

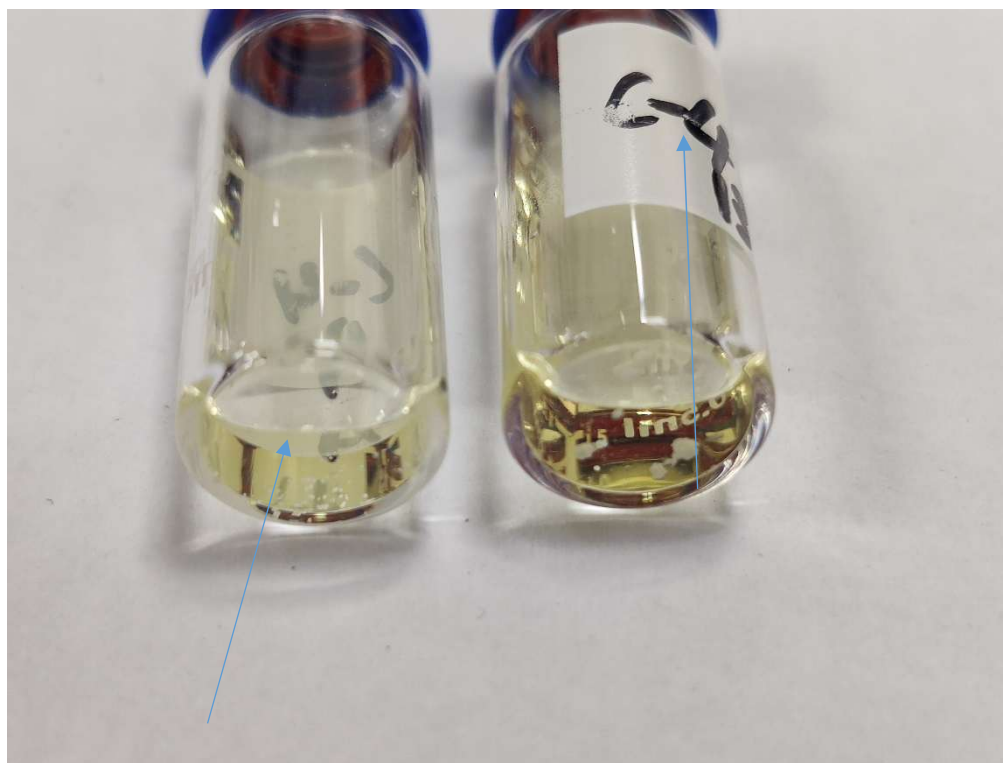
针式过滤器应用案例

1) 依据标准: GB 31660.5-2019 《食品安全国家标准 动物性食品中金刚烷胺残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》

2) 实验流程:

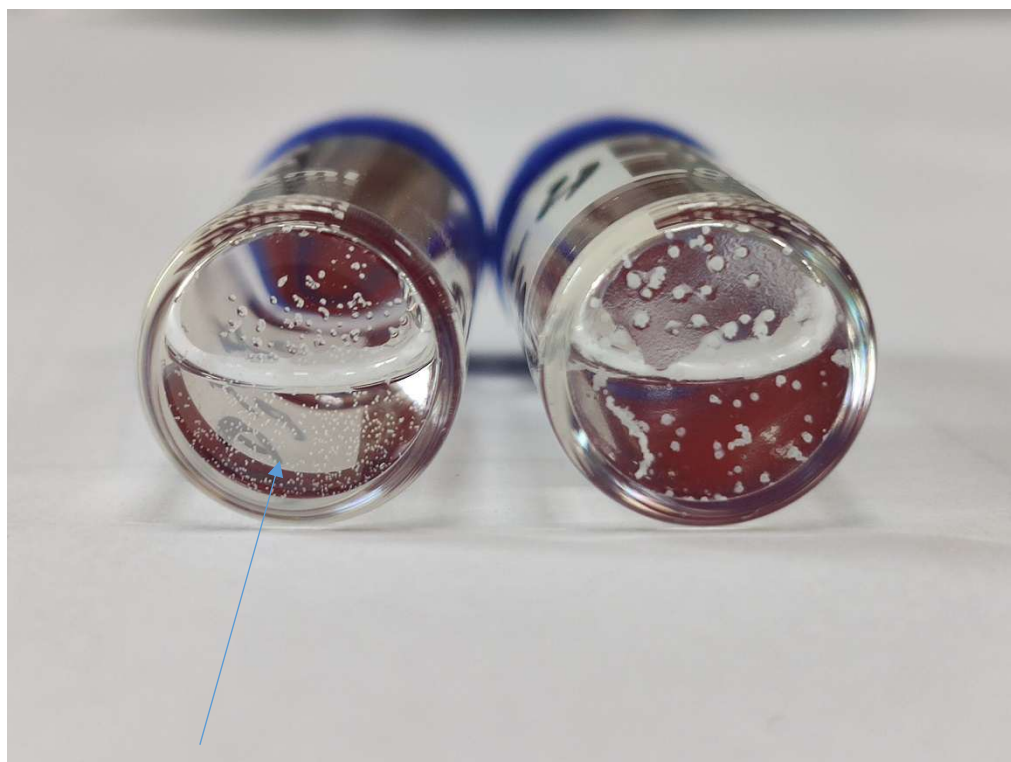
称取试料 2g (准确至 $\pm 20\text{mg}$), 于 50 mL 离心管中, 加 D₁₅-金刚烷胺标准工作液 20 μL , 加 1%乙酸乙腈溶液 10mL, 漩涡 2 min, 3000r/min 离心 5min, 上清液转入另一 50 mL 离心管中, 重复提取一次, 合并两次上清液, 备用。净化取备用液, 加无水硫酸钠 3g、正己烷 10 mL, 涡旋 1 min, 3000r/min 离心 5min, 弃去正己烷层, 剩余溶液转至 100 mL 鸡心瓶中, 40°C、水浴下旋转蒸干, 用 1.0 mL 甲醇溶解残渣。直接匀速通过针式过滤器, 呈滴状流入 1.5mL 试管中, 量取滤液 0.5mL 于离心管中, 40°C 氮气吹干, 加入 50%乙腈水溶液 0.5mL, 涡旋 30s, 10000r/min 离心 5min, 取上清液供上机使用。

