



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 202471663 U

(45) 授权公告日 2012. 10. 03

(21) 申请号 201120446825. 8

(22) 申请日 2011. 11. 14

(73) 专利权人 天津出入境检验检疫局动植物与
食品检测中心

地址 300461 天津市滨海新区天津港保税区
京门大道 158 号

(72) 发明人 肖亚兵 陈其勇 赵良娟 王淞

(74) 专利代理机构 天津市鼎和专利商标代理有
限公司 12101

代理人 郑乘澄

(51) Int. Cl.

G01N 30/14 (2006. 01)

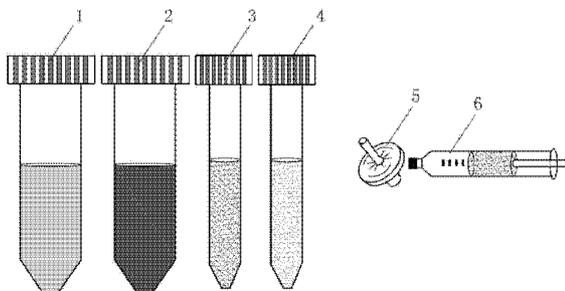
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 4 页

(54) 实用新型名称

一种动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理
试剂盒

(57) 摘要

本实用新型涉及一种动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒。本实用新型属于食品安全技术领域。一种动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特征是:该试剂盒包括样品基质提取剂离心管、酸度调节剂离心管和针筒式过滤装置,样品基质提取剂离心管为具塞螺旋盖锥形底聚丙烯离心管,酸度调节剂离心管为具塞螺旋盖聚丙烯锥形底离心管,针筒式过滤装置由注射器针管和针头式过滤器构成,针头式过滤器内有滤膜。本实用新型保证硫柳汞形态不发生变化,具有提取准确性高,提取效率高,使用溶剂量少,操作过程简单、快速,减少了环境污染,有利于操作人员身体健康等优点。



1. 一种动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特征是:该试剂盒包括样品基质提取剂离心管、酸度调节剂离心管和针筒式过滤装置,样品基质提取剂离心管为具塞螺旋盖锥形底聚丙烯离心管,酸度调节剂离心管为具塞螺旋盖聚丙烯锥形底离心管,针筒式过滤装置由注射器针管和针头式过滤器构成,针头式过滤器内有滤膜。

2. 按照权利要求 1 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特征是:样品基质提取剂离心管有 2 个,分别为氢氧化钾、硫脲的混合水溶液离心管和盐酸、硫脲、氯化钾的混合水溶液离心管。

3. 按照权利要求 1 或 2 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特征是:样品基质提取剂离心管容量为 30 — 70mL。

4. 按照权利要求 1 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特征是:酸度调节剂离心管有 2 个,分别为盐酸水溶液离心管和氢氧化钾水溶液离心管。

5. 按照权利要求 1 或 4 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特征是:酸度调节剂离心管容量为 30 — 70mL。

6. 按照权利要求 1 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特征是:注射器针管为容量 10 — 30mL 的一次性注射器针管。

7. 按照权利要求 1 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特征是:针头式过滤器内有 0.3 — 0.8 μ m 滤膜。

一种动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒

技术领域

[0001] 本实用新型属于食品安全技术领域,特别是涉及一种动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒。

背景技术

[0002] 目前,硫柳汞(thimerosal)是一种含汞的有机化合物,以质量计含汞 49.6%,有杀菌消毒作用,在某些疫苗的生产中常被用作防腐剂。自 1930 年以来,人们使用硫柳汞预防疫苗被细菌和其他微生物污染。在整个预防接种过程中,除可能会有轻微的皮肤过敏反应外,无可归因于硫柳汞的不良反应。的确,多年来硫柳汞对疫苗的安全性起了很大作用。然而,硫柳汞通过注射途径对动物具有一定的毒性,相关毒性作用和毒性机理知识的缺乏使疫苗中硫柳汞的确切危险性难以确定。但是,安全性评价不能排除婴儿接触疫苗中硫柳汞的累积作用引起细微神经发育异常和肾脏损伤的可能性。农业部第 235 号公告也规定了硫柳汞在所有食品动物中做疫苗防腐剂使用浓度最大不得超过 0.02%。因此,为了保证动物源性食品的安全,应对动物源性食品中的硫柳汞残留量进行检测。现有技术关于硫柳汞的测定中,都是针对疫苗的,还没有检索到动物源性食品基质中硫柳汞的检测方法。因此,需要建立一种检测动物源性食品基质中硫柳汞的方法,也就需要一种快速高效的硫柳汞提取前处理技术装置。

