

LCMS-8050RX 测定食品中番泻苷 B 等非法添加成分

LCMSMS-957

摘要： 本文使用岛津液相色谱三重四极杆质谱仪，配备全新 RX 离子源，建立了食品中番泻苷 B 等非法添加成分的测定方法。食品经提取后上机，外标法定量。在指定的条件下，番泻苷 B 等 3 种组分在指定浓度范围内线性良好，检出限为 0.01~0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；使用全新 RX 源配备 Corespray 技术，茶饮料基质加标样本连续进样 200 针 RSD 为 2.4%~3.0%，重复性良好。分别进行 0.2 和 1.0 mg/kg 的加标回收测试，回收率为 93.1~101.2%。本方法快速、有效，准确，可用于食品中番泻苷 B 等 3 种非法添加成分的测定。

关键词： 三重四极杆 RX 源 番泻苷

技术特点：

- ❖ 标准方法分析时间为 28 min，本方法 12 min 内完成测定，异构体分离良好，效率更高；
- ❖ 使用全新 RX 源，可扩大雾化气流量选择范围，进一步提升灵敏度；
- ❖ RX 源配备全新 Corespray 技术，雾化气流更加稳定，在复杂样本基质中实现更加稳定的离子化。

番泻苷是一种从番泻叶中提取的蒽醌类化合物，具有显著的泻下作用。它通过刺激肠道蠕动和增加肠道液体分泌来促进排便，常用于治疗便秘。大黄素甲醚是从大黄中提取的另一种蒽醌类化合物，具有抗炎、抗菌和抗氧化等多种生物活性。它在中药中常用于治疗消化系统疾病和炎症性疾病。这两种化合物在传统医学中有着广泛应用，但使用时需要注意剂量，过量使用会导致腹泻和电解质失衡。食品和保健食品中，番泻苷与大黄素甲醚属于非法添加成分，宣称减肥或具有减肥功效的食品和保健食品需注意是否添加此类成分。BJS 201917《食品中番泻苷 A、番泻苷 B、大黄素甲醚的测定》规定了使用 LC-MS/

MS 方法测定食品中番泻苷与大黄素甲醚非法添加的方法。

岛津最新推出的 LCMS-8050RX 采用全新设计的加热 ESI 离子源，具有出色的脱溶剂能力和离子化效率。CoreSpray 技术以更高的流量和更优异的传热效率，显著提升雾化效果和均匀性，可促进各种目标化合物的离子化。搭载岛津独有的 IonFocus 离子聚焦技术，更有效地将离子导入质谱仪中，从而进一步提升分析性能和数据质量。本文参照 BJS 201917，使用 LCMS-8050RX 建立了食品中番泻苷等非法添加成分的测定方法。方法快速、有效，准确、供相关人员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津超高效液相色谱仪 LC-40 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8050RX 联用系统。具体配置为：

系统控制器：	CBM-40lite	脱气机：	DGU-40A _{5R}
输液泵：	LC-40D XS×2	自动进样器：	SIL-40C XS
柱温箱：	CTO-40S	色谱工作站：	LabSolutions Ver.5.128

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack GIST C₁₈ 柱（50 mm x 2.1 mm I.D., 2 μm ）（P/N 227-30001-02）；
岛津（上海）实验器材有限公司

