

LCMS-9050 快速筛查保健品中非法添加物

LCMS-QTOF-060

摘要： 本文利用岛津超高效液相色谱 - 四极杆飞行时间串联质谱仪，结合《保健品非法添加 QTOF 质谱库》建立了一种对保健品中非法添加物质的快速筛查方法。对 7 个样本中的非法添加物质进行定性分析，其结果显示：在 7 个样本中共筛查出 13 种添加化合物，二级碎片与数据库匹配度高。使用该方法，可通过一针进样，快速完成目标物的定性筛查，结果准确可靠。

关键词： 四极杆飞行时间串联质谱仪 保健品 非法添加

技术特点：

- ❖ 利用《保健品非法添加 QTOF 质谱库》可实现保健品中非法添加物的快速定性
- ❖ Insight Explore 具有多样品批量搜库的功能，提高筛查效率。

随着社会的发展，越来越多的人关注保健，在生活中也常服用保健品。为了追求利益，部分不法生产者会在一些保健食品中非法添加各种药物以达到宣传的效果，吸引消费者长期购买。然而长期食用这种食品，可能会给消费者造成严重的身体健康问题。

对于保健品中非法添加物的检测一直是相关部门重点关注的领域。但是，由于保健品的种类繁多，需要针对每一类的保健品收集所需的标准品后才能建立

对应的检测方法，工作量大且效率低。因此，非常需要一种灵敏、高效的检测方法能够快速对多种类的样品以及非法添加物进行检测。

本文使用岛津 LCMS-9050 超高效液相色谱 - 四极杆飞行时间串联质谱仪，建立了一种对保健品中非法添加物快速定性的分析方法。对 7 个样品进行了分析，可快速筛查出样品中的非法添加成分，该方法准确可靠，可为保健品的检测提供帮助。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 LCMS-9050 超高效液相色谱四极杆飞行时间质谱联用仪，具体配置为：

输 液 泵：	LC-40B X3×2	系 统 控 制 器：	CBM-40
自动进样器：	SIL-40C	飞行时间质谱仪：	LCMS-9050
柱 温 箱：	CTO-40S	在 线 脱 气 机：	DGU-405
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.118; LabSolutions Insight Ver. 4.0SP2		

1.2 分析条件

液相色谱条件

- 色 谱 柱： GIST-HP_C18-AQ (150 mm×2.1 mm., 1.9 μm (岛津 (上海) 实验器材有限公司, P/N: 227-30807-03))
- 流 动 相： A 相 -5 mM 乙酸铵 (0.1% 甲酸)；
B 相 - 乙腈
- 流 速： 0.3 mL/min
- 进 样 体 积： 1 μL
- 柱 温： 40°C
- 洗 脱 方 式： 梯度洗脱，B 相初始浓度为 15%，洗脱程序见表 1。