3) 实验现象:



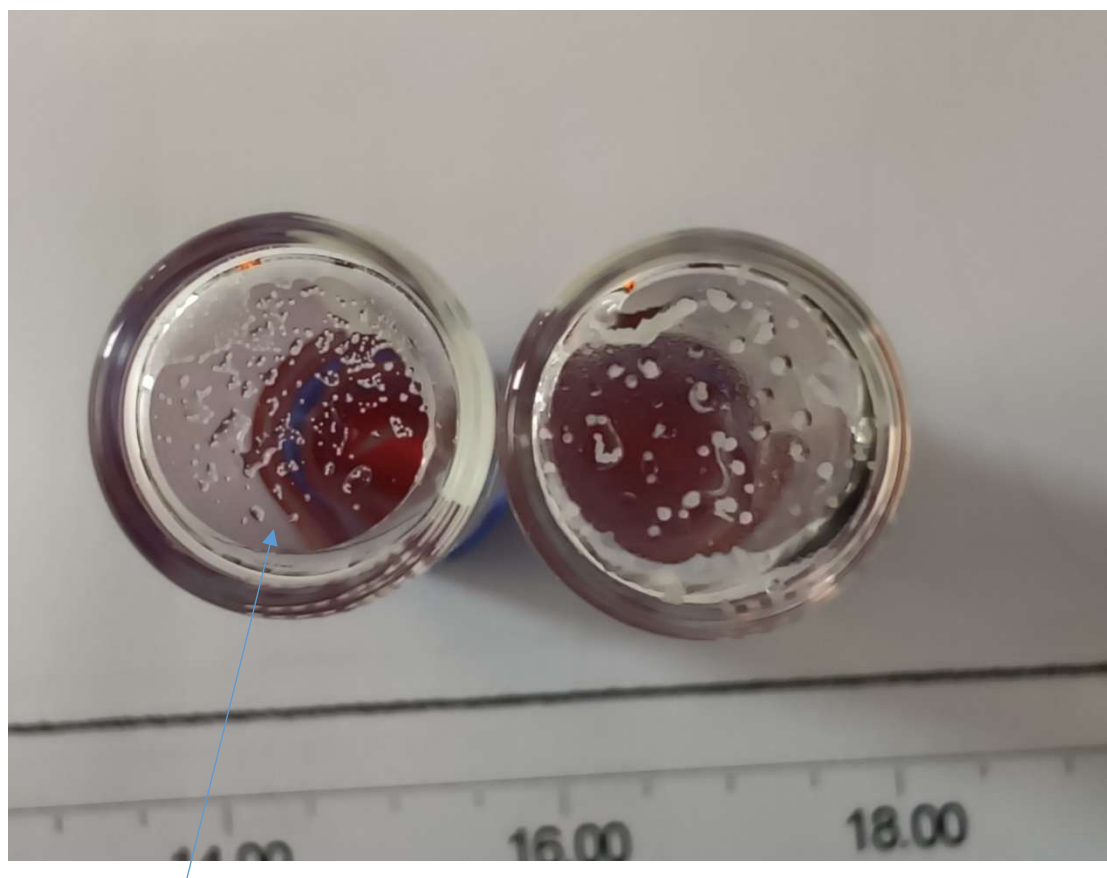
针式过滤器净化

图 1：鸡肝净化效果



针式过滤器净化

图 2 猪肉净化效果



针式过滤器净化

图 3 猪肉净化效果



图 4 鸡肉净化效果



图 5 针式过滤器截留基质情况（猪肝）

4) 实验结果：表明针式过滤器有效的降低了鸡肉和猪肉基质对金刚烷胺的基质效应，主体表现为基质中沉淀物颗粒变小，基质中脂质和小分子蛋白等小分子聚集效应减弱。

5) 针式过滤器的使用在以下标准中对基质清除具有明显的作用，标准方法包括以下：

1: 农业部 1077 号公告-1-2008 《水产品中 17 种磺胺类及 15 种喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》；

2. GB/T 20366-2006 《动物源产品中喹诺酮类残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》；

3. GB/T 21311-2007 《动物源性食品中硝基呋喃类药物代谢物残留量检测方法 高效液相色谱/串联质谱法》；

4. GB/T 20756-2006 《可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲矾霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》；

5. GB/T 22338-2008 《动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定》

后续标准持续更新中.....