流动相：A-0.02% 甲酸水溶液；B- 甲醇

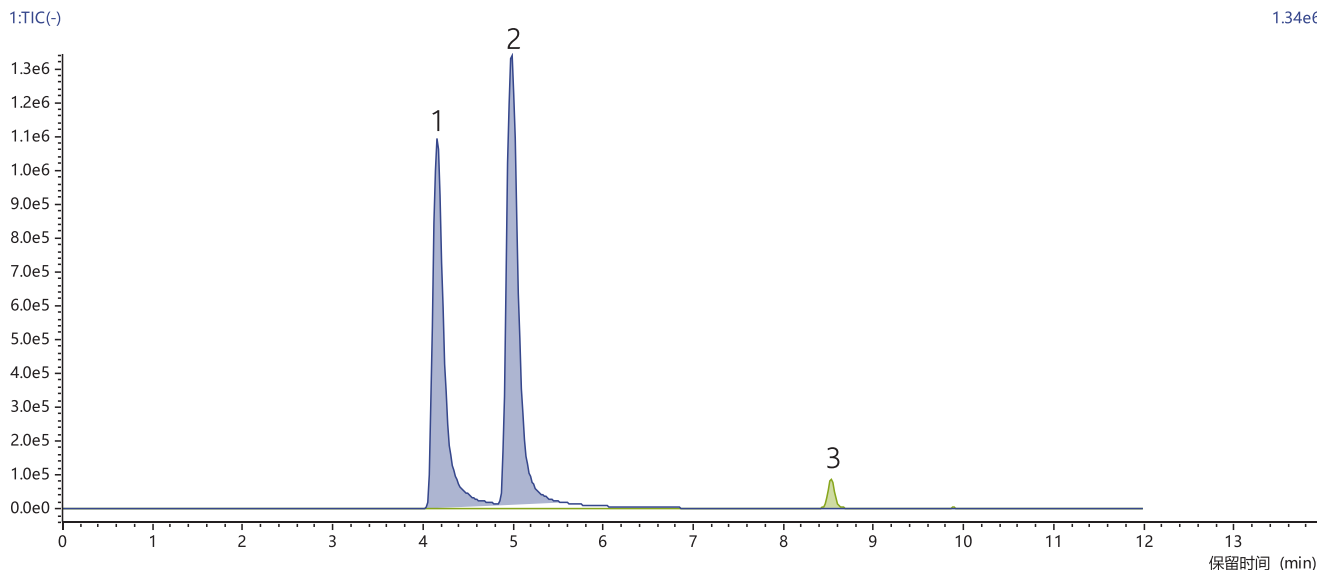


图1 番泻苷等3种组分MRM色谱图（1、番泻苷B；2、番泻苷A；3、大黄素甲醚）

2.2 雾化气流量的优化

RX 源雾化气气体流量可进一步提升。本实验优化了雾化气流量在 1~7 L/min 下三个化合物的响应情况。结果如图 2，番泻苷 A 和番泻苷 B 在 4 L/min 下响应最强，大黄素甲醚在 2 L/min 下响应最强，综合考虑本例中雾化气流量设置为 3 L/min。RX 源更宽的雾化气流量选择范围，可以进一步提升部分化合物的灵敏度。