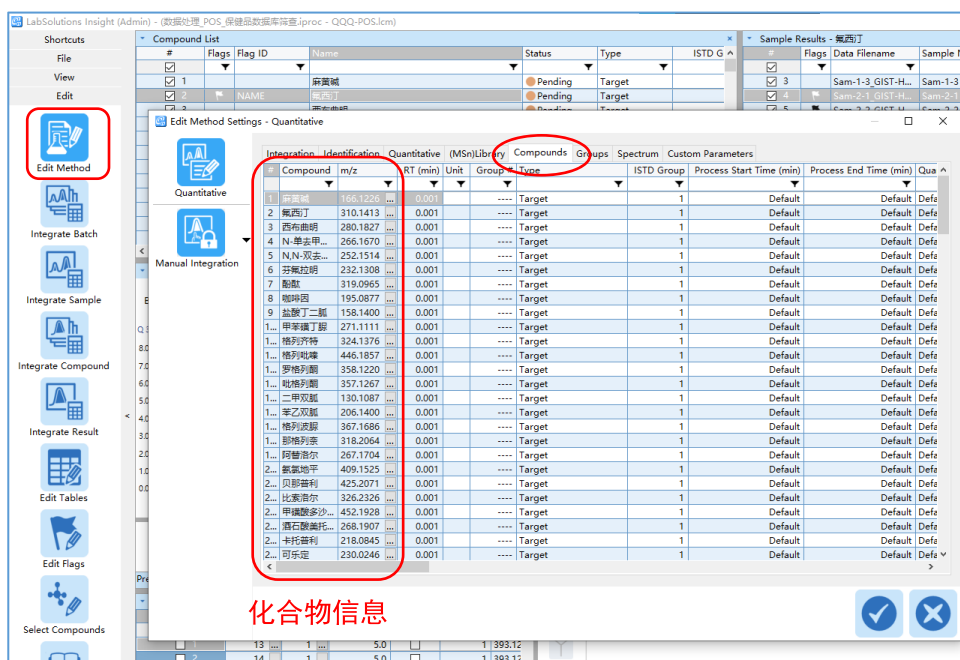


图 1 Insight Explore 软件截图

2.2 导入保健品二级质谱库

在“Edit Method”项下的“(MSn)Library”中添加《保健品非法添加二级质谱库》。如图 2 所示，添加了保健品中非法添加物的二级数据库，同时设置了搜索相同的前体离子等条件。

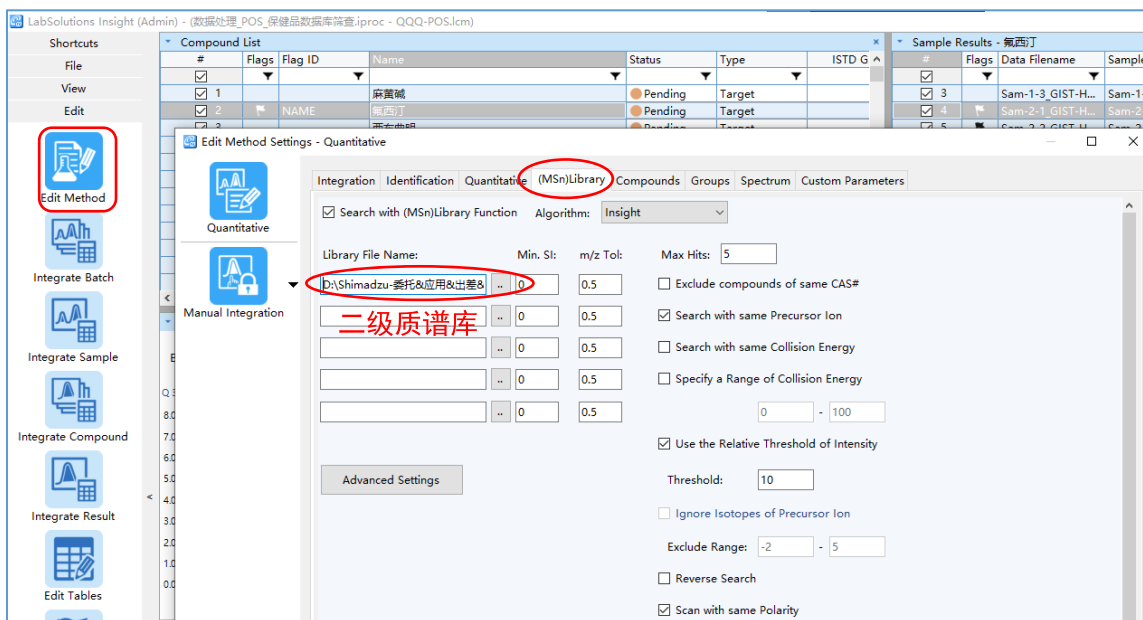


图 2 Insight Explore 软件截图

2.3 编辑“Flags”

在“Edit Flags”项下编辑结果判定的依据。如图 3 所示，本文中添加了两个判定依据，分别是“Lib Compound Name”和“Min. Library Similarity Index”，对于不满足其中任一条件的结果，会有“小旗”图标显示。

