

LC-MS/MS 测定保健品中酚妥拉明等 5 种 α -受体阻断药物

LCMSMS-881

摘要：本文采用岛津三重四极杆液质联用仪建立了保健品中酚妥拉明等 5 种 α -受体阻断药物的定量分析方法。该方法中，5 种组分在 0.5~50 ng/mL（以酚妥拉明为例）浓度范围内线性良好，相关系数均大于 0.998，准确度为 85.1~114.9%。精密度实验中，校准曲线 S2 标准溶液重复分析 6 次，保留时间 RSD 小于 0.50%，峰面积 RSD 小于 4.00%。实际样品加标实验中，高中低浓度加标回收率分别为 96.6~109.0%、106.3~114.4%、99.4~107.2%，回收率高。实验结果表明，该方法能快速准确定量分析保健品中酚妥拉明等 5 种 α -受体阻断药物。

关键词： α -受体阻断药物 保健品 LC-MS/MS

技术特点：

- ❖ 此方法参考国家市场监督管理总局食品补充检验方法 BJS201808，精密度和准确度满足标准要求。
- ❖ 通过优化质谱参数，此方法灵敏度高，线性范围广。

随着社会的发展和公众健康保健意识的增强，人们在购买食品时不仅关注食物本身的营养价值，还关注食物是否具有抗氧化、缓解体力疲劳、辅助降血压等保健功能。有不法商家为了降低成本、赋予食品“保健功能”，使用化学药物成分替代天然成分，造成了行业乱象，消费者误食此类食品也给身体埋下健康隐患。 α -受体阻断药物具有扩张血管、加强心肌收缩力、加快心率、增加心排出量等广泛的药理作用，可用于高血压及泌尿外科、男科疾病的治疗，

且疗效显著。常见的 α -受体阻断药主要有酚妥拉明、哌唑嗪、特拉唑嗪、育亨宾、妥拉唑林等。

为了有效打击非法添加导致的食品安全问题，国家市场监督管理总局发布了《食品中 5 种 α -受体阻断类药物的测定》食品补充检验方法的公告，采用 LC-MS/MS 法测定食品（含保健品）中 5 种 α -受体阻断类药物。本文参考此检验方法，建立了保健品中 5 种 α -受体阻断类药物的分析方法，方法灵敏度高、操作简便。

实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津三重四极杆液质联用仪 LCMS-8050，具体配置为：

系统控制器：	CBM-40	自动进样器：	SIL-40C XR
脱气机：	DGU-405	柱温箱：	CTO-40C
输液泵：	LC-40D XR × 2	色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.118

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack Scepter C18 (100 mm × 2.1 mm I.D., 1.9 μ m, P/N: 227-31012-05, 岛津(上海)实验器材有限公司)

流动相：A 相 -0.1% 甲酸水溶液，B 相 -0.1% 甲酸乙腈

流速：0.3 mL/min 柱温：40°C

进样体积：5 μ L

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 10%，时间程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序

Time(min)	Module	Command	Value
1.00	Pumps	Pump B Conc.	10
7.00	Pumps	Pump B Conc.	90
11.00	Pumps	Pump B Conc.	90
11.10	Pumps	Pump B Conc.	10
15.00	Controller	Stop	

质谱条件

离子源：	ESI (+)	接口温度：	300℃
接口电压：	4.5 kV	D L 温度：	250℃
雾化气：	氮气 3.0 L/min	加热块温度：	400℃
加热气：	空气 10.0 L/min	扫描模式：	MRM
干燥气：	氮气 10.0 L/min	MRM 参数：	见表 2

