

鸡肉中金刚烷胺的测定

SGLC-LC/MS-012

摘要: 建立了鸡肉中金刚烷胺的测定方法。采用岛津的 WondaSep MCX 固相萃取小柱对鸡肉样品进行净化, Shim-pack GIST C18 色谱柱进行分离, 串联质谱检测分析。对空白样品 2.0 µg/kg 浓度加标后, 按照上述前处理方法处理后上机, 平行 5 份样品考察回收率和 RSD, 结果显示, 2.0 µg/kg 加标浓度的加标回收率为 84.19%-87.67%, RSD 为 1.55%, 回收率高, 重现性好。该方法适用于鸡肉中金刚烷胺的测定。

关键词: 金刚烷胺 鸡肉 WondaSep MCX Shim-pack GIST C18 LC-MSMS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置: Shimadzu LC-30A 与 LCMS-8050 联用系统;

色谱柱: Shim-pack GIST C18, 50×2.1 mm, 2 µm (P/N: 227-30001-02);

固相萃取小柱: WondaSep MCX 60 mg/3mL

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05);

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01);

SHIMSEN Pipet 移液枪: SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02);

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04);

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 分析条件

UHPLC 条件

色谱柱: Shim-pack GIST C18, 50×2.1 mm, 2 µm (P/N: 227-30001-02)

流速: 0.4 mL/min

进样量: 5 µL

柱温: 40 °C

流动相: A: 0.1%甲酸水 B: 乙腈

梯度洗脱程序如下:

时间 (Min)	0	2.2	2.3	3	3.01	4
A (%)	90	85	5	5	90	90
B (%)	10	15	95	95	10	10

质谱条件

离子化模式: ESI, 正离子扫描

扫描模式: 多反应监测(MRM)

碰撞气: 氩气

加热气: 氮气 10 L/min

雾化气: 氮气 3 L/min

干燥气: 氮气 10 L/min

接口温度: 300 °C

DL 温度: 250 °C

加热模块温度: 400 °C

金刚烷胺 MRM 参数见下表

药物名称	前体离子 (m/z)	产物离子 (m/z)	Q1 Pre Bias	CE	Q3 Pre Bias
金刚烷胺	152.00	135.20*	-11.0	-20.0	-29.0
	152.00	93.15	-11.0	-30.0	-18.0

*定量离子对

1.3 样品前处理

1.3.1 样品提取

称取 1.0 g 鸡肉样品于 50 mL 离心管中, 加 10 mL 甲醇-1%三氯乙酸 (1: 1), 手动振摇 1 min, 8000 r/min 离心 2 min, 取 5 mL 上清液待净化。

1.3.2 样品净化

WondaSep MCX 60 mg/3 mL

3 mL 甲醇、3 mL 2 mol/L 盐酸水溶液活化, 弃去流出液; 5 mL 待净化液上样, 弃去流出液; 2.5 mL 2 mol/L 盐酸水溶液、2.5 mL 70% 甲醇水清洗, 弃去流出液; 3 mL 10% 氨水甲醇洗脱, 收集流出液; 向洗脱液中加水定容至 5 mL, 过 0.22 μm 微孔滤膜, 供 LC-MS/MS 分析。流程图见下图 1。