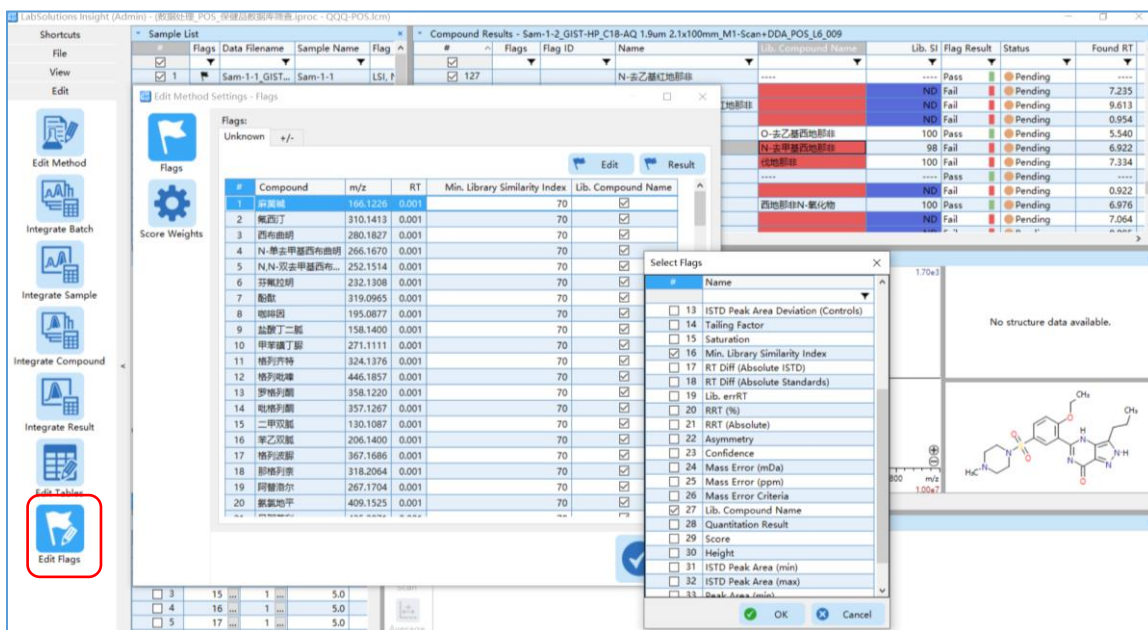


图3 Insight Explore 软件截图

2.4 批量搜库及结果说明

对导入的数据使用“Search Library”。如图4所示，批量对导入的三个数据进行搜索。

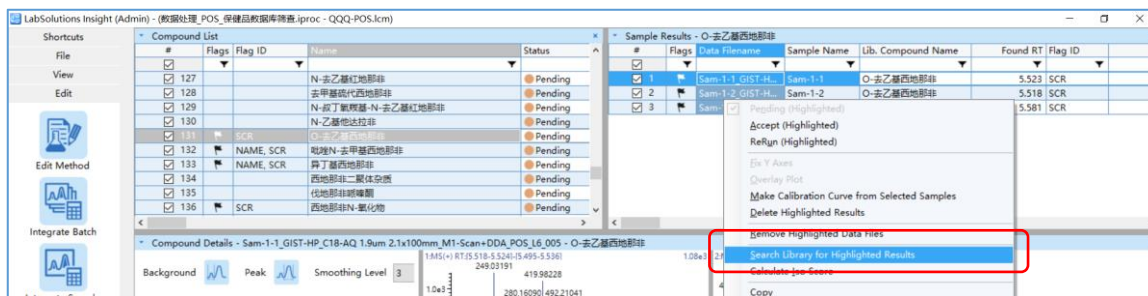


图4 Insight Explore 软件截图

搜索结果如下图5所示，化合物列表中的名称“吡唑 N- 去甲基西地那非”二级碎片与数据库中质谱图匹配良好，匹配度大于70，故“Lib. SI”没有蓝色填充，但是名称与通过二级碎片比对得到的化合物名称不对，故在名称那一栏显示了红色，“Flag ID”显示了Name；“西地那非 N- 氧化物”二级碎片与数据库中质谱图匹配良好，匹配度大于70，且与数据库中名称一致，故没有Flag显示。