表 2 MRM 参数

No.	中文名	英文名	CAS. No.	离子对	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
1	酚妥拉明	Phentolamine	50-60-2	282.20>212.15*	-22	-20	-21
				282.20>120.10	-11	-33	-10
2	育亨滨	Corynine	65-19-0	355.20>144.10*	-24	-32	-26
				355.20>212.15	-24	-24	-23
3	特拉唑嗪	Terazosin	63590-64-7	388.10>247.15*	-28	-31	-27
				388.10>289.95	-29	-40	-29
4	哌唑嗪	Prazosin	19216-56-9	384.20>247.05*	-28	-54	-17
				384.20>366.20	-29	-29	-27
5	妥拉唑林	Tolazoline	59-98-3	161.20>91.10*	-28	-32	-20
				161.20>65.15	-28	-22	-17

注：* 表示定量离子

1.3 标准品配制

标准储备液：准确称取标准品 10 mg，用甲醇溶解并定容至 10 mL，配制浓度为 1000 μg/mL 标准储备液。

标准溶液：取适量标准储备液，用水逐级稀释，配制校准曲线浓度为如下表 3 所示。

表 3 混合标准溶液浓度表

No.	化合物	混合标准系列溶液浓度 (ng/mL)						
		S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7
1	酚妥拉明	0.5	1	2	5	10	20	50
2	育亨滨	0.25	0.5	1	2.5	5	10	25
3	特拉唑嗪	0.25	0.5	1	2.5	5	10	25
4	哌唑嗪	0.5	1	2	5	10	20	50
5	妥拉唑林	2	4	8	20	40	80	200

1.4 样品前处理

准确称取液体保健样品 1 g 至离心管中，加入 10 mL 甲醇，涡旋后超声 30 min。离心，上清液经 0.22 μm 滤膜过滤后上机分析。

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

0.25~2 ng/mL 标准溶液色谱图及信噪比如图 1 所示。

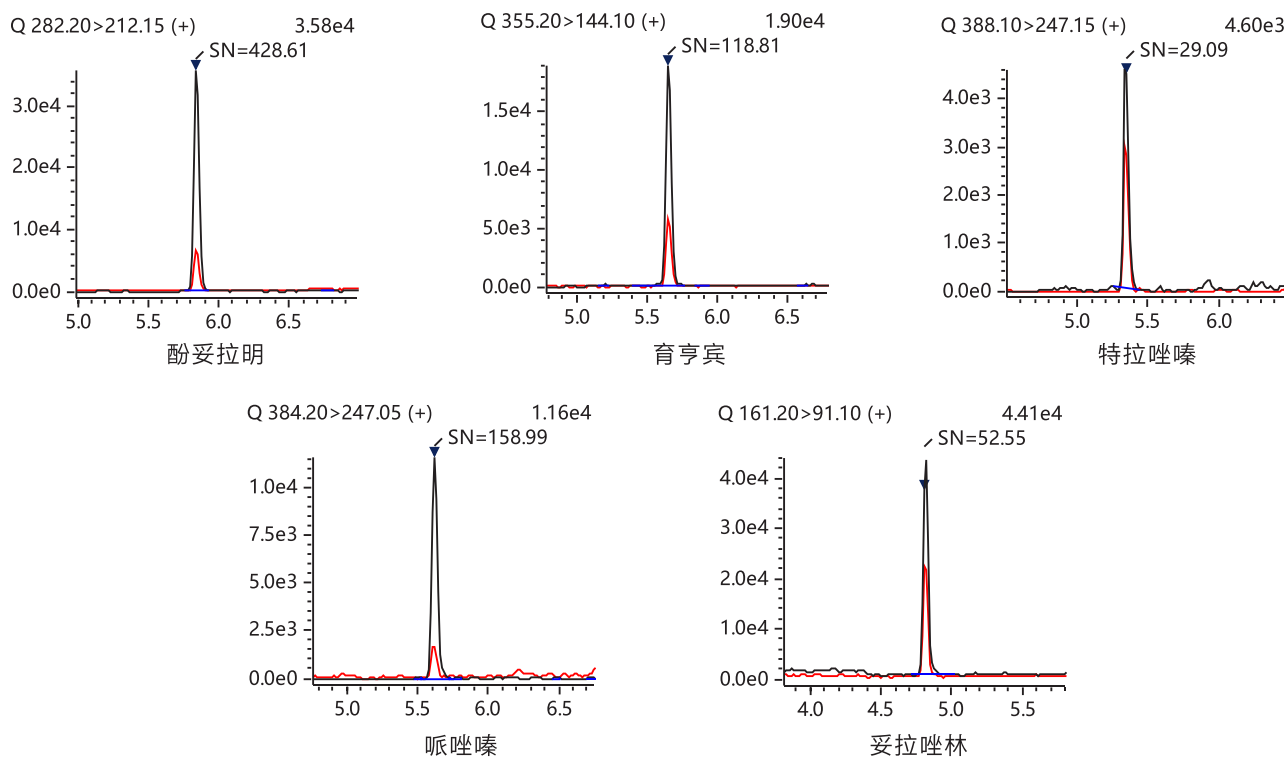
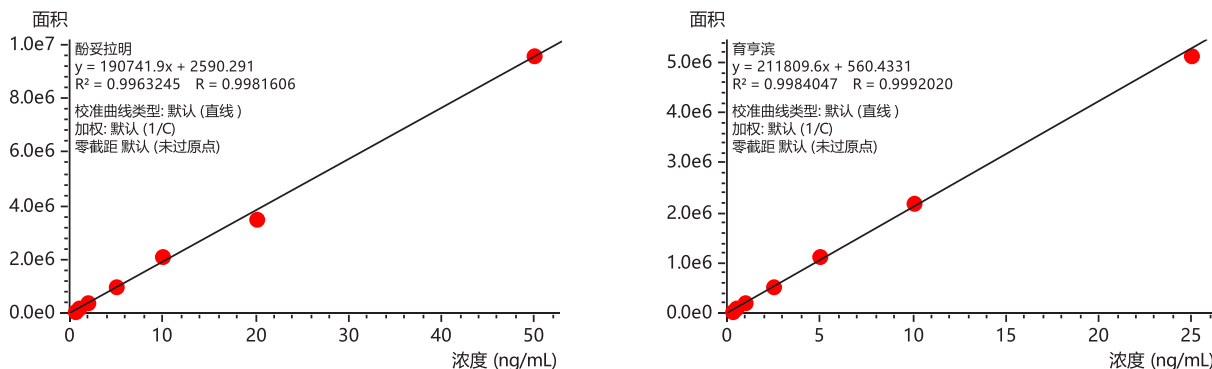