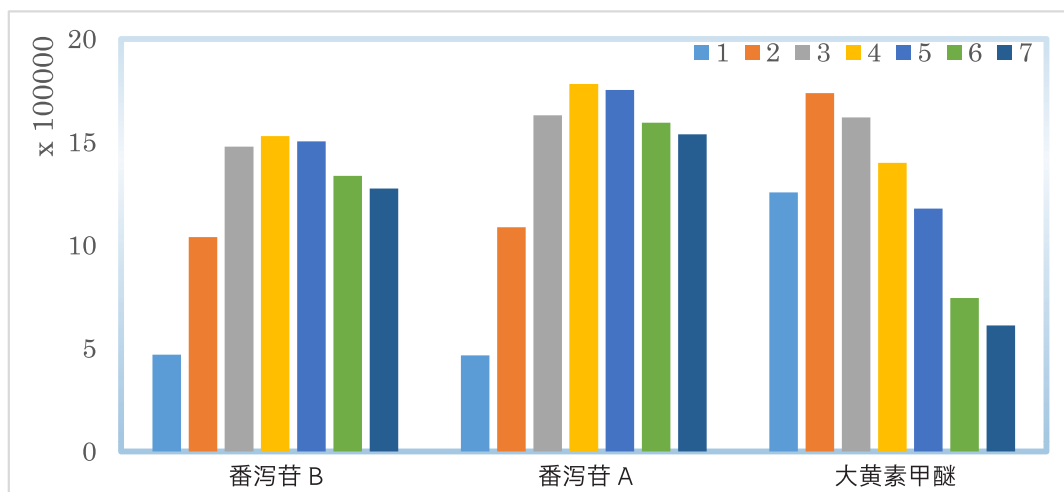


图2 不同雾化气流量下番泻苷 B 等 3 种组分响应对比

2.3 稳定性

RX 源配备全新 Corespray 技术，雾化气流更加稳定，在复杂样本基质中实现更加稳定的离子化。本实验考察了茶饮料基质下，番泻苷 B 等 3 种组分加标样本连续进样 200 针重复性，如图 3 所示，3 种组分 RSD 为 2.4%~3.0%，表明使用全新的 RX 源即使在复杂基质下多针运行依次保持良好的重复性。

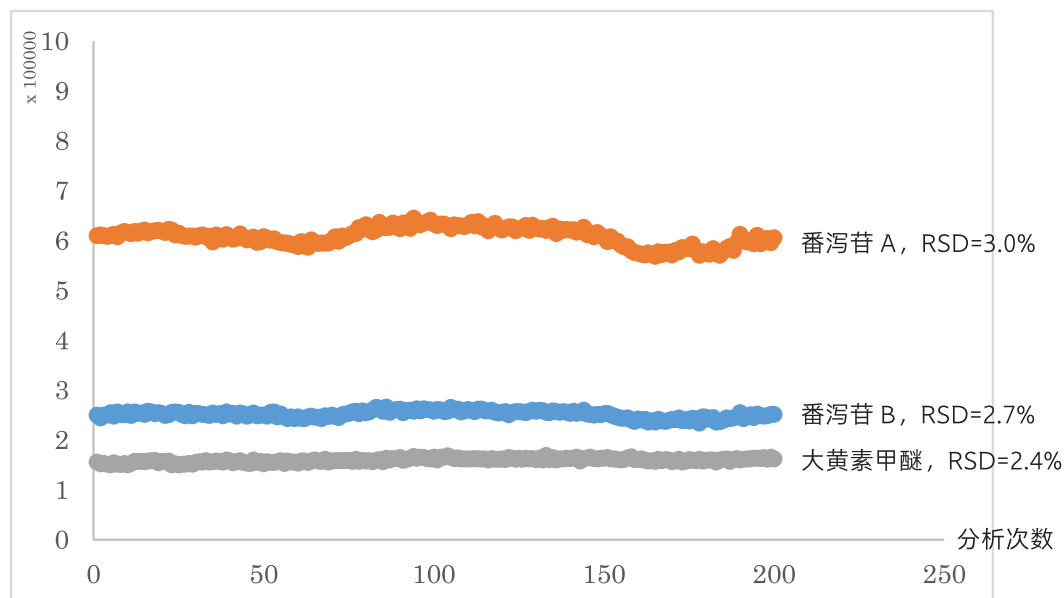


图3 茶饮料基质中番泻苷 B 等 3 种组分连续进样 200 针重复情况

2.4 方法学考察

2.4.1 校准曲线与检出限

采用外标法建立校准曲线，结果如表 3 所示。3 种组分在指定浓度范围内线性良好，相关系数大于 0.998。仪器检出限为 0.01~0.02 $\mu\text{g/mL}$ 。

表 3 化合物校准曲线信息

序号	化合物	线性范围 ($\mu\text{g/mL}$)	相关系数 r^2	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)
1	番泻苷 B	0.1~8	0.999	0.02
2	番泻苷 A	0.1~8	0.999	0.01
3	大黄素甲醚	0.1~8	0.998	0.01

2.4.2 样品和加标回收测试

按照 1.2 中的分析条件和 1.3 中前处理方法对某茶饮料进行分析和加标回收测试，结果如表 4 所示。各组分分别进行不同浓度的加标回收测试，平行 3 次，回收率为 93.1~101.2%，重复性为 1.48~2.69%。

表 4 样品和加标回收测试结果 (n=3)

