

纺织品中15种功效成分的定量分析检测

Quantitation of 15 Functional Compositions in Textiles by LC-MS/MS

陈玉锟, 刘冰洁, 郭立海

Chen Yukun, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX中国应用技术中心

Key word: Functional compositions, Textiles, MRM

前言

功效成分已不止步于添加到化妆品当中, 纺织品中同样也有应用。据称与化妆品相比, 纺织品与人体的接触时间更长、接触面积更大, 织物中添加美容护肤成分可更大程度地达到皮肤保健的作用, 该类纺织品被称为功能纺织品。而2021年发布的行标 QB/T 5630-2021《雪莲养护贴》^[1]标志着生殖养护行业的正式诞生。雪莲养护贴是以纯棉织物作为亲肤面层, 将雪莲等多种草本植物制成的精华素置于中间功能层, 用于人体生殖部位养护的一次性用品。QB/T 5630-2021则对其中的紫丁香苷、毛蕊异黄酮、芦丁和绿原酸这四种功效成分的最低含量作出规定。但随着功能纺织品愈受消费者欢迎, 虚假宣传也愈演愈烈。为了打破市场乱象, 建立一个对纺织品中功效成分准确定量的LC-MS/MS方法十分必要。

实验方法

样品前处理

纺织品剪成约5 × 5 mm的碎片, 准确称取1g (精确至0.01g) 样品于玻璃容器中, 加入10 mL甲醇超声提取30 min, 上清液过0.22 μm 滤膜后上机检测。

液相条件

液相色谱仪: SCIEX ExionLC™系统

色谱柱: C18色谱柱

流速: 0.3 mL/min

流动相A: 水 (0.1%甲酸) 流动相B: 甲醇

柱温: 35°C

洗脱程序: 梯度洗脱 (如表1)

表1. 流动相洗脱程序

Time (min)	A%	B%
0	70	30
7	60	40
7.1	5	95
9	5	95
9.1	70	30
11	70	30

质谱条件

离子源: ESI正负切换

离子源参数:

气帘气(CUR): 35 psi

碰撞气(CAD): 9 (Medium)

离子源温度(TEM): 600 °C

离子喷雾电压(IS): 5500/-4500 V

雾化气(Gas1): 70 psi

辅助加热气(Gas2): 75 psi

实验结果

1. 标准曲线及灵敏度结果

15种功效成分在μg/kg范围内均具有良好的线性关系 ($r > 0.998$)。且其中紫丁香苷、毛蕊异黄酮、芦丁和绿原酸的灵敏度满足QB/T 5630-2021的检测要求。

表2. 15种功效成分离子对信息表

检测模式	化合物名称	Q1	Q3	DP	CE
负模式	人参皂苷Rb1	1153.6	1107.7	-130	-48
		1107.6	783.5	-180	-67
	人参皂苷Rb2	1077.6	783.6	-180	-64
		1077.6	945.5	-180	-62
	人参皂苷Rb3	1077.6	783.5	-190	-64
		1077.6	945.5	-190	-62
	人参皂苷Rc	1077.6	783.6	-190	-70
		1077.6	945.6	-190	-64
	人参皂苷Rd	945.6	783.5	-180	-51
		945.6	621.5	-180	-57
	人参皂苷Re	945.7	637.5	-160	-57
		945.7	475.4	-160	-69
	人参皂苷Rf	799.6	475.3	-200	-58
		799.6	637.4	-200	-46
	人参皂苷Rg1	799.5	637.4	-190	-37
799.5		475.4	-180	-54	
人参皂苷Rg2	783.5	475.4	-180	-54	
	783.5	637.5	-180	-43	
柚皮苷	579.3	459.2	-150	-38	
	579.3	151	-150	-58	
松香酸	303.2	149.2	25	26	
	303.2	123	25	23	
紫丁香苷	395.3	232.2	130	35	
	395.3	185	130	28	
毛蕊异黄酮	285	225	140	26	
	285	270	140	22	
芦丁	609	300	110	10	
	609	271	110	10	
绿原酸	355.1	145	85	30	
	355.1	163	85	10	

