

# 动物源性食品中金刚烷胺和金刚乙胺残留量的 UPLC-MS/MS 分析 (Copure® MCX)

《SN/T 4253-2015 出口动物组织中抗病毒类药物残留量的测定 液相色谱 - 质谱质谱法》

## 一、样品提取

称取 2.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加入浓度为 1 µg/mL 金刚烷胺-D6 标准工作液 20 µL，加入 5 mL 2% 三氯乙酸水溶液，超声 10 min，5000 r/min 离心 5 min，上清液全部转移至 15 mL 离心管中，再向样品中加入 5 mL 2% 三氯乙酸水溶液按上述步骤重复提取一次，合并两次提取液，用乙腈定容至 10 mL 待净化。

## 二、SPE 净化 (Copure® MCX, 60 mg/3 mL)

**活化:** 向 MCX 柱中依次加入 3 mL 甲醇, 3 mL 水和 3 mL 2% 甲酸水溶液进行活化。

**上样和洗脱:** 准确移取待净化液 5 mL 过柱, 依次用 5 mL 2% 甲酸水溶液, 1% 甲酸乙腈淋洗, 弃去全部流出液, 抽干小柱, 用 4 mL 5% 氨水甲醇溶液洗脱, 收集洗脱液, 45°C 氮吹至干。

**重新溶解:** 准确加入 1 mL 复溶液 (乙腈 - 甲醇 - 水 = 70:20:10) 涡旋溶解, 过 0.22 µm 尼龙滤膜供上机分析。

## 三、标曲配制

采用内标法定量, 分别精密量取一定量的金刚烷胺和金刚乙胺混合标准液及内标溶液, 用金刚烷胺复溶液 (乙腈 - 甲醇 - 水 = 70:20:10) 定容至 1 mL, 配制成适当浓度的标准工作溶液。

## 四、仪器条件

### 色谱条件

仪器: UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS Endura)

色谱柱: CS215018P (PFP, 2.1 mm×50 mm, 1.8 µm)

流动相: A: 水 (0.1% 甲酸)

B: 甲醇 (0.1% 甲酸)

洗脱方式: 梯度洗脱, 见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	95	5
1.0	70	30
3.0	10	90
4.0	10	90
4.1	95	5
5.0	95	5

流速: 0.4 mL/min

柱温: 35°C

进样量: 5 µL

## 订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure® MCX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 µm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE /φ47 mm/0.45 µm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	NL 滤膜, 直径 47 mm, 孔径 0.22 µm, 有机系	200 片 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

## 质谱条件

离子源: HESI

电喷雾电压: 3500V

鞘气压力: 40 arb

辅气压力: 2 arb

离子传输管: 380°C

辅气温度: 420°C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (\* 为定量离子)

名称	保留时间 /min	母离子	子离子
金刚烷胺	2.28	152.038	93.09, 135.08*
金刚烷胺-D6	2.28	158.0	141.1*
金刚乙胺	3.10	180.1	163.075, 107.154*

## 五、实验结果

表 3 动物源性食品中金刚烷胺和金刚乙胺加标回收实验结果

目标物	基质	加标浓度 (µg/kg)	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
			1	2	3		
金刚烷胺	鸡肉	10	87.63	91.48	88.59	89.2	2.2
		20	89.42	87.57	97.48	91.5	5.8
	鸡蛋	10	81.22	89.05	87.27	85.1	4.8
		20	91.36	93.97	93.81	92.7	1.6
金刚乙胺	鸡肉	10	89.59	82.73	88.38	86.9	4.2
		20	87.68	72.12	83.34	84.4	9.9
	鸡蛋	10	84.31	83.86	87.73	84.1	2.5

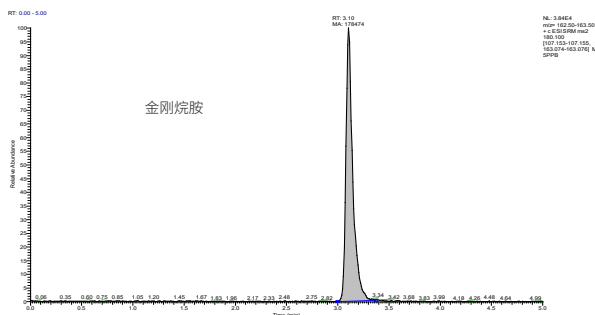


图 1 5 µg/L 金刚烷胺标准品 SRM 色谱图

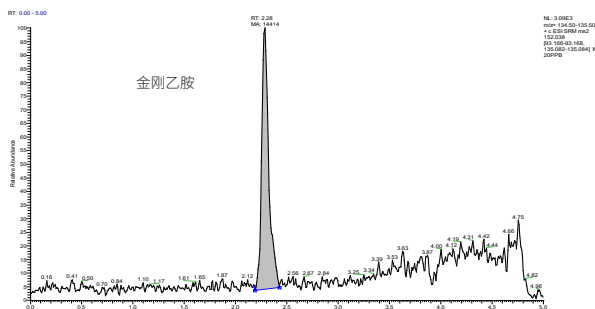


图 2 5 µg/L 金刚乙胺标准品 SRM 色谱图