

GCMS 法测定减肥食品中 4 种禁用药物成分

GCMS-420

摘要： 本文使用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了减肥食品中西布曲明等 4 种禁用药物成分含量的检测方法。样品用甲醇超声萃取，经滤膜过滤后，使用 GCMS 进行检测。各目标组分方法线性、重复性、回收率良好。在 0.2~5.0 mg/L 浓度范围内，线性相关系数在 0.997 以上。取浓度为 0.2 mg/L 的标准溶液，连续进样 6 次，峰面积的相对标准偏差均小于 4%。在 20 mg/kg 加标水平下，回收率在 102~115% 之间。本方法操作简单，可为减肥食品中禁用药物成分的测定提供参考。

关键词： 气相色谱质谱联用法 减肥食品 禁用药物

爱美之心，人皆有之，以瘦为美已成为这个时代的主流审美观。很多人都希望通过吃一些减肥食品实现快速瘦身、改善体型。不法商家利用这种心理，通过向食品中加入西布曲明等禁用药物成分，生产、销售所谓的减肥食品，对消费者的身体健康造成了很大的威胁。

食品中的减肥成分主要有食品抑制剂、吸收抑制剂和代谢促进剂三类。其中问题最多的是食品抑制剂。食品抑制剂也称作食欲抑制剂，包括苯丙胺、马吲哚等拟儿茶酚胺类递质药物以及西布曲明、芬氟拉明等拟 5-羟色胺神经递质类药物。食用含有禁用药物成分的减肥食品可能会导致人失眠，易怒，易疲劳，胃肠

功能紊乱，血压异常，也可能会引发肝肾脏疾病甚至癌症等。

目前减肥食品中禁用药物成分的测试方法有很多，包括分光光度法、毛细管电泳法等筛选方法，以及气液相、气液相色谱质谱联用法等定量方法。相较其它测试方法，气液相色谱质谱联用法定性定量准确，抗干扰能力强。

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立减肥食品中 4 种禁用药物成分的检测方法，方法操作简单，重复性好，可用于测定减肥食品中西布曲明等 4 种化合物的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：100°C (1 min)_15°C /min_250°C _25°C /min_300°C (4 min)

进样口温度：320°C

进样方式：分流进样 (5:1)

离子化方式：EI

离子源温度：230°C

载气控制方式：恒线速度，41.1 cm/sec

接口温度：320°C

检测器电压：调谐电压 +0.2 kV

采集模式：Scan&SIM，具体参数见表 1。

■ 样品前处理

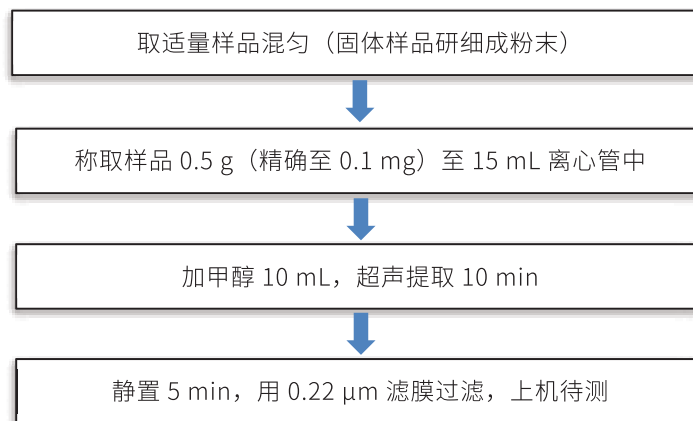


图 1 样品前处理流程图

■ 结果讨论

3.1 标准品图谱

4 种禁用药物混合标准溶液色谱图见图 2, 质量色谱图见图 3 (西布曲明、芬氟拉明和去氢表雄酮浓度均为 0.2 mg/L, 氟西汀为 1.0 mg/L)。相关化合物信息见表 1。