发明内容

[0003] 本实用新型为解决现有技术存在的问题,提供了一种动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒。

[0004] 本实用新型目的是提供一种保证硫柳汞形态不发生变化,具有提取准确性高,提取效率高,使用溶剂量少,操作过程简单、快速,减少了环境污染,有利于操作人员身体健康等特点的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒。

[0005] 本实用新型动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒采用如下技术方案:

[0006] 一种动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特点是:该试剂盒包括样品基质提取剂离心管、酸度调节剂离心管和针筒式过滤装置,样品基质提取剂离心管为具塞螺旋盖锥形底聚丙烯离心管,酸度调节剂离心管为具塞螺旋盖聚丙烯锥形底离心管,针筒式过滤装置由注射器针管和针头式过滤器构成,针头式过滤器内有滤膜。

[0007] 本实用新型动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒还可以采用如下技术措施:

[0008] 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特点是:样品基质提取剂离心管有 2 个,分别为氢氧化钾、硫脲的混合水溶液离心管和盐酸、硫脲、氯化钾的混合水溶液离心管。

[0009] 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特点是:样品基质提取剂离心管容量为 30 — 70mL。

[0010] 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特点是:酸度调节剂离心管有 2 个,分别为盐酸水溶液离心管和氢氧化钾水溶液离心管。

[0011] 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特点是:酸度调节剂离心管容量为 30 — 70mL。

[0012] 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特点是:注射器针管为容量 10 — 30mL 的一次性注射器针管。

[0013] 所述的动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,其特点是:针头式过滤器内有 0.3 — 0.8 μm 滤膜。

[0014] 硫柳汞选择性提取前处理方法,包括:提供含硫柳汞的动物源性食品样品,样品基质提取剂 A、样品基质提取剂 B、酸度调节剂 A、酸度调节剂 B 和一次性针筒式过滤器(含 0.45 μm 滤膜)。

[0015] 将所述样品基质提取剂 A、含硫柳汞的动物源性食品粉碎样品进行混合,充分振摇得到混合溶液,10000r/min 离心 5min,上清液转移至容量瓶中,残渣中再加入样品基质提取剂 B,充分混合后,10000 r/min 离心 5 min,上清液合并至同一容量瓶中。酸度调节剂 A 或 B 调节 pH 值,充分振摇后静置 10 min,所述混合溶液中硫柳汞经 0.45 μm 一次性针筒式过滤装置过滤后存入试样瓶供仪器测定。

[0016] 优选的,所述样品基质提取剂 A 是 5% 氢氧化钾和 0.5% 硫脲的混合水溶液;所述样品基质提取剂 B 是 20% 盐酸、1% 硫脲和 0.15% 氯化钾的混合水溶液。

[0017] 优选的,所述酸度调节剂 A 是 0.1mol/L 的盐酸水溶液;所述酸度调节剂 B 是 0.1mol/L 的氢氧化钾水溶液。

[0018] 本实用新型具有的优点和积极效果:

[0019] 动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,由于采用了本实用新型全新的技术方案,与现有技术相比,本实用新型提供的动物源性食品样品中硫柳汞选择性分离的样品前处理试剂盒提取效率高,使用溶剂量少,减少了环境污染,有利于操作人员身体健康。