2. 人参皂苷同分异构体分离

人参皂苷同分异构体较多，且同分异构体间无灵敏度高的特征碎片，因此实现这些同分异构体的色谱分离尤为重要。如图3所示，人参皂苷的三组同分异构体分离较好。

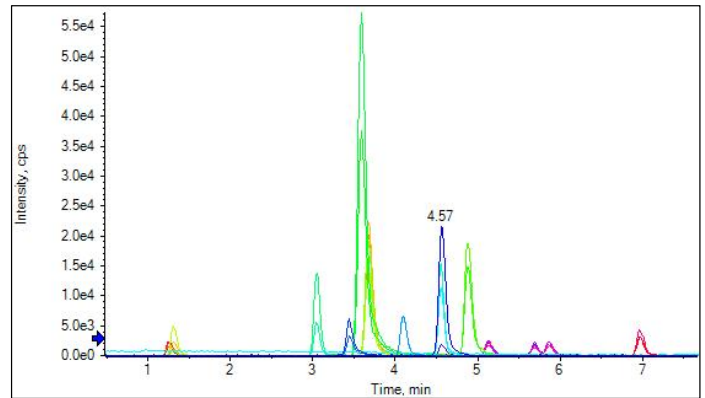


图1. 15种功效成分的提取离子流色谱图

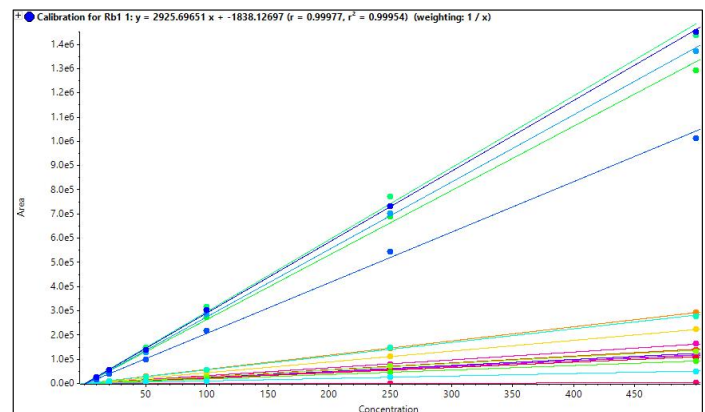


图2. 15种功效成分的标准曲线图

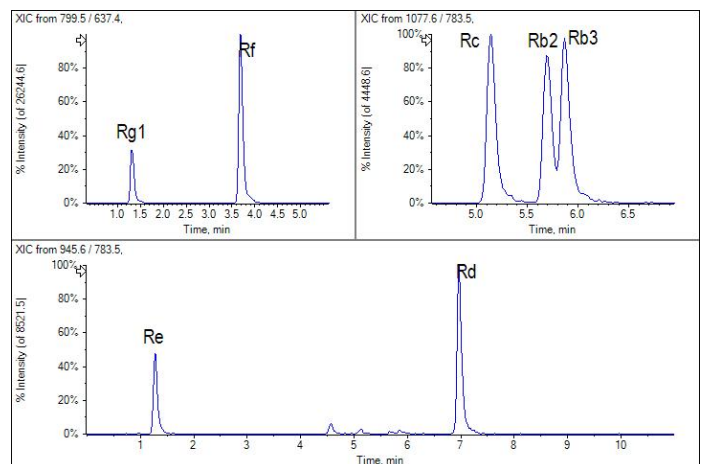


图3. 人参皂苷3组同分异构体的提取离子流色谱图

3. 重复性

位于定量限附近浓度的标准品连续进样6针，15种功效成分峰面积的标准偏差均在2%以内，仪器的稳定性良好（表3）。

表3. 15种功效成分连续进样重复性

化合物名称	连续进样峰面积的标准偏差（%）
Rb1	1.04
Rb2	1.41
Rb3	1.33
Rc	1.36
Rd	0.96
Re	1.61
Rf	1.45
Rg1	1.52
Rg2	1.91
柚皮苷	1.36
松香酸	1.91
紫丁香苷	1.41
毛蕊异黄酮	1.96
芦丁	1.61

总结

建立了一种基于 SCIEX LC-MS/MS 快速检测纺织品中15种功效成分的方法。该方法灵敏度高、重复性好、准确度高，能完全满足标准的限量要求。

参考文献

[1] QB/T 5630-2021雪莲养护贴[S].

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。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-32386-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

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](#)