

## 中药材中玉米赤霉烯酮的定量分析检测

# The Determination of Zearalenone in Traditional Chinese Medicines using LC-MS/MS

史晓媛；龙志敏；郭立海

Shi Xiaoyuan ; Long Zhimin ; Guo Lihai

SCIEX应用支持中心 (上海)

SCIEX Application and Support Center (Shanghai)

**Keywords:** Zearalenone, Traditional Chinese Medicine, LC-MS/MS

真菌毒素是由产毒真菌在适宜的环境条件下产生的有毒次生代谢产物，中药材在种植、运输及储存等过程中易产生一些真菌毒素，如黄曲霉毒素、伏马毒素、赭曲霉毒素、呕吐毒素、玉米赤霉烯酮等。与粮谷类似的中药材基质容易收到玉米赤霉烯酮的污染，玉米赤霉烯酮对神经系统、心脏、肾脏、肝和肺都会有一定的毒害作用，2020版中国药典对中药材的玉米赤霉烯酮制定了限量标准，不得高于500  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。本文以薏苡仁为基质，根据2020版中国药典2351通则，建立了中药材中玉米赤霉烯酮的定量方法，为真菌毒素的检测提供一套完整的解决方案。

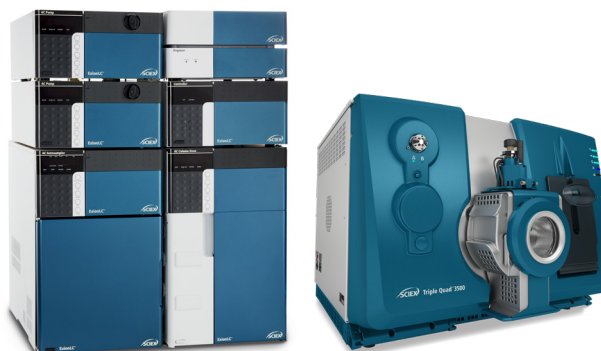
### 方法特点

1. 提供一套完整的样品前处理方法、液相方法和质谱方法，节省了检测工作者的方法开发时间

### 样品前处理

遵照中国药典2351通则中的玉米赤霉烯酮前处理方法，准确称取样品粉末约 20 g (过二号筛)，加入氯化钠4 g，精密加入90%乙腈溶液 100 mL，高速搅拌2 min (搅拌速度大于11000 r/min)，离心10 min，精密量取上清液10 mL，用水稀释至 50 mL，摇匀，离心10 min，精密量取上清液20 mL，通过免疫亲和柱。流速每分钟3 mL，用水20 mL洗脱，弃去洗脱液，使空气进入柱子，再用2 mL甲醇洗脱，收集洗脱液，过0.22  $\mu\text{m}$ 微孔滤膜，滤液进行LC-MS/MS分析。

### 仪器设备



ExionLC™ AC系统+ SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统

### 液相条件

色谱柱: Phenomenex Kinetex C18 (100 mm  $\times$  2.1 mm, 1.7  $\mu\text{m}$ )

柱温: 40  $^{\circ}\text{C}$

进样体积: 5  $\mu\text{L}$

流动相: A为水, B为甲醇

流速: 0.3 mL/min

表1. 液相梯度洗脱，液相总运行时间为10 min

Time (min)	%A	%B
0	45	55
5	10	90
7	10	90
7.1	45	55
10	45	55

## 质谱条件

SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统

离子源为ESI源；

扫描方式为MRM采集模式，负离子扫描；

IS电压：-4500 V； 气帘气CUR：25 psi；

雾化气GS1：60 psi； 辅助气：60 psi；

离子源温度为750 °C； 碰撞气：9 psi

化合物质谱参数

No.	Compound	RT(min)	Q1	Q3	DP	CE
1	玉米赤霉烯酮 Zearalenone	3.42	317.0	175.0	-112	-31
			317.0	131.2	-112	-38

