

应用 Triple Quad™ 3500快速分析减肥类保健品中4种违禁添加药物

Simultaneous Determination of 4 Kinds of Chemical Medicines Illegally Added in Slimming Food by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX China

Key Words: Triple Quad™ 3500; Illegally Added; Slimming Food; Health Care Products

引言

近年来,随着生活水平的日益提高,我国肥胖人群的规模急速增长。越来越多的人通过保健食品减肥,由于保健食品的减肥功效通常需要长时间才能显现,一些不法厂商利用消费者急于减肥的心理,在这类保健品中非法添加化学药物。2021年3月,某知名网红兜售的减肥药中被检测出含有西布曲明化学成分,此类药物过量服用,容易引起血压升高、心悸、头晕、失眠等症状。另外,酚酞作为一种泻药,过量或长期滥用可诱发心律失常、神志不清、肌痉挛以及倦怠无力等症状,但由于价格低廉,而且短时间内有减肥效果,也经常出现在保健食品非法添加的药物名单中。

我们根据减肥药中常见的非法添加化学成分,建立西布曲明及其结构类似物与酚酞的液质测定方法,可用于减肥食品中常见非法添加的筛查分析。该方法具有以下特点:

1. 8 min内完成4种减肥类非法添加药物的检测,快速方便。
2. 抗基质干扰,特异性强,解决了液相色谱法无法避免的假阳性问题,保证结果可靠性。
3. 灵敏度高,满足减肥食品中非法添加的筛查需求。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 3500系统



样品处理:

取1次口服剂量,置于25 mL量瓶中,加入甲醇至刻度,摇匀,离心,取上清液过滤,上机分析。

色谱方法:

色谱柱: Kinetex 1.7 μm C18 2.1 × 50mm;

流动相: A: 水,含 0.01% 甲酸

B: 乙腈,含 0.1% 甲酸

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.4000	20
1.00	0.4000	20
3.00	0.4000	60
6.00	0.4000	80
6.10	0.4000	20

流速: 0.4 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 2 μ L

质谱方法:

扫描方式: 正模式

离子源: ESI

离子对列表见附表

实验结果

化合物提取离子流色谱图

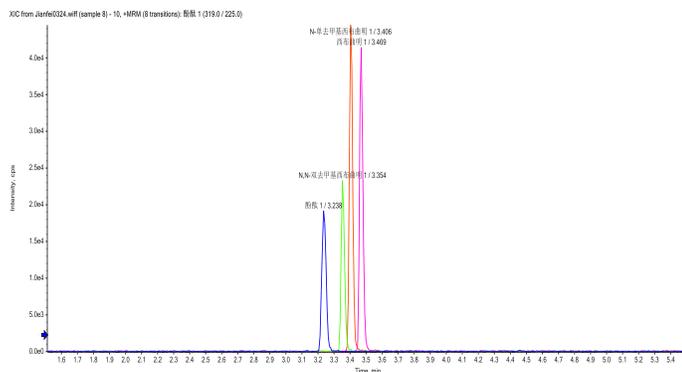


图1. 4种减肥类化学药品的提取离子流色谱图

1. 检测低限, 线性范围, 回归方程及回归系数

使用液质分析时, 大部分化合物在0.1~100 ng/mL具有良好的

线性, 其回归系数 $r > 0.998$, 线性范围及检测低限详见表1。

表1. 4种减肥类非法添加药物的线性范围, 回归曲线, 回归系数及检测低限

化合物名称	线性范围 (ng/mL)	回归方程	回归系数 r	检测低限 (ng/mL)
酚酞	0.1-100	$y=3547.11206X+582.33735$	0.99849	0.05
西布曲明	0.05-100	$y=5769.46932X+2367.31605$	0.99801	0.02
N-单去甲基西布曲明	0.1-100	$y=5994.95659X+976.07894$	0.99930	0.05
N, N-双去甲基西布曲明	0.1-100	$y=3430.55269X+428.34018$	0.99846	0.05

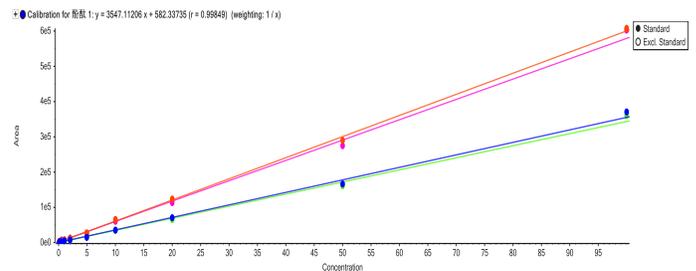


图2. 4种减肥类非法添加药物的校准曲线

2. 使用空白基质考察实验的重现性, 添加浓度分别为0.5 ng/mL、5 ng/mL、50 ng/mL, 连续进样6针, 所有化合物RSD值均小于3%。

添加浓度 (ng/mL)	0.5	添加浓度 (ng/mL)	5	添加浓度 (ng/mL)	50
化合物名称	RSD% (n=6)	化合物名称	RSD% (n=6)	化合物名称	RSD% (n=6)
酚酞	3.35	酚酞	2.99	酚酞	2.43
西布曲明	2.21	西布曲明	1.81	西布曲明	2.3
N-单去甲基西布曲明	1.89	N-单去甲基西布曲明	1.55	N-单去甲基西布曲明	2.11
N,N-双去甲基西布曲明	2.93	N,N-双去甲基西布曲明	1.32	N,N-双去甲基西布曲明	1.16

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 3500系统上，建立了4种减肥类非法添加药物的LC-MS/MS方法，该方法适用于保健食品中非法添加减肥类化学药物的筛查分析。方法具有快速简便且灵敏度高的优

点。连续基质加标进样6针重现性良好，表明方法具有较好的可靠性和适用性。

附录：

4种减肥类非法添加药物的质谱离子对参数

中文名	英文名	CAS No.	分子式	Q1	Q3	DP	CE
酚酞	Phenolphthalein	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	77-09-8	319	225	92	29
					197.1	92	42
西布曲明	Sibutramine	C ₁₇ H ₂₆ ClN	106650-56-0	280.1	125	56	38
					139.1	56	21
N-单去甲基西布曲明	N-monodesmethylsibutramin	C ₁₆ H ₂₄ ClN	84467-94-7	266.1	125	52	34
					139.1	52	19
N,N-双去甲基西布曲明	N,N-didesmethylsibutramin	C ₁₅ H ₂₂ ClN	84484-78-6	252.1	125	47	30
					139	47	15

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。

© 2021 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-13532-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

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：SCIEX-China