[0020] 本实用新型提供的动物源性食品样品中硫柳汞选择性分离的样品前处理试剂盒优点在于:1)选用的样品基质提取剂 A 在一定程度上保证硫柳汞形态不发生变化,保证了提取的准确性。2)选用样品基质提取剂 B 提取效率高。3)操作过程简单、快速,这一点适用于硫柳汞的快速前处理。

附图说明

[0021] 图 1 为本实用新型动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒结构示意图;

[0022] 图 2 为猪肉样品基质用本实用新型提供的硫柳汞选择性分离前处理试剂盒装置处理后的进样分析的空白谱图;

[0023] 图 3 是猪肉样品基质用本实用新型提供的硫柳汞选择性分离前处理试剂盒装置处理后的进样分析的加标 LC-AFS 谱图;

[0024] 图 4 为鱼肉样品基质用本实用新型提供的硫柳汞选择性分离前处理试剂盒装置处理后的进样分析的空白谱图;

[0025] 图 5 是鱼肉样品基质用本实用新型提供的硫柳汞选择性分离前处理试剂盒装置处理后的进样分析的加标 LC-AFS 谱图。

[0026] 图中,1—样品基质提取剂A,2—样品基质提取剂B,3—酸度调节剂A,4—酸度调节剂B,5—一次性针管过滤装置5。

具体实施方式

[0027] 为能进一步了解本实用新型的技术内容、特点及功效,兹列举以下实例,并配合附图详细说明如下:

[0028] 参照附图1至图5。

[0029] 实施例1

[0030] 本实用新型动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒采用如下技术方案:

[0031] 一种动物源性食品中硫柳汞残留测定前处理试剂盒,包括2个样品基质提取剂离心管,2个酸度调节剂离心管和一套针筒式过滤装置。2个样品基质提取剂离心管A1、样品基质提取剂离心管B2为具塞螺旋盖锥形底聚丙烯离心管,分别为氢氧化钾和硫脲的混合水溶液离心管和盐酸、硫脲和氯化钾的混合水溶液离心管。2个酸度调节剂离心管A3、酸度调节剂离心管B4为具塞螺旋盖聚丙烯锥形底离心管,分别为盐酸水溶液和氢氧化钾水溶液离心管。针筒式过滤装置由一次注射器针管6和针头式过滤器5构成,针头式过滤器内有 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜。

[0032] 本实用新型组成及其使用详述如下:

[0033] 动物源性食品样品中硫柳汞选择性分离前处理试剂盒包括样品基质提取剂A 1、样品基质提取剂B 2、酸度调节剂A 3、酸度调节剂B 4、一次性针管过滤装置5。一次性针管过滤装置注射器前段可与滤膜后端紧密配合。

[0034] 样品基质提取剂A在一定程度上保证硫柳汞形态不发生变化,保证了提取的准确性,但提取效率不高;样品基质提取剂B提取效率高,但在提取过程中有一部分硫柳汞转化为无机汞,导致形态分析不准确。因此先用样品基质提取剂A来提取,剩下的样品残渣再用样品基质提取剂B来提取,既能保证大部分硫柳汞的形态不变,也能达到较高的提取效率。一次性针筒式过滤装置可以把样品溶液过滤后进入分析仪器如液相色谱-原子荧光联用仪进行测定。

[0035] 一种动物源性食品样品中硫柳汞选择性分离前处理试剂盒的处理方法包括:

[0036] 提供含硫柳汞的动物源性食品样品,样品基质提取剂A、样品基质提取剂B、酸度调节剂A、酸度调节剂B、一次性针管过滤装置(含 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜);

[0037] 将所述样品基质提取剂A、含硫柳汞的动物源性食品粉碎样品进行混合,充分振摇得到混合溶液,10000r/min离心5min,上清液转移至容量瓶中,残渣中再加入样品基质提取剂B,充分混合后,10000 r/min离心5 min,上清液合并至同一容量瓶中。酸度调节剂A或B调节pH值,充分振摇后静置10 min,所述目标混合溶液经 $0.45\mu\text{m}$ 一次性针筒式过滤装置过滤后存入试样瓶供仪器测定。所述混合溶液中目标化合物指的是硫柳汞。

