

Triple Quad™ 3500在食品中匹可硫酸钠定量检测中的应用

A Sensitive and Robust New Method for Quantification of Sodium Picosulfate in Food by Triple Quad™ 3500

陈西, 赵祥龙, 李立军, 郭立海

Chen xi, Zhao xianglong, Li lijun, Guo lihai

SCIEX亚太应用支持中心, 上海

SCIEX China, Shanghai

Key words: Triple Quad™ 3500; Quantification; Food; Sodium Picosulfate

引言

匹可硫酸钠又名4,4'-(吡啶-2-基亚甲基)双苯酚基双硫酸酯钠盐, 是一种特殊缓泻剂, 它对大肠黏膜直接作用产生温和的缓泻效果, 临床上主要用于便秘和手术后、钡餐后排便。

近期按照《食品补充检验方法工作规定》有关要求, 国家市场监督管理总局批准发布了《食品中匹可硫酸钠的测定》食品补充检验方法。该标准主要阐述了食品(包括果冻、蜜饯、糖果、饮料及保健食品等)中匹可硫酸钠的LC-MS/MS定量检测方法。

本文参考上述测定方法, 利用Triple Quad™ 3500液质联用系统建立了一个快速、灵敏的MRM定量方法, 并对方法的线性、回收率和重复性进行了验证, 为不同仪器型号的用户提供了通用的解决方案。

该方法优势如下:

1、快速、灵敏

本方法中液相洗脱时间只需要4 min, 匹可硫酸钠定量限低至0.4 ng/mL (图2), 远高于标准要求, 本公司不同型号三重四级杆质谱的用户均可使用。

2、线性范围宽

匹可硫酸钠在0.4~1000 ng/mL 的超宽浓度范围内拥有良好的线性关系, 相关性系数 $r > 0.999$ (图3), 可有效减少用户在检测不同食品过程中的稀释步骤。

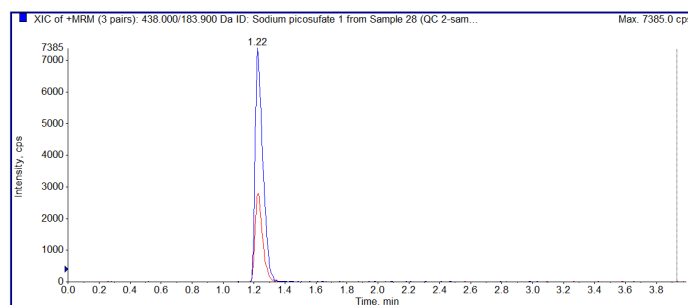


图1. 匹可硫酸钠的典型色谱图 (话梅基质, 60 ng/mL)。

3、适用范围广

本方法对标准中提到的5种基质均作了加标回收率验证, 实验表明, 5中食品基质均不干扰化合物的测定 (表1)。

表1. 五种不同基质中匹可硫酸钠的加样回收率。

化合物名称	浓度 (ng/mL)		
	6	60	600
保健品	109.0	94.8	95.0
糖果	101.0	96.7	96.1
固体饮料	108.5	99.7	90.9
话梅	102.8	106.3	91.5
果冻	105.7	97.2	93.2

实验方法

1. 液相条件:

色谱柱: Phenomenex Kinetex C18, 2.6 μ m,
2.1 mm \times 50 mm;

流动相：A相：5 mM甲酸铵水溶液

B相：乙腈

流速：0.6 mL/min；

色谱柱温度：40 °C；

进样量：5 μL；

进样器温度：15 °C

洗脱程序：

Time(min)	A (%)	B (%)
0.0	95	5
1.5	50	50
1.6	10	90
2.5	10	90
2.6	95	5
4	95	5

2. 质谱方法：

离子源：ESI源，正离子模式

气帘气 CUR: 35 psi 碰撞气 CAD: 8

雾化气 GS1: 50 psi 辅助气 GS2: 55 psi

IS电压: 5500 V 源温度 TEM: 500 °C

化合物名称	母离子	子离子	DP	CE
匹可硫酸钠	438.0	183.9	100	44
		277.9	100	30

3. 样品制备

按照《食品中匹可硫酸钠的测定》食品补充检验方法中样品制备流程对某片剂保健品、糖果、固体饮料、话梅以及果冻分别进行前处理^[1]。

标准曲线样品用纯水稀释，分别制成浓度为0.4、1、2、6、20、60、200、600、1000 ng/mL的溶液，共9个浓度点。

结果与讨论

1. 灵敏度及线性范围

本方法检测浓度低至0.4 ng/mL（图2），在0.4~1000 ng/mL的超宽浓度范围内拥有良好的线性关系，相关性系数 $r > 0.999$ （图3）。进样1000 ng/mL高浓度点后空白无残留。