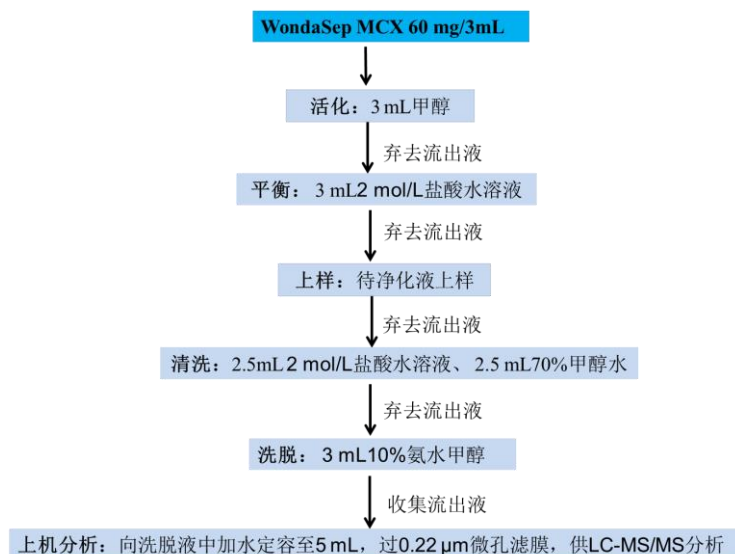


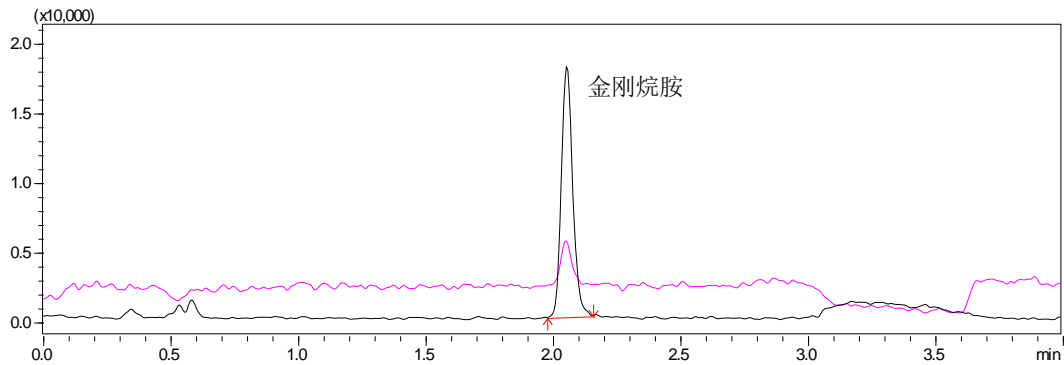
图 1 样品净化流程图

1.4 标准曲线的绘制

取空白样品，按上述 1.3.1 和 1.3.2 处理，使用空白基质配制浓度分别为 0.1 μg/L、0.2 μg/L、1 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、50 μg/L 和 100 μg/L 的标准样品。

2. 结果及讨论

2.1 标准品的 MRM 色谱图



金刚烷胺标准溶液的 MRM 色谱图 (0.2 μg/L)

2.2 线性范围

取空白溶液配制混合作液，得到 0.1 μg/L、0.2 μg/L、1 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、50 μg/L 和 100 μg/L 不同浓度的样品，按 1.2 中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，如图 2 所示。线性方程、相关系数、线性范围见表 1。

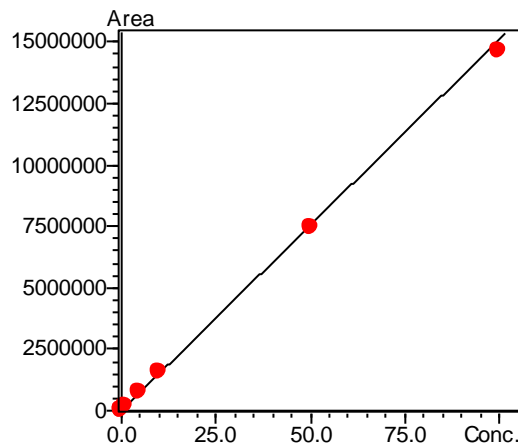


图 2 金刚烷胺的标准曲线

表 2 校准曲线、线性范围、相关系数

兽药	线性范围 (μg/kg)	标准曲线	相关系数 R	准确度(%)
金刚烷胺	0.1-100	$Y = 151063X + 710.888$	0.9997	96.6-102.7

2.3 鸡肉中金刚烷胺的 LC-MS/MS 检测添加回收结果

将鸡肉空白样品进行 2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 5 份样品考察回收率和 RSD，具体结果如下：加标回收率为 84.19%-87.67%，RSD 为 1.55%。

添加水平	实验结果	
2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$	回收率 (%)	85.32
		84.19
		87.67
		85.12
		84.83
	平均回收率 (%)	85.42
	RSD (%)	1.55

3. 结论

综上，本方案采用岛津的 WondaSep MCX 固相萃取小柱对鸡肉样品进行净化，Shim-pack GIST C18 色谱柱进行分离，采用岛津串联质谱 LCMS-8050 检测分析，建立了鸡肉样品中金刚烷胺的检测方法，该方法回收率高、重现性好，适用于鸡肉样品中金刚烷胺的测定。