[0038] 所述样品基质提取剂A可以是3%~7%氢氧化钾和0.3%~0.7%硫脲混合溶液。

[0039] 所述样品基质提取剂B可以是15%~25%盐酸、0.7%~1.3%硫脲和0.1%~0.2%氯化钾混合溶液。

[0040] 所述样品酸度调节剂A是 0.05mol/L ~ 0.15mol/L 的盐酸水溶液。

[0041] 所述样品酸度调节剂B是 0.05mol/L ~ 0.15mol/L 的氢氧化钾水溶液。

[0042] 所述一次性针筒式过滤器装置包含 0.45 μm 滤膜。

[0043] 具体操作过程：

[0044] 向含硫柳汞的动物源性食品粉碎样品中加入样品基质提取剂 A，样品基质提取剂 A 为 3%~7% 氢氧化钾和 0.3%~0.7% 硫脲混合溶液，充分振摇得到混合溶液；10000r/min 离心 5min，上清液转移至容量瓶中，残渣中再加入样品基质提取剂 B，样品基质提取剂 B 可以是 15%~25% 盐酸、0.7%~1.3% 硫脲和 0.1%~0.2% 氯化钾混合溶液，充分混合后，10000 r/min 离心 5 min，上清液合并至同一容量瓶中。用酸度调节剂 A(0.05mol/L~0.15mol/L 的盐酸水溶液)或酸度调节剂 B(0.05mol/L~0.15mol/L 的氢氧化钾水溶液)调节 pH 值，充分振摇后静置 10 min，所述混合溶液中硫柳汞经 0.45 μm 一次性针筒式过滤装置过滤后存入试样瓶供仪器测定。

[0045] 该方法的特点是：样品基质提取剂 A 在一定程度上保证硫柳汞形态不发生变化，保证了提取的准确性，样品基质提取剂 B 的提取效率高，实现了高效、快速的动物源性食品样品中硫柳汞选择性分离，以备后续的液相色谱-原子荧光联用仪来检测。

[0046] 具体应用实例：

[0047] 1、取本实用新型提供的所述动物源性食品样品中硫柳汞选择性分离前处理试剂盒，里面配有样品基质提取剂 A、样品基质提取剂 B、酸度调节剂 A、酸度调节剂 B 以及一次性针筒式过滤器。

[0048] 2、将样品基质提取剂 A、含硫柳汞的动物源性食品粉碎样品进行混合，充分振摇得到混合溶液，10000r/min 离心 5min，上清液转移至容量瓶中，残渣中再加入样品基质提取剂 B，充分混合后，10000 r/min 离心 5 min，上清液合并至同一容量瓶中。酸度调节剂 A 或 B 调节 pH 值，充分振摇后静置 10 min，所述混合溶液中硫柳汞经 0.45 μm 一次性针筒式过滤装置过滤后存入试样瓶供液相色谱-原子荧光联用仪(LC-AFS)测定，结果提取回收率达 70.0~86.2%。

[0049] 3、以猪肉和鱼肉品进行试验，配制 0.1mg/kg 的加标样品，同 2 项下操作，样品溶液注入 LC-AFS 进行测定。结果见图 2 至图 5，图 2 和图 3 为猪肉样品基质用本实用新型提供的硫柳汞选择性分离前处理试剂盒装置处理后的进样分析的空白及加标 LC-AFS 谱图，图 4 和图 5 为鱼肉样品基质用本实用新型提供的硫柳汞选择性分离前处理试剂盒装置处理后的进样分析的空白及加标 LC-AFS 谱图。

