

实验技术与方法

液质联用快速鉴定减肥类保健食品中4种违禁添加药物

杨路平, 王国玲, 焦燕妮

(山东省疾病预防控制中心, 山东 济南 250012)

摘要:目的 建立快速鉴定减肥类保健食品中咖啡因、盐酸麻黄碱、盐酸芬氟拉明和盐酸西布曲明的液质联用方法。方法 使用 Agilent 1100 液相色谱和离子阱质谱联用, ESI 源, C₁₈ 柱梯度洗脱。结果 使用本方法对 12 种市售减肥保健食品中的 4 种违禁添加药物进行了快速筛查鉴定, 其中 2 种检出西布曲明。结论 方法简便快速, 专属性好。

关键词:液质联用; 违禁添加药物; 咖啡因; 盐酸麻黄碱; 盐酸芬氟拉明; 盐酸西布曲明; 保健食品; 食品安全

中图分类号: O65; TS2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-8456(2011)04-0320-02

Rapid screening of 4 illegal additives in slimming food by LC-MS/MS

Yang Luping, Wang Guoling, Jiao Yanni

(Shandong Centers for Disease Control and Prevention, Jinan 250012, China)

Abstract: Objective To establish a LC-MS/MS method for the screening of 4 illegal additives in slimming food.

Methods The target compounds were analyzed by Agilent 1100 HPLC and TRAP MSD with ESI source, C₁₈ column with methanol-water (0.1% HAc) gradient elution was applied. **Results** Twelve slimming products were analyzed and sibutramine was detected in 2 products. **Conclusion** The method is rapid, specific and suitable for rapid screening for these 4 illegal additives in slimming products.

Key words: LC-MS/MS; illegal additives; caffeine; phedrine; fenfluramine; sibutramine; fuction food; food safety

减肥类保健食品中违禁添加合成药物来增加或加速其功效作用的违法行为时有发生, 对消费者的身体健康甚至生命安全危害极大, 开展保健食品的安全检测工作十分必要。本文应用高效液相色谱-质谱联用法(LC-MS/MS)^[1-4]对减肥类保健食品中的咖啡因、盐酸麻黄碱、盐酸芬氟拉明和盐酸西布曲明进行了快速筛查鉴定, 检测方法快速、准确。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Agilent 1100 液相色谱仪(四元泵, 在线脱气机, 自动进样器, DAD 检测器, 美国 AGILENT 公司), Agilent 1100 离子阱质谱仪(ESI 源, 美国 AGILENT 公司); 超声清洗仪(上海声源超声波仪器设备有限公司)。

甲醇(色谱纯, 美国 TEDIA), 乙酸(色谱纯, 天津科密欧), 娃哈哈纯净水。咖啡因、盐酸麻黄碱、盐酸芬氟拉明和盐酸西布曲明(中国药品生物制品检定所)。

1.2 分析条件

1.2.1 LC 条件

色谱柱: Zorbax SB-C₁₈ (150 mm × 2.1 mm, 5 μm); 流速 0.4 ml/min; 流动相梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

Table 1 Timetable of gradient elution

时间(min)	MeOH(%)	H ₂ O(0.1% HAc)(%)
0	30	70
20	100	0
24	100	0
24.1	30	70
30	30	70

1.2.2 MS/MS 条件

ESI 源, 正离子方式检测; 采集方式 Auto ms/ms; 扫描范围 50~800 amu; 毛细管温度 350 °C; 喷雾气(N₂)压力 30 psi; 干燥气(N₂)流量 10 L/min。

1.3 样品制备

取 0.2~0.5 g 样品(如是硬胶囊, 连壳研细; 如是软胶囊, 将外壳一起剪碎), 置具塞三角瓶中。加入 10 ml 甲醇, 浸泡 30 min 后超声 10 min, 滤过, 取 2 μl 进 LC-MS 分析。

收稿日期: 2010-08-20

作者简介: 杨路平 女 硕士 研究方向为理化检验

2 结果与分析

2.1 4种违禁添加化合物的色谱质谱特征

在ESI正离子模式下进行全扫描,以上4种化合物质谱主要生成 $[M+H]^+$ 峰,对 $[M+H]^+$ 进行二级质谱分析,各化合物的一级和二级质谱特征见表2。

表2 4种化合物的一级和二级质谱特征

Table 2 MS and MS2 characterizations of 4 compounds

化合物	MS $[M+H]^+$	MS/MS
咖啡因	194.6	138
盐酸麻黄碱	166	148
盐酸芬氟拉明	232	187,159
盐酸西布曲明	280	153,139,125