## 实验结果

### 1. 玉米赤霉烯酮的提取离子色谱图（图2）

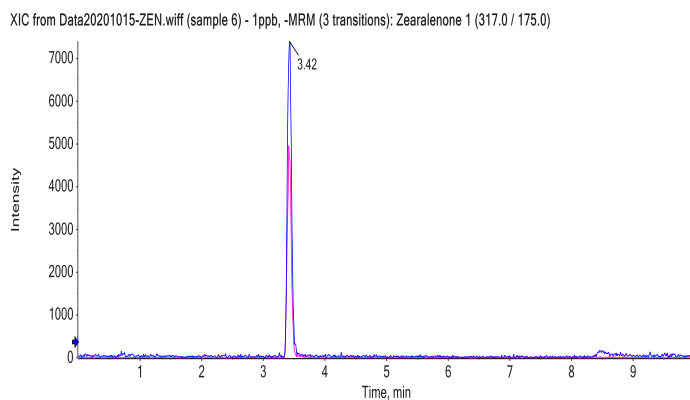


图2. 玉米赤霉烯酮提取离子色谱图

### 2. 专属性

对空白基质样本中玉米赤霉烯酮提取离子流图的考察表明，玉米赤霉烯酮的出峰位置无干扰，专属性良好（图3）

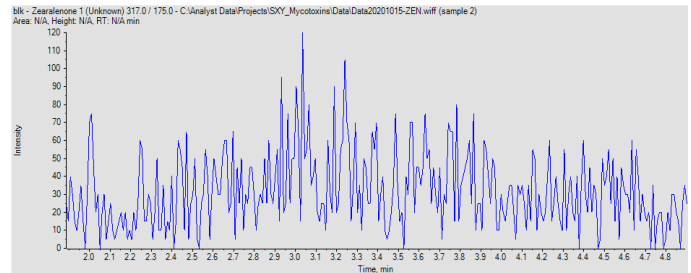


图3. 玉米赤霉烯酮在空白基质中的提取离子色谱图

### 3. 定量限和线性范围

用甲醇稀释配制系列标准曲线，浓度为0.2 ng/mL~50 ng/mL，以峰面积对浓度做标准曲线，在线性范围内线性关系良好，相关系数大于0.99，标曲各点准确度在91.2%~112.7%之间。图4为玉米赤霉烯酮标准曲线和相关系数。

玉米赤霉烯酮在3500上的定量限为0.5 µg/kg，最低定量下限样品连续进样6针，RSD<10%。

### 4. 提取回收率

对样品进行前处理，3个浓度，6次重复样本，方法回收率在80%~120%之间，方法精密度RSD<5%，可满足药典的方法学验证要求。

表2. 加标回收率测试结果

名称	加标回收率 4 µg/kg	RSD (%)	加标回收率 20 µg/kg	RSD (%)	加标回收率 20 µg/kg	RSD (%)
玉米赤霉烯酮	93.56	6.43	92.73	4.52	92.1	3.79

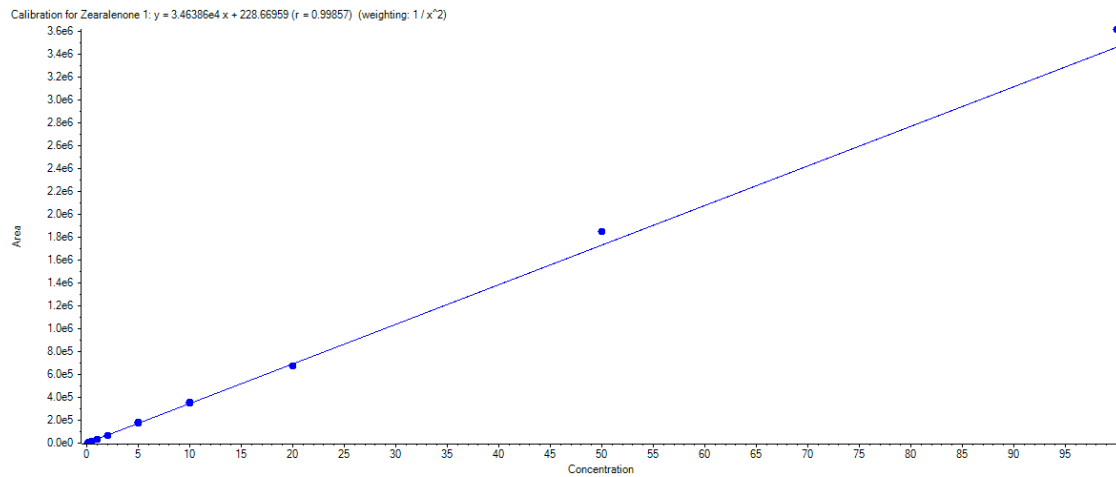


图 4. 玉米赤霉烯酮的线性曲线

## 结论

本文针对中药材中玉米赤霉烯酮的检测方法，遵从2351通则，利用SCIEX Triple Quad™ 3500 LC-MS/MS系统进行检测，灵敏度、重现性和回收率良好，完全满足药典规定的检测需求，可用于多种中药材中玉米赤霉烯酮的检测工作。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。© 2020 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

RUO-MKT-02-12651-ZH-A



### SCIEX中国

北京分公司  
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层  
电话: 010-5808-1388  
传真: 010-5808-1390  
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心  
上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话: 021-2419-7200  
传真: 021-2419-7333  
官网: [sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州分公司  
广州市天河区珠江西路15号  
珠江城1907室  
电话: 020-8510-0200  
传真: 020-3876-0835  
官方微信: [ABSciex-China](https://www.absciex.com.cn)