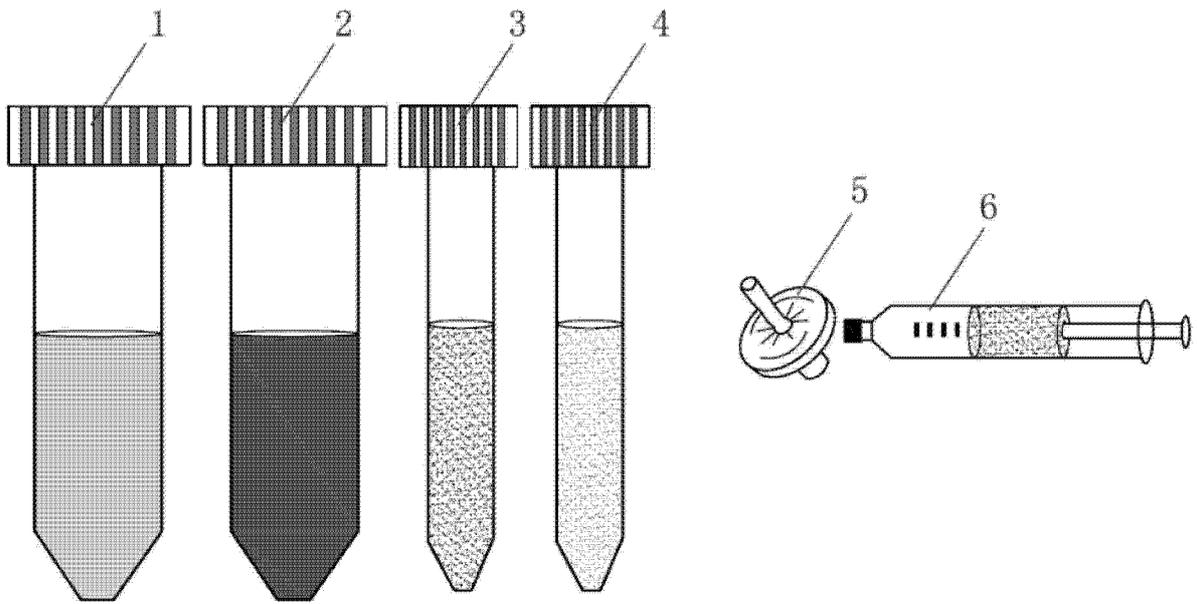


图 1

