

# LC-MS/MS 法检测保健食品中 109 种非法添加药物

## LCMSMS-975

**摘要：** 本文利用 LCMS-8060NX 超高效液相色谱三重四极杆质谱系统，建立了保健食品中 109 种非法添加药物检测方法。样品经甲醇超声提取，提取液过滤后直接进样分析。经线性、重复性及准确度方法学评价，结果显示该方法线性关系良好，相关系数  $r > 0.997$ ，加标样品的重复性 ( $n=3$ ) 相对标准偏差 RSD 小于 5%，加标回收率在 81.38% ~ 108.31% 之间，准确度良好。

**关键词：** 三重四极杆液质联用仪 保健食品 非法添加药物

### 技术特点：

- ❖ 超声提取样品，操作简单，耗时短，易于高通量检测。
- ❖ 方法稳定可靠，外标法即可快速实现 109 种药物的准确定性定量。

当今社会，生活节奏的加快给人们带来了许多亚健康健康问题，因此保健食品的需求日益增加。不法分子通常会把可产生与处方药具有类似作用的违法添加物加入到保健食品中，增强保健品的功效，以此蒙骗消费者，牟取暴利。因保健食品出现的安全问题日渐增多，建立保健食品中非法添加物的快速检测方法非常必要。

目前传统的检测方法比较常用的方法有液相色谱质谱法、胶体金免疫法、拉曼光谱法等。本文应用液相色谱串联质谱仪，建立 109 种非法添加药物的快速定性定量筛查方法，该方法有利于提高日常筛查分析通量，增进风险监测效能，对提升保健食品质量安全控制，具有重要的应用价值。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津三重四极杆液质联用仪 LCMS-8060NX，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-40A	脱气机：	DGU-40S
输液泵：	LC-40D XS×2	柱温箱：	CTO-40C
自动进样器：	SIL-40C XS	质谱仪：	LCMS-8060NX
色谱工作站：	Labsolutions Ver. 5.124		

### 1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：	Shim-pack GIST HP (100 mm x 2.1 mm I.D., 2 $\mu$ m, 岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 227-30001-04)		
流动相：	A-0.1% 甲酸 2mM 乙酸铵水溶液; B- 乙腈		
进样体积：	2 $\mu$ L		
流速：	0.3 mL/min	柱温：	40°C
洗脱方式：	梯度洗脱，B 相起始浓度为 10%，时间程序如表 1 所示。		

表 1 梯度洗脱时间程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
2.0	泵	B Conc	10
2.1	泵	B Conc	35
4.0	泵	B Conc	35
4.1	泵	B Conc	40
6.5	泵	B Conc	40
7.0	泵	B Conc	80
9.0	泵	B Conc	80
9.1	泵	B Conc	90
13.0	控制器	STOP	

## 质谱条件

离子化模式：	ESI±	雾化气流速：	3.0 L/min
接口温度：	300°C	干燥气流速：	3.0 L/min
D L 温度：	150°C	加热气流速：	15.0 L/min
加热模块温度：	400°C	碰撞气：	氦气
扫描模式：	多反应监测 (MRM)	喷针位置：	+1.5 mm
MRM 参数：	见表 2		

表 2 化合物信息及 MRM 参数

ID	化合物名	CAS 号	保留时间 (min)	离子化模式	MRM 离子对	Q1 Pre Bias (V)	CE (V)	Q3 Pre Bias (V)
1	盐酸二甲双胍	657-24-9	0.877	(+)	130.15>71.05*	-10	-22	-15
					130.15>60.10	-24	-14	-26
2	烟酸	59-67-6	1.016	(+)	124.00>80.15*	-24	-22	-17
					124.00>78.10	-10	-22	-16
3	氨甲环酸	701-54-2	1.328	(+)	158.15>95.15*	-12	-17	-20
					158.15>67.10	-11	-27	-30
4	沙丁胺醇	18559-94-9	1.811	(+)	240.15>148.05*	-17	-17	-17
					240.15>166.15	-17	-13	-19
5	阿替洛尔	29122-68-7	1.959	(+)	267.10>145.10*	-19	-24	-30
					267.10>133.10	-19	-27	-29
6	丁二胍	692-13-7	2.057	(+)	158.15>60.15*	-12	-14	-26
					158.15>57.15	-11	-24	-23
7	麻黄碱	299-42-3	3.135	(+)	166.10>148.10*	-12	-14	-17
					166.10>117.10	-12	-20	-24