图 1. 标准溶液（校准曲线最低点）色谱图

（酚妥拉明、哌唑嗪浓度为 0.5 ng/mL；育亨宾、特拉唑嗪为 0.25 ng/mL；妥拉唑林浓度为 2 ng/mL）

2.2 校准曲线

按 1.2 中的分析条件进行测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，采用外标法建立校准曲线。校准曲线线性范围如表 3 所示，校准曲线如图 2 所示，结果显示 5 种化合物线性相关性良好，线性相关系数大于 0.998，准确度为 85.1~114.9%。



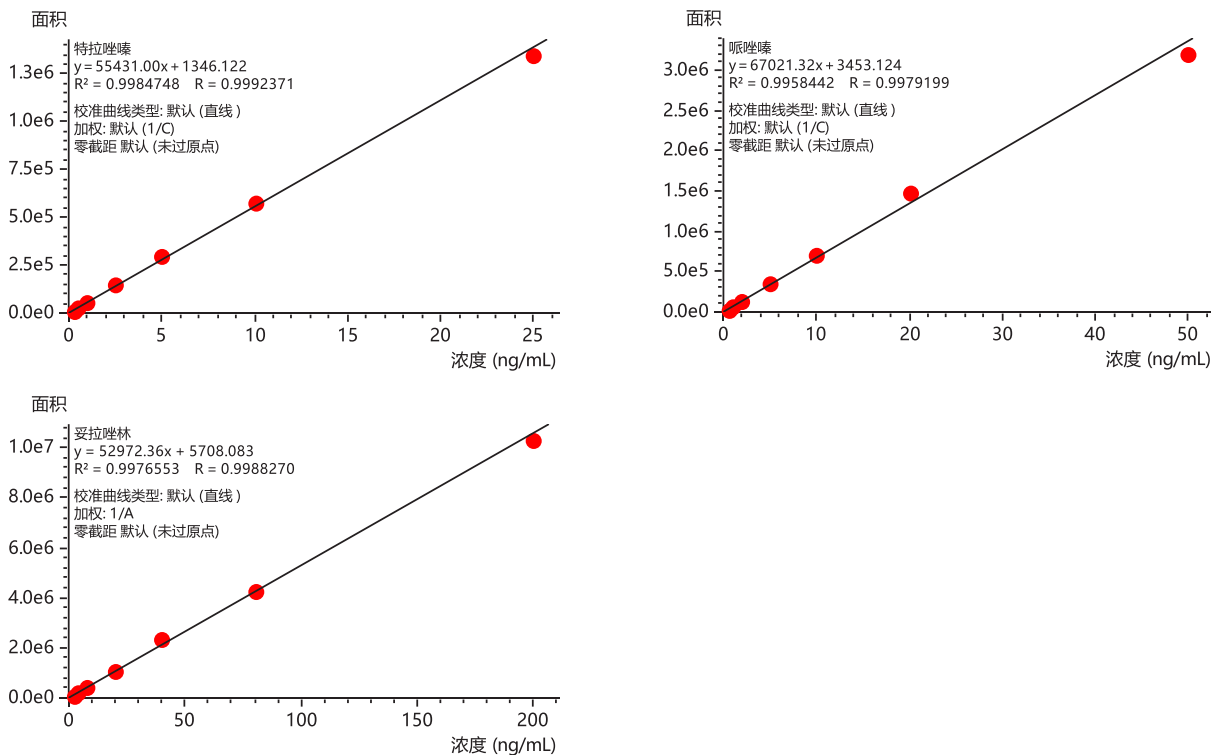


图 2 5 种化合物校准曲线图

2.3 精密度实验

按照 1.2 分析条件，将校准曲线中 S2 基质标准溶液重复分析 6 次。5 种化合物保留时间 RSD 小于 0.50%，峰面积 RSD 小于 4.00%。

表 4 5 种化合物重复性实验结果

No.	化合物	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%
1	酚妥拉明	0.22	2.23
2	育亨滨	0.24	1.69
3	特拉唑嗪	0.25	3.34
4	哌唑嗪	0.23	3.98
5	妥拉唑林	0.46	2.96

2.4 样品测定及加标实验结果

按照 1.4 中样品处理方法对某口服液保健样品进行处理，上机分析，样品中未检出 5 种化合物。对此样品进行高中低浓度加标实验，重复实验 3 次，加标量及加标结果如表 5 所示。

表 5 实际乳液样品加标结果

No.	化合物名	低浓度加标			中浓度加标			高浓度加标		
		加标量 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (%)	加标量 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (%)	加标量 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (%)
1	酚妥拉明	0.01	96.6	3.70	0.05	109.2	3.19	0.5	105.0	3.44
2	育亨滨	0.005	109.0	4.70	0.025	107.2	0.70	0.25	105.2	1.12

3	特拉唑嗪	0.005	107.7	4.18	0.025	114.4	1.57	0.25	107.2	0.31
4	哌唑嗪	0.01	106.5	1.05	0.05	113.1	1.53	0.5	105.5	1.37
5	妥拉唑林	0.04	104.8	5.72	0.2	106.3	0.71	2	99.4	1.69

■ 结论

本文采用岛津三重四极杆液质联用仪建立了保健品中酚妥拉明等 5 种 α -受体阻断类药物的定量分析方法。该方法灵敏度高、线性范围广、重复性和样品加标回收率均良好，可用于化保健品中酚妥拉明等 5 种 α -受体阻断类药物的检测。

岛津应用云