序号	化合物	样品浓度 (mg/kg)	添加浓度 (mg/kg)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 RSD%
1	番泻苷 B	N.D.	0.2	96.2	2.29
			1.0	93.1	1.48
2	番泻苷 A	N.D.	0.2	99.0	2.69
			1.0	99.3	2.38
3	大黄素甲醚	N.D.	0.2	101.2	2.50
			1.0	98.3	1.99

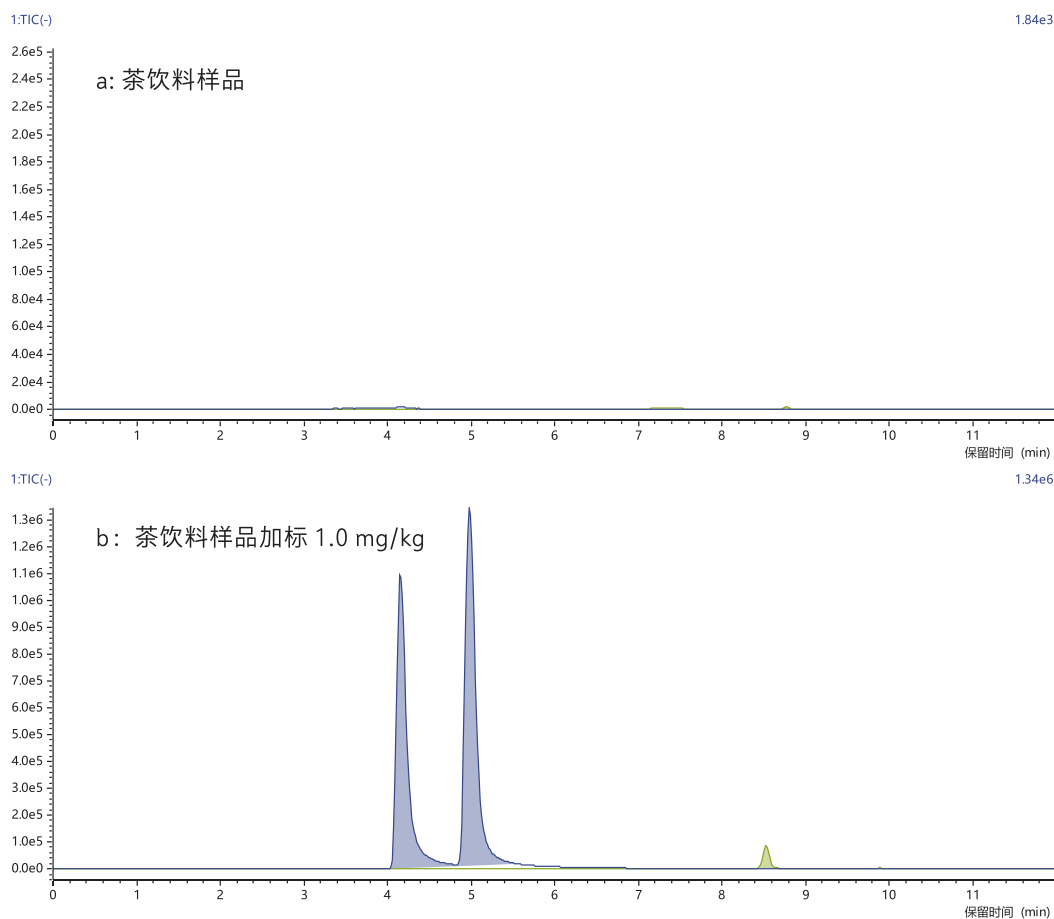


图4 样品色谱图 (a: 茶饮料样品; b: 茶饮料样品加标 1.0 mg/kg)

■ 结论

本文使用岛津超高效液相色谱仪 LC-40 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8050RX 联用系统，建立了食品中番泻苷 B 等 3 种组分的测定方法。番泻苷 B 等 3 种组分在指定浓度范围内，相关系数大于 0.998，异构体分离度良好且分析效率优于标准；重复性、回收率的考察均满足标准 BJS 201917《食品中番泻苷 A、番泻苷 B、大黄素甲醚的测定》要求；可用于食品非法添加检测的参考。

岛津应用云