2.2 色谱条件的选择

为干扰对减肥类保健食品中违禁药物的检测,不良厂商经常加入植物提取物,甚至是与违禁物质相同分子量的其他物质。单纯高效液相色谱法检

测时,由于成分复杂,很难保证目标峰的良好分离,或者需要较复杂的流动相,需加盐类离子对试剂或封尾试剂等,样品经常需有复杂的前处理操作,有时还会产生假阳性实验结果。本文使用SB-C₁₈窄径柱,以甲醇/水/醋酸为流动相梯度洗脱,充分利用质谱强大的提取离子功能,使用二级质谱定性,即使在色谱峰不能完全分离的情况下,也能对目标化合物进行准确地检测,提高了检测的专属性,简化了样品处理方法和色谱条件。

2.3 部分样品检测结果及其确证

随机抽检不同类型减肥类保健食品12种,分别按上述方法处理样品并在上述色谱条件下测定。其中2份样品中检出含有盐酸西布曲明,其他3种化合物均未检出。某阳性样品HPLC色谱图见图1,违禁添加盐酸西布曲明的一级和二级质谱确认见图2。

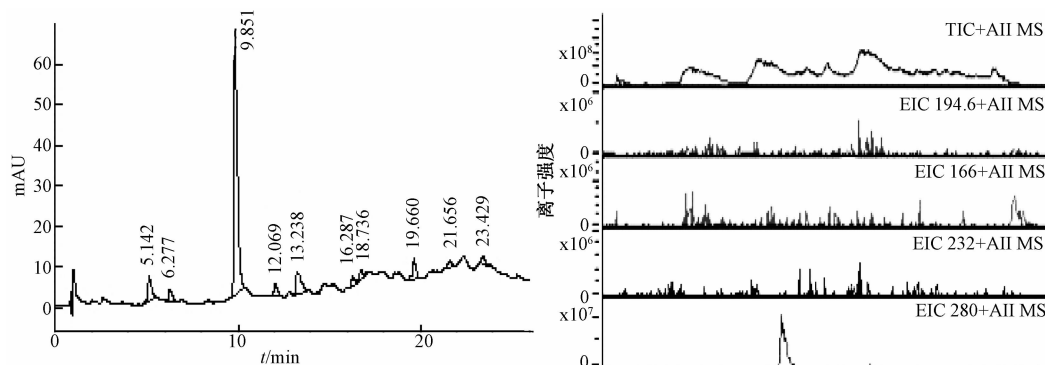


图1 HPLC 色谱图(254nm)和正离子提取离子流图

Figure 1 HPLC chromatography and extracted ion current

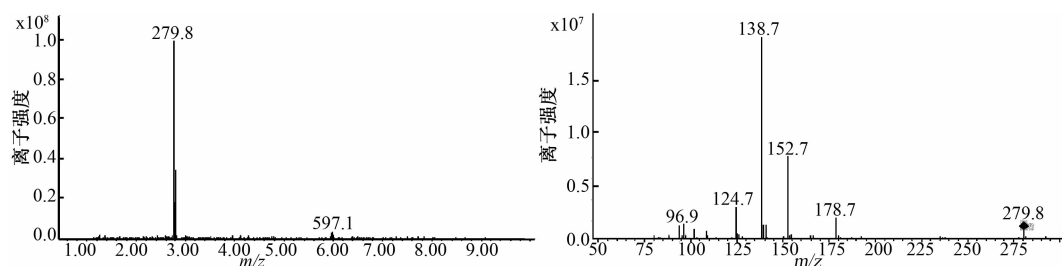


图2 西布曲明的一级和二级质谱确认

Figure 2 MS and MS2 confirmation of sibutramine

3 结论

本文使用液质联用鉴定减肥类保健食品中咖啡因、盐酸麻黄碱、盐酸芬氟拉明和盐酸西布曲明违禁添加,方法简便准确,对保障减肥类保健食品的安全具有积极意义。

参考文献

[1] 钮伟民,戴军,陈尚卫,等. 高效液相色谱-质谱联用检测鉴定减肥保健品中盐酸芬氟拉明[J]. 中国卫生检验杂志,

2002,12(6):681-682.

[2] 李丹,文红梅,崔福春,等. LC-MS/MS法快速筛选保健食品中非法添加的11种减肥化学成分[J]. 中国药事,2009,23(4):335-338.

[3] 权伍英,栾燕,张欣. LC-MS/MS检测减肥保健品中的盐酸芬氟拉明和盐酸西布曲明[J]. 中国卫生检验杂志,2007,17(1):10-13.

[4] 王柯,胡青,崔益冷,等. 液相色谱-离子阱质谱联用检测减肥类中药及保健食品中28种非法添加药物的研究[J]. 药物分析杂志,2008,28(8):1268-1275.