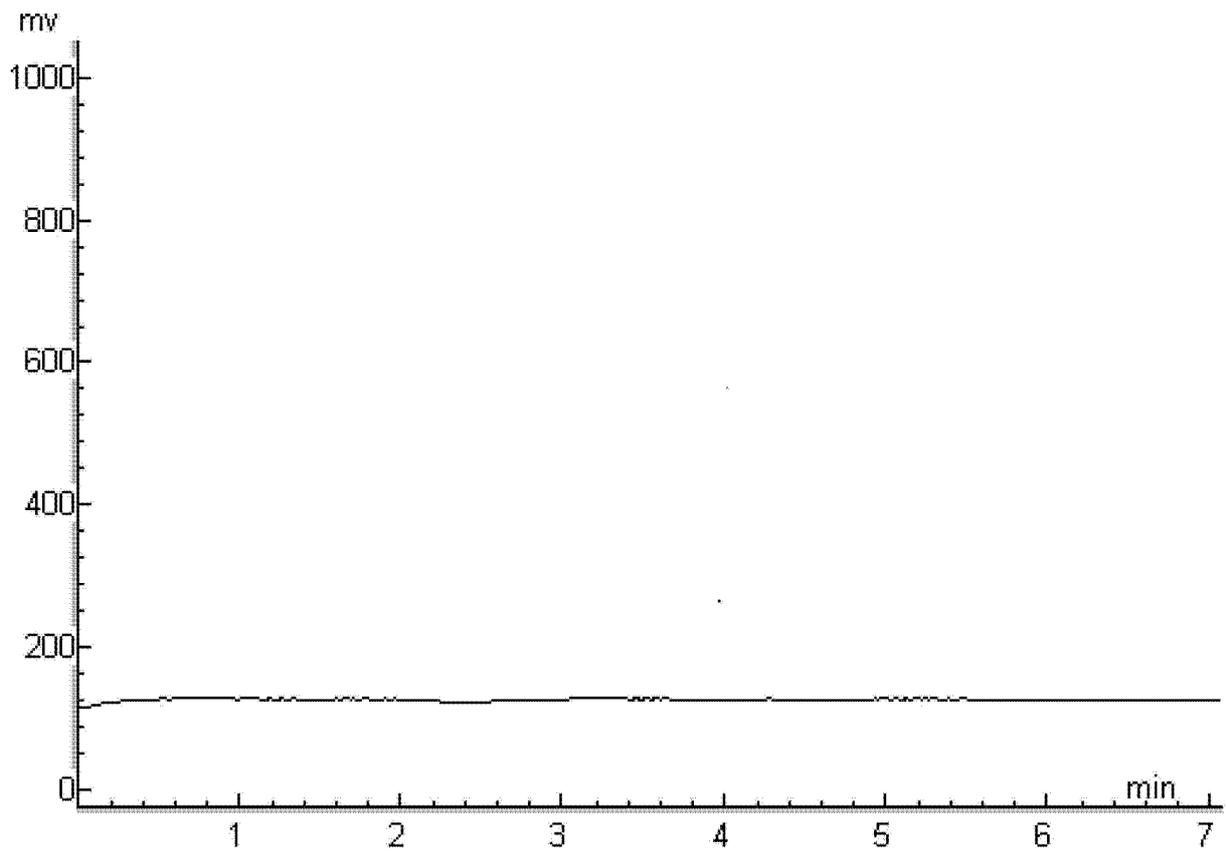


图 2

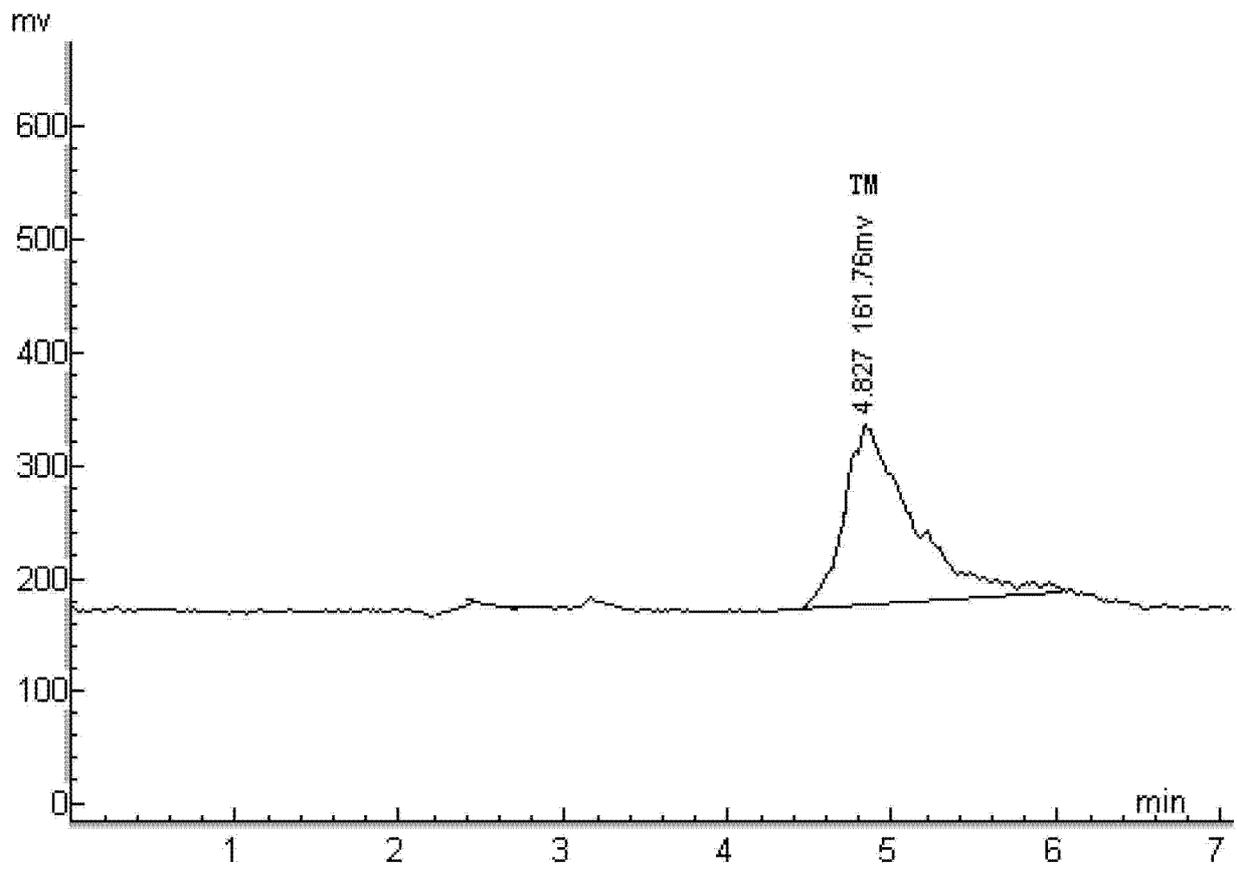