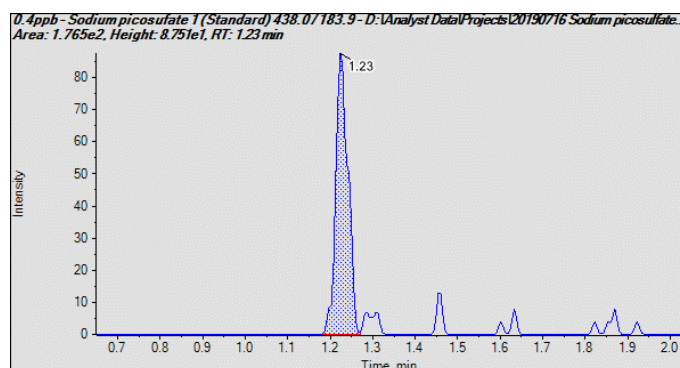


图2. 定量下限浓度（0.4 ng/mL）处化合物色谱图。

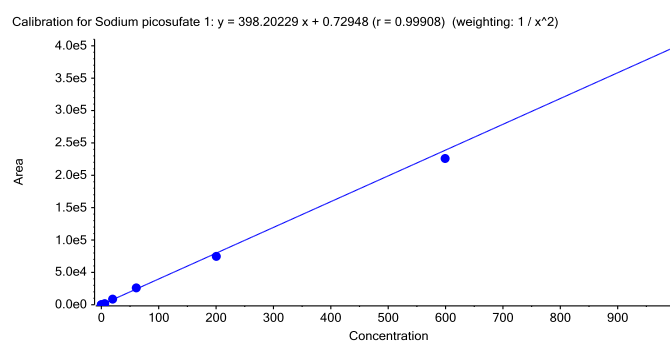


图3. 匹可硫酸钠标准曲线（0.4~1000 ng/mL）。

2. 加样回收率

以5种空白样品前处理溶液为溶剂，分别配制6 ng/mL、60 ng/mL和600 ng/mL三个浓度样品，5种基质的加标回收率均在90.9%~109.0%之间（表1），表明该方法不受样品基质干扰。

3. 重复性

以话梅基质为例，对化合物在6 ng/mL、60 ng/mL和600 ng/mL三个不同浓度点的重复性进行考察，结果见表3。三个不同浓度加标样品，连续进样6次，峰面积RSD除6 ng/mL的低浓度点为4.78%外，其余浓度均在2%以内。

表3. 话梅基质中匹可硫酸钠进样重复性。

浓度 (ng/mL)	回收率%		
	6	60	600
1	101.44	97.57	97.06
2	102.87	97.47	97.10
3	98.53	96.97	95.57
4	97.73	94.99	93.82
5	89.92	95.6	95.42
6	95.08	94.78	92.51
RSD%	4.78	1.31	1.90

总结

本文利用Triple Quad™ 3500液质联用系统建立了一个食品中匹可硫酸钠的定量方法，该方法灵敏度高，重复性好，在0.4~1000 ng/mL的超宽范围内有良好的线性关系，且待测物在5种不同食品基质中均无明显基质效应。方法洗脱时间仅4 min，非常适用于大批量样品检测。

4. 样品测定

五种样品基质中均未检出匹可硫酸钠，相关色谱图见图4。

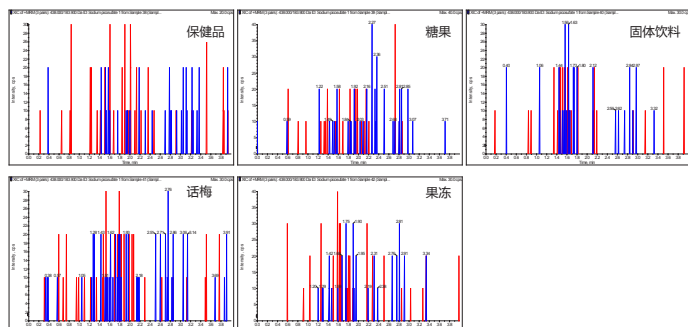


图4. 五种样品提取液色谱图。

For Research Use Only. Not for use in Diagnostics Procedures.

AB Sciex is operating as SCIEX.

© 2019. AB Sciex. The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte.

Ltd. or their respective owners. AB SCIEX™ is being used under license.

RUO-MKT-02-10028-ZH-A



SCIEX中国公司

北京分公司
地址：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

全国免费垂询电话：800 820 3488, 400 821 3897

上海公司及亚太区应用支持中心
地址：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

网址：www.sciex.com.cn

广州分公司
地址：广州市天河区珠江江西路15号
珠江城1907室
电话：020-8510 0200
传真：020-3876 0835

微博：@SCIEX