

## 全自动固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法测定动物性食品中金刚烷胺

### 关键词

全自动固相萃取；高效液相色谱-串联质谱；金刚烷胺

### 介绍

金刚烷胺是最早用于抑制流感病毒的抗病毒药，它由金刚烷溴化后再与尿素反应而得。最初，此药是抗病毒药，它可促使神经末梢释放多巴胺，并可减少多巴胺的摄取。此药的不良反应为恶心、精神病发作（躁狂、幻觉、激动、精神错乱）、小腿乱动不休息及惊厥，会导致严重的全身性改变。此药有轻度的心脏毒性作用。轻度的不良反应与抗胆碱药物相似，如眼花、口干、失眠、嗜睡及皮疹，对光过敏是罕见的。

对于金刚烷胺的现行标准有多个，而对于金刚烷胺的测定也是我们在做日常兽残中常做的一类检测物质。现在即将发布的《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》及《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》，规定了动物食品中金刚烷胺残留量的测定方法，本标准适用于猪、鸡和鸭的可食性组织（肌肉、肝脏和肾脏）及禽蛋中金刚烷胺残留量的检测。

## 动物性食品中金刚烷胺残留量的测定

金刚烷胺是最早用于抑制流感病毒的抗病毒药，由金刚烷溴化后再与尿素反应而得。最初，此药是抗病毒药，它可促使神经末梢释放多巴胺，并减少多巴胺的摄取。此药的不良反应为恶心、精神病发作(躁狂、幻觉、激动、精神错乱)、小腿乱动不休息及惊厥，会导致严重的不良反应将导致全身性改变。此药有轻度的心脏毒性作用，轻度的不良反应与抗胆碱药物相似，如眼花、口干、失眠、嗜睡及皮疹，对光过敏是罕见的。

对于金刚烷胺的现行标准有多个，金刚烷胺的测定也是我们在做日常兽残中常做的一类检测。现在已经发布实施的《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》及《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》，规定了动物食品中金刚烷胺残留量的测定方法，本标准适用于猪、鸡和鸭的可食性组织（肌肉、肝脏和肾脏）及禽蛋中金刚烷胺残留量的检测。

本方法参考了上述两个标准中的前处理方法，根据实验室仪器条件建立以下的应用方法。试样中金刚烷胺的残留用1%乙酸乙腈溶液提取，正己烷液液分配去脂，基质固相萃取柱净化，液相色谱-串联质谱正离子模式测定，内标法定量。

### 仪器、耗材与试剂

仪器	Raykol Fotector Plus高通量全自动固相萃取仪
	Raykol Auto Prep 200全自动液体样品处理工作站
	Raykol AH 50全自动均质器
	Raykol Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪
耗材	Agilent 1290高效液相色谱（HPLC），Agilent 6470质谱检测器（MS）或相当
	混合阳离子交换柱（RayCure MCX, 60mg/3mL），货号：RC-204-72855
试剂	甲醇（HPLC）；乙腈（HPLC）；甲酸（HPLC）； 混合阳离子交换柱洗脱液：准确移取2.5mL氨水和2.5mL甲酸铵溶液加入95mL甲醇中，混匀备用； 定容液：70mL乙腈、10mL甲醇和20mL水混匀

### 标准曲线配制

将1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液和1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的内标储备液取出，于室温平衡后用Auto Prep 200全自动液体样品处理工作站配成浓度为2.0、5.0、10.0、20.0、50.0  $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准工作曲线。