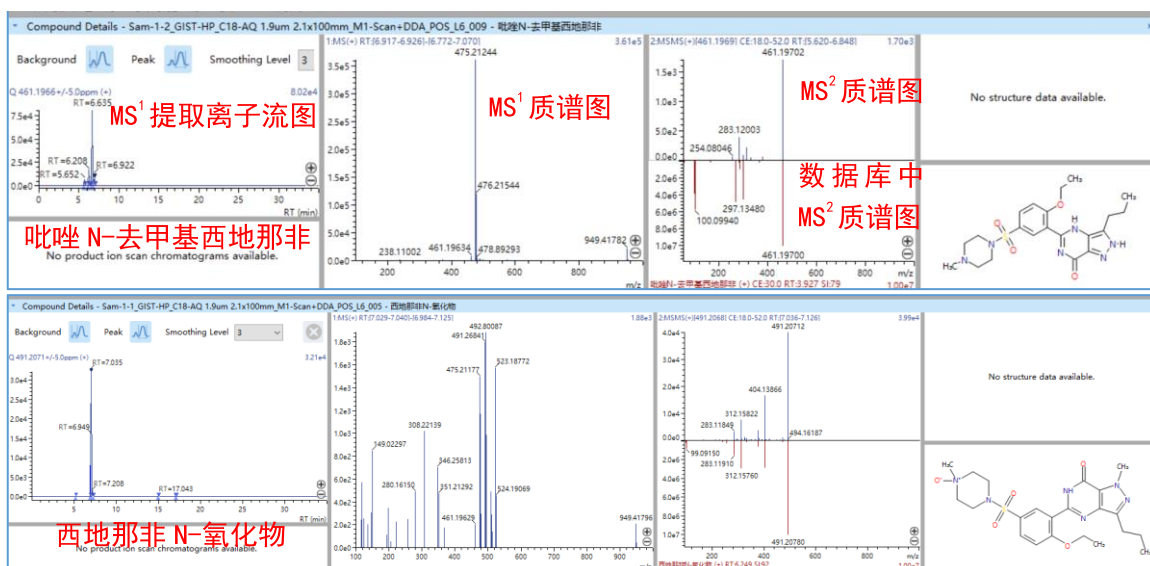


图 5 Insight Explore 软件截图

2.5 样品结果

利用上述方式进行批量搜库，7 个样品的结果汇总如下表所示。



表 2 13 种化合物在 7 个样品中的检出结果 (面积值)

序号	化合物名称	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7
1	西地那非	2769373	2714488	2717451	3384771	8664063	8483894	19569747
2	他达拉非	1921641	1767011	2562125	1450922	N.D.	N.D.	1392645
3	脱硫伐地那非	13431	12999	31523	ND	789323	765683	15615
4	N- 去乙基伐地那非	189833	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
5	N- 去甲基西地那非	515718	438505	364713	355004	N.D.	N.D.	417011
6	吡唑 N- 去甲基西地那非	63472	58470	54230	98954	1417040	1342914	76381
7	异丁基西地那非	84509	77690	152554	116668	2711682	2596266	96092
8	西地那非 N- 氧化物	3089885	2948318	2977523	2316950	54638	77938	2534576
9	双去碳西地那非	25523	23882	25478	95905	219525	227367	26553
10	对乙酰氨基酚	N.D.	N.D.	N.D.	73844	N.D.	N.D.	N.D.
11	羟基豪莫西地那非	N.D.	N.D.	N.D.	19930	N.D.	N.D.	N.D.
12	去甲基哌嗪基西地那非磺酸	N.D.	N.D.	N.D.	14699	50303	49254	N.D.
13	氨基西地那非	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	15201	15492	N.D.

注：“N.D.”表示未检出。

■ 结论

本文利用岛津公司 LCMS-9050 超高效液相色谱四极杆飞行时间质谱联用仪，结合《保健品非法添加二级质谱库》快速对 7 个保健品样品中非法添加物进行筛查。结果显示：7 个保健品样本中定性出 13 种非法添加物，所有定性出的化合物的二级碎片与质谱库匹配良好。通过 7 个保健品样本的测试验证，该方案可以实现一针进样，快速完成目标物的定性筛查，判定保健品中可能的非法添加物，具有一定的实际应用价值，供相关人员参考。

岛津应用云

