



量级以上)，且不同能量碎裂的全质量范围的二级碎片谱。软件通过与标准品的谱库自动比对，帮助更准确的筛查和定性；

4. **卓越的定量功能：**QTRAP®系统具有与三重四极杆质谱完全一致的定量性能，同时，拥有出色的系统重现性和稳定性。线性各浓度点准确度均在85-110 %之间，且 r 均大于0.995，线性相关性良好，定量准确。

## 实验方法

### 1. 色谱条件

色谱柱：Phenomenex Kinetex C8 (100×3.0 mm, 2.6 μm) 或性能相当者。

流动相：A为0.1%甲酸水溶液，B为0.1%甲酸乙腈，梯度洗脱程序(表1)。

流速：400 μL/min。

柱温：40 °C。

梯度洗脱。

### 2. 质谱方法

扫描方式：MRM-IDA-EPI

离子源：ESI+/ESI-

离子源参数：

电压 IS：5500V/-4500V      源温度 TEM：550 °C

气帘气 CUR：35 psi      碰撞气 CAD：High

雾化气 GS1：50 psi      辅助气 GS2：50 psi

### 3. 样品前处理

样品处理参考国家市场监督管理总局发布BJS 202209《食品中双醋酚丁等19种化合物的测定》进行处理。

## 实验结果

### 1. 定性实验结果

#### 1.1 非法添加标准谱库建立

SCIEX QTRAP®系统的EPI扫描模式，利用碰撞池的多能量碎裂功能以及离子阱质量分析器的阱集功能，可得到更全质量范围的二级碎片谱，根据其二级碎片全谱信息，建立标准谱库，可用于食品中非法添加物质的快速筛查以及定性确证。

19种非法添加的MRM参数列表1:

序号	化合物	Q1	Q3	DP(V)	CE(V)
1	阿米洛利	230.1	171	65	24
		230.1	143	65	34
2	茶碱	181.1	124.1	80	26
		181.1	96.1	80	30
3	纳曲酮	342.2	324.2	80	29
		342.2	270.1	80	37
4	氨苯蝶啶	254.1	237.1	80	37
		254.1	195.1	80	43
5	脱乙酰比沙可啶	278.2	184.1	60	27
		278.2	167.1	60	49
6	氯苯丁胺	184.1	125	62	30
		184.1	167.1	62	15
7	苯甲吗酮	192.1	117.1	75	23
		192.1	134.1	75	21
8	西酞普兰	325.2	109.1	60	32
		325.2	262.1	60	27
9	苯佐卡因	166.1	138.1	55	16
		166.1	94.1	55	23
10	托吡酯	340.2	264.1	85	11
		340.2	282.1	85	8
11	帕罗西汀	330.2	192.1	95	29
		330.2	151.1	95	31
12	舍曲林	306.2	275.1	64	17
		306.2	159	64	32
13	奈法唑酮	470.3	274.2	90	38
		470.3	246.2	90	45
14	螺内酯	341.2	107.1	125	34
		341.2	187.1	125	30
15	双醋酚丁	402.2	224.1	100	28
		402.2	266.2	100	16
16	新利司他	402.2	160.1	35	35
		402.2	178.1	35	15
17	依他尼酸	301	242.9	-40	-19
		301	206.9	-40	-36
18	大黄素	269	224.9	-90	-36
		269	240.9	-90	-38
19	唑尼沙胺	211	118.9	-55	-20
		211	146.9	-55	-13

## 1.2 定性实验结果

SCIEX系统搭载全新OS软件，提供强大的数据分析和结果报告功能。其快捷的数据处理功能，可以自动根据化合物的保留时间和二级碎片谱图进行目标化合物筛查和定性。如图2，根据软件结果显示，在食品样本中检测出阿米洛利，其保留时间和二级碎片离子比率满足要求，且实测二级谱图与数据库匹配Purity得分为99.7分，即便在复杂基质中的低浓度化合物仍可得到高灵敏度的二级碎片全谱，基于样本实测二级全谱与标准品谱库的自动比对，可帮助更好的排判假阳性和假阴性，保证定性结果的准确无误。

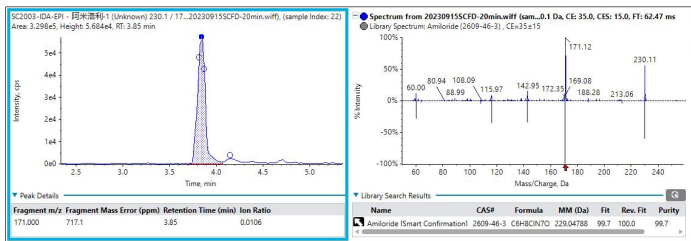


图2. 阳性检出样品的阿米洛利色谱图及实测二级谱图与数据库匹配情况

## 2. 定量实验结果

2.1 一针进样，正负模式同时采集，获得19种化合物的提取离子流色谱图：

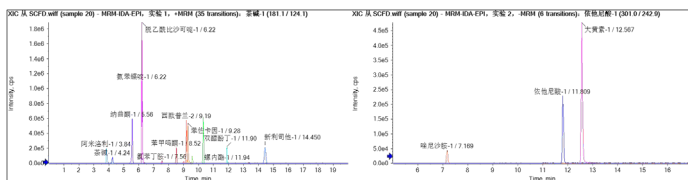


图3. 19种非法添加物质的提取离子色谱图(左：POS模式，右：NEG模式)

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. 或在美利坚/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15932-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：021-2419-7201  
传真：021-2419-7333

官网：[sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州办公室  
广州国际生物岛星岛环北路1号  
B2栋501、502单元  
电话：020-8842-4017

官方微信：SCIEX-China

## 2.2 线性范围、回归方程、回归系数以及检出限：

19种非法添加化合物均具有良好的线性，其回归系数 $r > 0.995$ ，见图4。

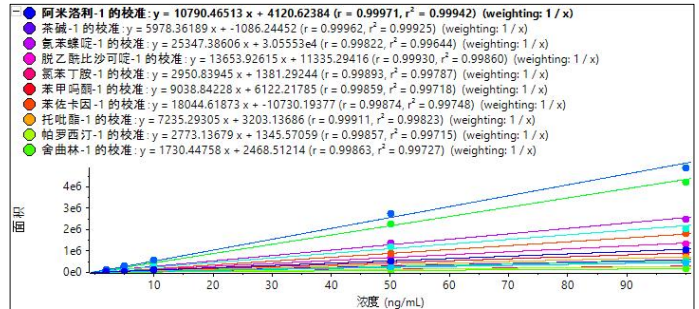


图4. 19种非法添加物质的标准曲线

## 2.3 方法重现性：

针对本方案中19种化合物，使用空白基质考察实验的重现性，添加1 ng/ml、5 ng/ml、50 ng/ml三个浓度，连续进样6针，所有化合物相对标准偏差RSD值均小于3%，表明样品在Turbo V™离子源作用下，在复杂基质中，仍然具有良好的重现性。

## 总结

本实验在SCIEX QTRAP®系统上，建立了食品中双醋酚丁等19种非法添加药物的LC-MS/MS方法，方法快速简便，灵敏度远远满足相关标准的要求。同时，建立专有标准谱库，用于日常快速定性筛查确证，可满足食品中双醋酚丁等19种非法添加药物的检测需求。

## 参考文献

[1] BJS 202209 《食品中双醋酚丁等19种化合物的测定》