图 3

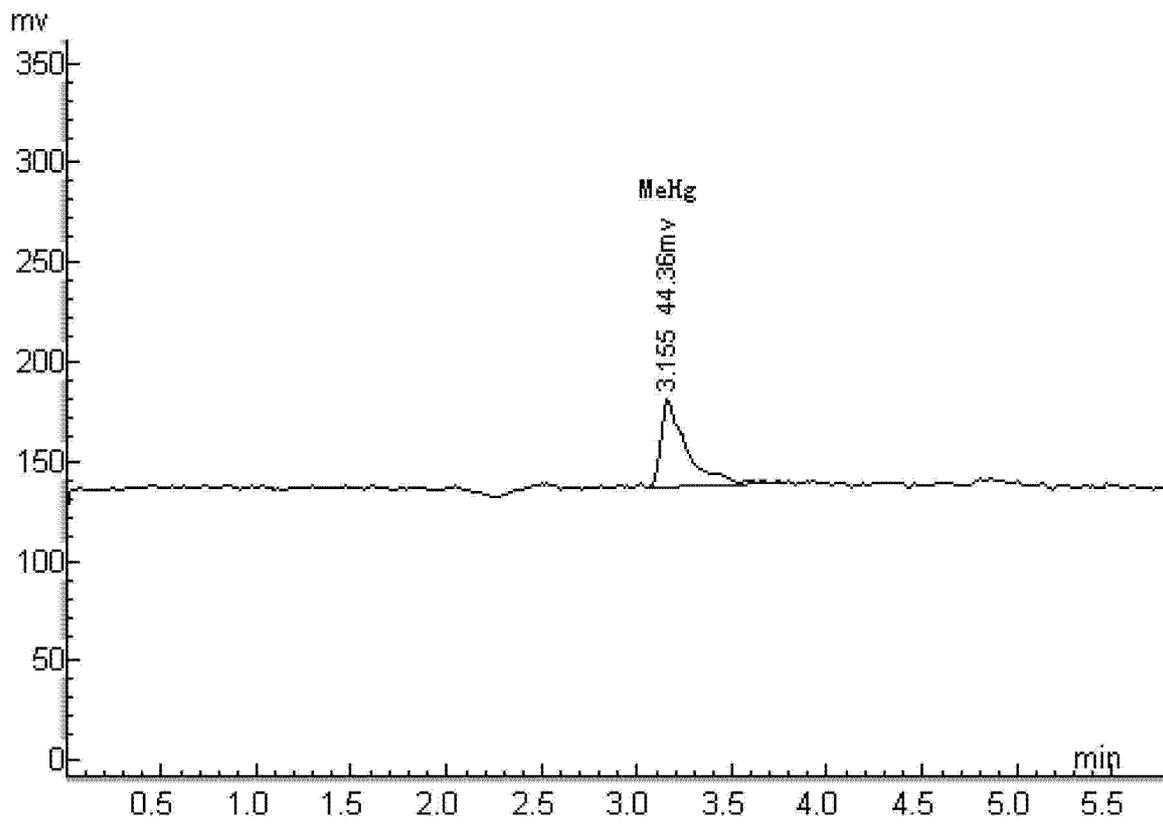