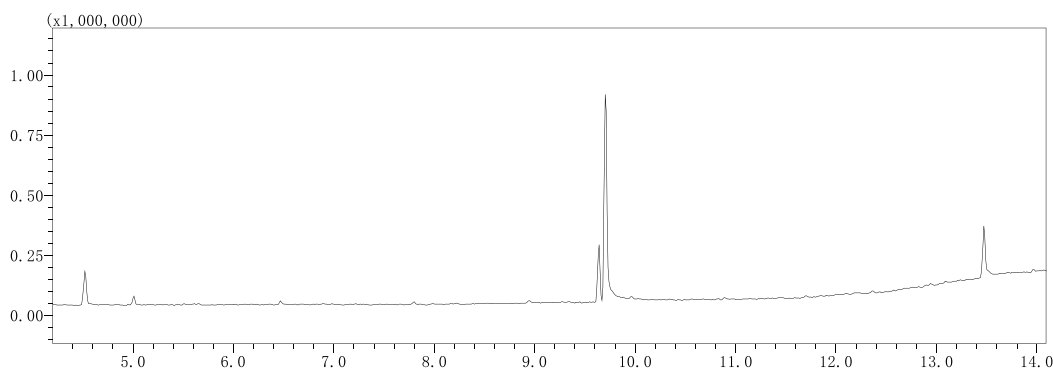
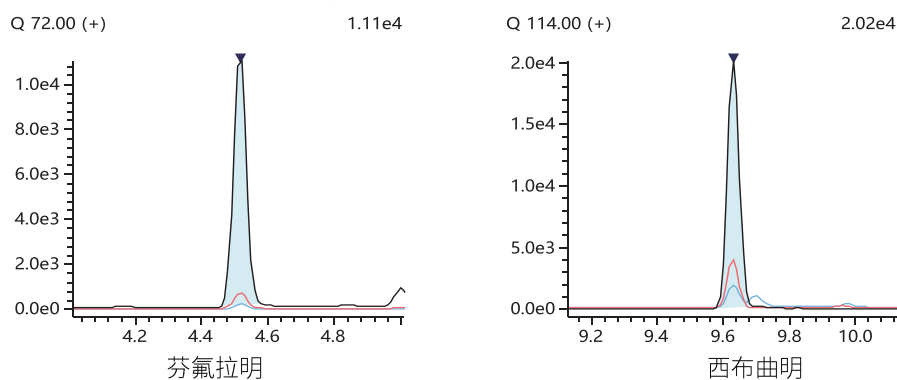


图 2 4 种禁用药物标准溶液色谱图



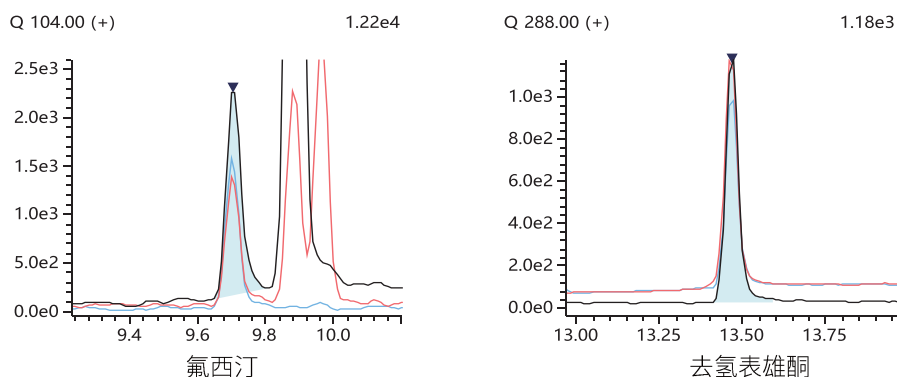


图3 4种禁用药物成分质量色谱图

表1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	芬氟拉明	Fenfluramine	458-24-2	4.154	72	159、216
2	西布曲明	Sibutramine	106650-56-0	9.631	114	72、115
3	氟西汀	Fluoxetine	54910-89-3	9.706	104	148、309
4	去氢表雄酮	Prasterone	53-43-0	13.467	288	255、270

3.2 标准曲线和检出限

用甲醇为溶剂，配制浓度为0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 mg/L的标准曲线溶液（氟西汀为1、2.5、5.0、10和25 mg/L），考察各化合物校准曲线回归方程的相关系数。根据0.2 mg/L（氟西汀为1 mg/L）标准溶液谱图，并以3倍信噪比计算仪器检测限。各化合物标准曲线见图4，线性相关系数和仪器检出限见表2。

