉, 等. Ames 试验对海产贝类遗传毒性的检测 [J]. 海洋环境科学, 2010, 9(1): 124-127. Liu CC, Xiang LY, Wang JH, *et al.* Genotoxicity assays of shellfish by Ames test [J]. Mar Environ Sci, 2010, 9(1): 124-127.
- [6] Vale P, Sampayo MAD. First confirmation of human diarrhoeic poisonings by okadaic acid esters after ingestion of razor clams (*Solen marginatus*) and green crabs (*Carcinus maenas*) in Aveiro lagoon, Portugal and detection of okadaic acid esters in phytoplankton [J]. Toxicol, 2002, 40(7): 989-996.
- [7] 姚建华, 谭志军, 周德庆, 等. 液相色谱-串联质谱法检测贝类产品中的原多甲藻酸贝类毒素 [J]. 色谱, 2010, 28(4): 363-367. Yao JH, Tan ZJ, Zhou DQ, *et al.* Determination of azaspiracid-1 in shellfishes by liquid chromatography with tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2010, 28(4): 363-367.
- [8] 张海琪, 何欣, 郑重莺. 高效液相色谱-串联质谱法测定贻贝中腹泻性贝类毒素的含量 [J]. 福建分析测试, 2012, 21(3): 12-17. Zhang HQ, He X, Zheng CY. Determination of two diarrhetic shellfish poisons residues in *Mytilus edulis* Linnaeus by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Fujian Anal Test, 2012, 21(3): 12-17.
- [9] 母清林, 方杰, 万汉兴, 等. 液相色谱-串联质谱法检测贝类产品中腹泻性贝类毒素 [J]. 分析化学, 2011, 39(1): 111-114. Mu WL, Fang J, Wang HX, *et al.* Determination of diarrhetic shellfish poisoning in shellfishes by liquid chromatography with tandem mass spectrometry [J]. Chin Anal Chem, 2011, 39(1): 111-114.
- [10] 黄聪, 李晓晶, 彭荣飞, 等. 固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法检测贝类产品 7 种脂溶性贝类毒素 [J]. 中国卫生检验杂志, 2011, 21(5): 1075-1077. Huang C, Li XJ, Pang RF, *et al.* Determination of 7 lipophilic shellfish toxins in shellfish by SPE and high performance liquid chromatography - Tandem Mass spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2011, 21(5): 1075-1077.
- [11] 丁君. 赤潮毒素中腹泻性贝毒和麻痹性贝毒的研究及进展 [J]. 大连水产学院学报, 2001, 16(1): 212-218. Ding J. A review: paralytic shellfish poisoning and diarrhetic shellfish poisoning in red tide poison [J]. J Dalian Fisher Univ, 2001, 16(1): 212-218.
- [12] 朱小兵, 向军俭. 赤潮藻毒素检测研究进展 [J]. 暨南大学学报, 2002, 23(5): 110-115. Zhu XB, Xiang JJ. Research development of analysis of red tide phycotoxins [J]. J Jinan Univ, 2002, 23(5): 110-115.
- [13] 刘仁沿, 梁玉波, 陈媛, 等. 胶体金免疫层析法快速检测腹泻性贝毒软海绵酸的研究 [J]. 分析科学学报, 2010, 26(1): 31-34. Liu RY, Liang YB, Chen Y, *et al.* Development of gold immunochromatography assay for the detection of okadaic acid [J]. J Anal Sci, 2010, 26(1): 31-34.
- [14] 周向东, 陈惠滨, 詹舒越, 等. 赤潮毒素大田软海绵酸表面等离子共振免疫检测方法研究 [J]. 传感技术学报, 2011, 24(12): 1975-1978. Zhou XD, Chen HB, Zhan SY, *et al.* Research of a SPR immunoassay method for okadaic acid contamination of red tide toxins [J]. Chin J Sens Act, 2011, 24(12): 1975-1978.
- [15] 龙再浩, 谭曜, 陈小青, 等. 大田软海绵酸荧光偏振免疫分析方法研究 [J]. 福建分析测试, 2011, 20(3): 9-12. Long ZH, Tan Y, Chen XQ, *et al.* Study on fluorescence polarization immunoassay method for determination of okadaic acid [J]. Fujian Anal Test, 2011, 20(3): 9-12.
- [16] SN/T 3314-2012 出口海产品中 大田软海绵酸化学发光免疫分析检测方法[S]. SN/T 3314-2012 Quarantine protocol for okadaic acid in export marine products by enzyme enhancement chemiluminescence immunoassay [S].
- [17] 郭萌萌, 谭志军, 吴海燕, 等. 液相色谱-串联质谱同时测定贝类中大田软海绵酸、鳍藻毒素、蛤毒素和虾夷扇贝毒素 [J]. 色谱, 2012, 30(3): 256-261. Guo MM, Tan ZJ, Wu HY, *et al.* Simultaneous determination of okadaic acid, dinophysistoxin, pectenotoxin and yessotoxin in shellfish by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2012, 30(3): 256-261.
- [18] 卢士英, 张代辉, 周玉, 等. 大田软海绵酸液相色谱串联质谱检测方法的研究 [J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 17(9): 1537-1539, 1551. Lu SY, Zhang DH, Zhou Y, *et al.* Study on okadaic acid in shellfish using high performance liquid chromatography with triple-quadrupole tandem mass spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2007, 17(9): 1537-1539, 1551.
- [19] SNT 2269-2009 进出口贝肉中大田软海绵酸的检测[S]. SNF 3369-2009 Determination of okadaic acid in shellfish meat for import and export LC-MS/MS method [S].

(责任编辑: 杨翠娜)

## 作者简介



伍志强, 本科, 实习研究员, 主要研究方向为食品中的农药、兽药残留、金属元素检测分析。

E-mail: wuzhiqiang80@163.com



刘 义, 硕士, 副研究员, 主要研究方向为天然药物。

E-mail: plliu78@sina.com



## “食品绿色加工”专题征稿函

营养与健康的概念随着人们生活水平的提高越发受到消费者的重视, 消费者在关注食品的感官与风味的同时更加注重食品的营养和安全, 结合人们逐渐增强的环保意识, 在食品的加工过程中, 在保证食品的功能、质量、成本的同时, 综合考虑环境影响、食品安全和资源利用效率的现代加工模式成为了研究热点。

鉴于此, 本刊特别策划了“食品绿色加工”专题, 由江南大学的杨瑞金教授担任专题主编。杨教授现任江南大学食品学院教授、博士生导师、食品酶学方向学科带头人。同时兼任江南大学中国食品产业发展战略研究中副主任、江苏省高校青蓝工程中青年学术带头人、国家发展改革委员会产业司轻纺工业专家、中国农学会农产品贮藏加工分会理事、中国食品科学技术学会非热加工分会副理事长。本专题主要围绕**食品生物加工**和**食品物理加工**等方面或者您认为在食品绿色加工方面有意义的内容进行论述, 计划在 2015 年 6 月出版。

鉴于您在该领域的成就, 本刊编辑部及杨瑞金教授特邀请您为本专题撰写稿件, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。综述、实验报告、研究论文均可, 请在 2015 年 5 月 20 日前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并优先发表。

感谢您的参与和支持!

投稿方式:

网站: [www.chinafoodj.com](http://www.chinafoodj.com)

E-mail: [jfoodsq@126.com](mailto:jfoodsq@126.com)

《食品安全质量检测学报》编辑部