图 4

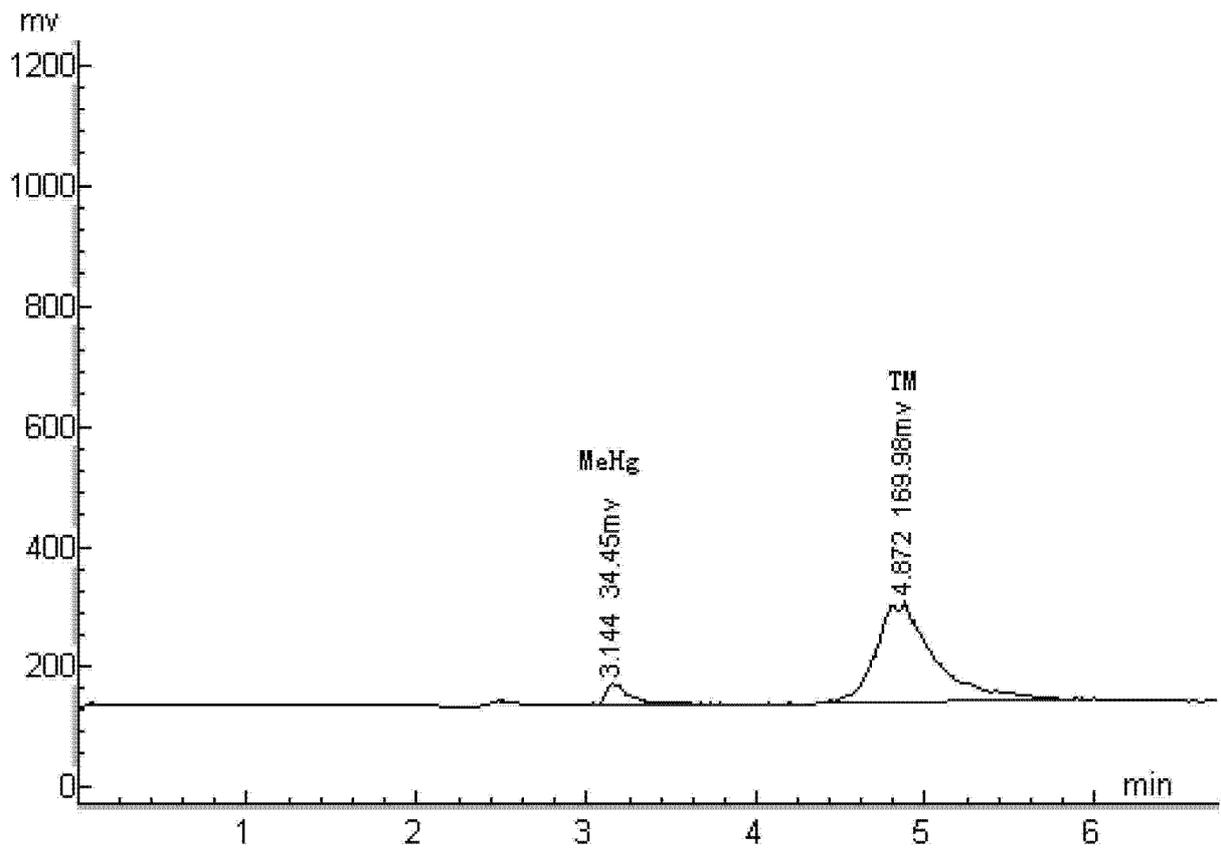


图 5