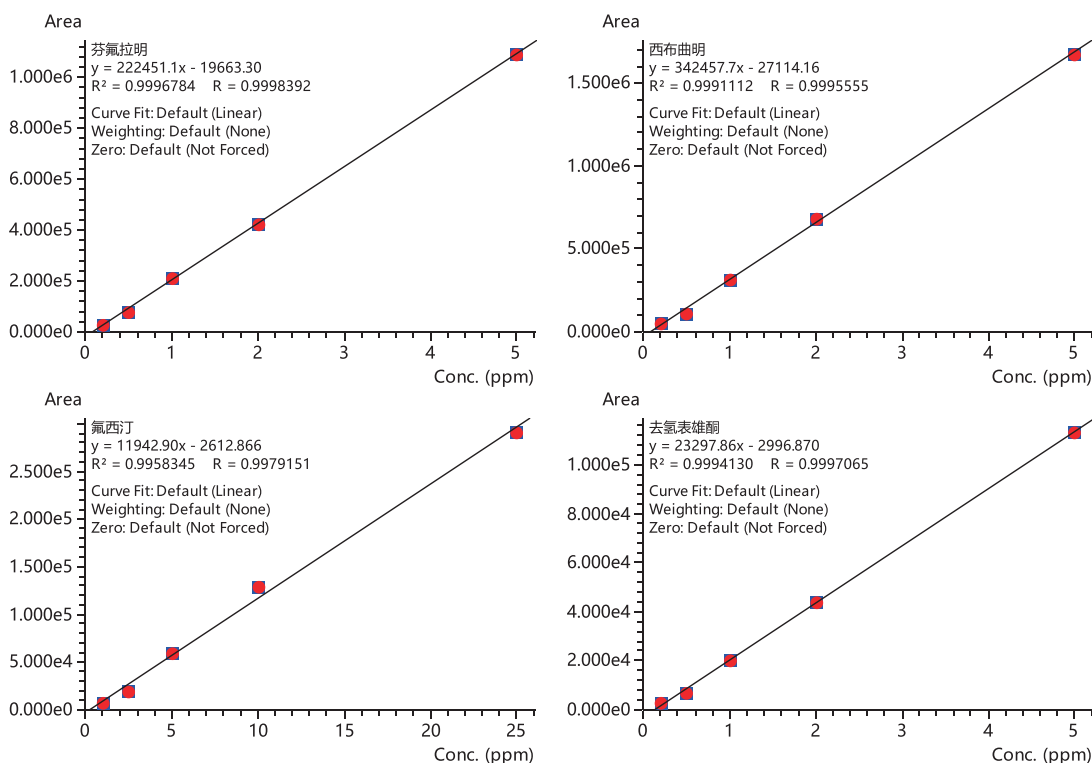


图4 4种禁用药物组分标准曲线

表 2 4 种禁用药物组分标准曲线信息和仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数	仪器检出限 (mg/L)
1	芬氟拉明	0.9998	0.003
2	西布曲明	0.9995	0.001
3	氟西汀	0.997	0.094
4	去氢表雄酮	0.9997	0.003

3.3 重复性测试

取浓度为 0.2 mg/L 的标准溶液（氟西汀 1.0 mg/L），重复进样 6 次，考察仪器的重复性。重复性结果见表 3。

表 3 重复性结果

No.	化合物名称	峰面积						峰面积 RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	芬氟拉明	31096	30264	30253	29437	29479	30208	2.0
2	西布曲明	49753	48391	48576	48310	48270	49622	1.4
3	氟西汀	6750	7103	7114	6961	7432	7318	3.4
4	去氢表雄酮	2796	2818	2839	2734	2767	2907	2.1

3.4 回收率测试

取空白样品进行加标回收实验，按图 1 进行前处理，做 3 个平行样。回收率结果见表 4。

表 4 回收率结果

No.	化合物名称	加标量 (mg/kg)	加标样测得值 (μg/kg)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	芬氟拉明	20	22.77	23.27	22.42	114.1
2	西布曲明	20	23.14	22.68	22.05	113.1
3	氟西汀	100	102.47	104.91	100.62	102.7
4	去氢表雄酮	20	22.85	22.95	22.02	113.0

3.5 样品测定

称取某品牌的减肥饮品 0.5 g，按照图 1 前处理步骤处理并测定。样品中未检出目标物，色谱图见图 5。

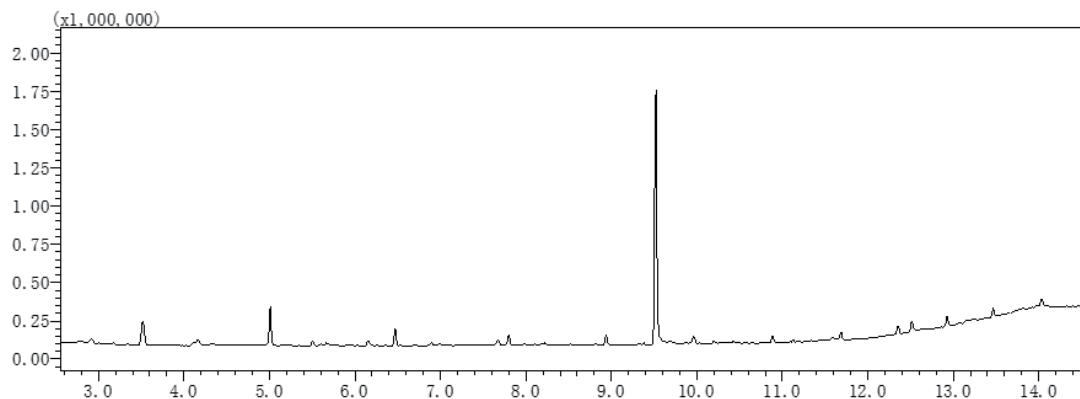


图 5 测试样品色谱图

■ 结论

采用岛津公司气质联用仪 GCMS-QP2020 NX 建立了减肥食品中西布曲明等 4 种禁用药物成分的检测方法。各目标组分方法线性、重复性、回收率良好。在 0.2~5.0 mg/L 浓度范围内，线性相关系数在 0.997 以上。取浓度为 0.2 mg/L 的标准溶液，连续进样 6 次，峰面积的相对标准偏差均小于 4%。在 20 mg/kg 加标水平下，回收率在 102~115% 之间。本方法操作简单，可为减肥食品中禁用药物成分的测定提供参考。

岛津应用云