全自动液体样品处理工作站

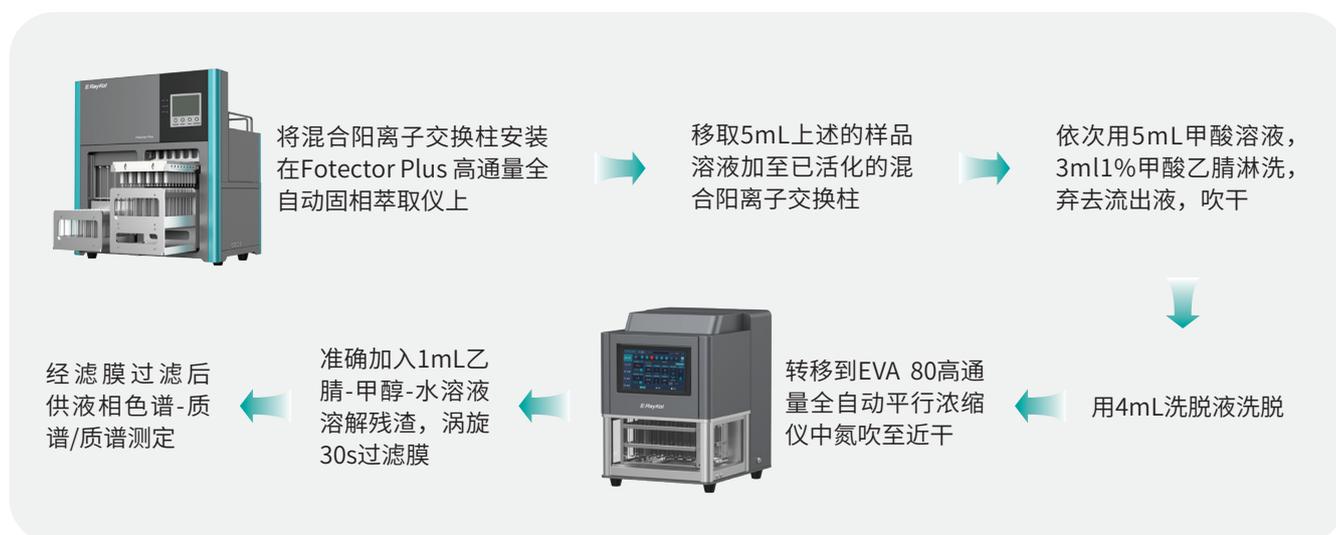
序号	命令	源液位	源液浓度	源液体积(mL)	目标位	目标浓度	目标体积(mL)	溶剂	洗针溶剂
1	填充管路						3.00	50%乙腈水	
2	直接稀释	A1	1000.00	1.00	A31	100.00	1.00	50%乙腈水	50%乙腈水
3	直接稀释	A11	1000.00	1.00	A12	100.00	1.00	50%乙腈水	50%乙腈水
4	内标曲线	A31	100.00	1.00	A41	2.00	1.00	50%乙腈水	50%乙腈水
5	内标曲线	A31	100.00	1.00	A42	5.00	1.00	50%乙腈水	50%乙腈水
6	内标曲线	A31	100.00	1.00	A43	10.00	1.00	50%乙腈水	50%乙腈水
7	内标曲线	A31	100.00	1.00	A44	20.00	1.00	50%乙腈水	50%乙腈水
8	内标曲线	A31	100.00	1.00	A45	50.00	1.00	50%乙腈水	50%乙腈水
9	方法结束								

## 样品制备

### 鲜活样品



### 净化



### 固相萃取净化条件

命令	溶剂	排出	流速 (mL/min)	体积 (mL)	时间 (min)
全自动固相萃取仪					
固相萃取柱					
活化					
淋洗					
洗脱					
清洗样品通道	CH <sub>3</sub> OH				2.8
活化	CH <sub>3</sub> OH	有机废液	5	3	1
活化	H <sub>2</sub> O	废水	5	3	1
活化	2%甲酸	有机废液	5	3	1
上样		有机废液	1	5	5.6
淋洗	2%甲酸	有机废液	10	5	0.9
淋洗	1%甲酸乙腈	有机废液	10	3	0.7
吹干					15
洗脱	洗脱液	收集	1	4	4.4
气推		收集	10	5	1.1
结束					

### 液相色谱条件

柱子	C <sub>18</sub> 色谱柱 (Waters, 100mm×2.1mm×1.7μm)
流速	0.300 mL/min
流动相	A:乙酸铵溶液 (含0.1%甲酸), B: 乙腈
柱温	35°C
进样体积	2μL
检测器	Agilent 6470
离子模式	ESI+
吹扫气	11 L/min
氮气温度	350°C
簇电压	4000
雾化压力	35psi
梯度洗脱	0.0 min 乙腈10%, 0-2.0 min 乙腈10%, 4.0-5.0 min 乙腈50%, 5.5min-8.0 min 乙腈10%

图-1. Fotector Plus固相萃取方法



睿科集团股份有限公司  
RayKol Group Corp., Ltd.

## 智能化、自动化实验室整体解决方案

网址: [www.raykol.com](http://www.raykol.com)

电话: 400-885-1816

邮箱: [info@raykol.com](mailto:info@raykol.com)



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2020年10月版