8	可乐定	4205-90-7	3.640	(+)	230.00>213.00*	-16	-24	-25
					230.00>160.00	-16	-34	-19
9	青藤碱	115-53-7	3.653	(+)	330.10>181.10*	-24	-33	-21
					330.10>239.10	-13	-25	-19
10	苯乙双胍	114-86-3	3.730	(+)	206.15>60.10*	-15	-17	-27
					206.10>105.10	-15	-25	-23
11	卡托普利	62571-86-2	3.844	(+)	218.10>116.10*	-15	-13	-24
					218.10>75.10	-15	-21	-16
12	佐匹克隆	43200-80-2	3.838	(+)	389.00>217.10*	-15	-33	-17
					389.00>345.10	-15	-10	-26
13	哌唑嗪	19216-56-9	3.949	(+)	384.00>247.15*	-15	-29	-29
					384.00>366.10	-15	-27	-28
14	二氧丙嗪	13754-56-8	4.104	(+)	317.10>86.20*	-12	-23	-18
					317.10>272.10	-12	-20	-21
15	罗格列酮	122320-73-4	4.313	(+)	358.10>135.10*	-14	-25	-29
					358.10>119.10	-14	-48	-25
16	文拉法辛	93413-69-5	4.387	(+)	278.10>58.10*	-11	-21	-25
					278.10>121.10	-11	-27	-25
17	那红地那非	949091-38-7	4.428	(+)	453.05>97.10*	-17	-30	-21
					453.05>113.15	-17	-30	-24
18	氯美扎酮	80-77-3	4.475	(+)	274.10>174.10*	-19	-19	-20
					274.10>159.10	-20	-33	-18
19	褪黑素	73-31-4	4.468	(+)	233.10>174.10*	-17	-14	-20
					233.10>159.10	-17	-25	-19
20	罗通定	2934-97-6	4.536	(+)	356.00>192.15*	-25	-28	-22
					356.00>176.15	-14	-50	-21
21	氯苯那敏	132-22-9	4.620	(+)	275.10>230.05*	-20	-16	-27
					275.10>167.10	-20	-37	-19
22	红地那非	831217-01-7	4.616	(+)	467.20>297.10*	-18	-41	-23
					467.10>341.10	-17	-33	-26
23	芬氟拉明	458-24-2	4.742	(+)	232.00>159.10*	-17	-22	-18
					232.00>187.10	-17	-13	-22
24	伐地那非	224785-90-4	4.807	(+)	489.00>151.10*	-19	-46	-18
					489.00>312.10	-19	-39	-24
25	羟基豪莫西地那非	139755-85-4	5.054	(+)	505.15>99.10*	-20	-38	-21
					505.15>129.20	-20	-28	-26

26	西地那非	139755-83-2	5.190	(+)	475.00>283.10*	-18	-41	-22
					475.00>100.10	-18	-28	-21
27	豪莫西地那非	642928-07-2	5.445	(+)	489.00>72.10*	-19	-55	-15
					489.00>113.15	-19	-31	-23
28	氯氮卓	58-25-3	5.561	(+)	299.90>227.00*	-22	-25	-26
					299.90>241.10	-12	-16	-19
29	咪达唑仑	59467-70-8	5.660	(+)	326.00>291.10*	-13	-27	-22
					326.00>249.10	-13	-37	-28
30	扎来普隆	151319-34-5	6.134	(+)	306.05>236.15*	-12	-26	-27
					306.05>264.05	-12	-21	-30
31	氨基他达拉非	385769-84-6	6.161	(+)	391.10>204.20*	-12	-55	-24
					391.10>262.10	-15	-29	-20
32	氯氮地平	88150-42-9	6.191	(+)	409.10>238.10*	-29	-14	-28
					409.10>206.10	-29	-27	-24
33	吡格列酮	111025-46-8	6.381	(+)	357.00>134.20*	-25	-28	-28
					357.00>119.10	-14	-44	-24
34	奥沙西洋	604-75-1	6.487	(+)	287.00>241.10*	-11	-21	-29
					287.00>163.00	-21	-37	-18
35	艾司唑仑	29975-16-4	6.519	(+)	295.00>267.05*	-21	-23	-20
					295.00>241.00	-21	-24	-19
36	硝西洋	146-22-5	6.741	(+)	282.10>236.10*	-11	-24	-27
					282.00>207.10	-11	-34	-23
37	酚酞	77-09-8	6.734	(+)	319.00>225.10*	-12	-19	-26
					319.00>197.10	-23	-31	-23
38	劳拉西洋	846-49-1	6.855	(+)	321.00>275.00*	-23	-21	-21
					321.00>229.10	-12	-31	-27
39	N,N- 双去甲基 西布曲明	84467-54-9	6.924	(+)	252.00>125.00*	-17	-21	-27
					252.00>139.00	-18	-12	-29
40	阿普唑仑	28981-97-7	6.942	(+)	309.00>281.10*	-12	-24	-21
					309.00>274.00	-12	-25	-21
41	氯硝西洋	1622-61-3	7.185	(+)	316.00>270.05*	-12	-24	-21
					316.00>241.05	-12	-36	-28
42	三唑仑	28911-01-5	7.220	(+)	343.00>308.00*	-13	-26	-23
					343.00>239.00	-13	-41	-27
43	N- 单去甲基 西布曲明	168835-59-4	7.343	(+)	266.10>125.10*	-10	-23	-26
					266.10>139.10	-10	-13	-29

44	他达拉非	171596-29-5	7.460	(+)	390.00>135.00*	-15	-20	-27
					390.00>204.05	-15	-54	-24
45	格列吡嗪	29094-61-9	7.780	(+)	446.00>103.00*	-17	-37	-22
					446.00>167.10	-17	-29	-19
46	利血平	50-55-5	7.802	(+)	609.00>195.10*	-24	-38	-23
					609.00>174.20	-24	-42	-20
47	西布曲明	106650-56-0	7.821	(+)	280.10>125.00*	-11	-22	-26
					280.00>139.00	-11	-15	-16
48	甲苯磺丁脲	64-77-7	7.889	(+)	271.10>91.10*	-19	-32	-20
					271.10>65.10	-19	-55	-27
49	硫代艾地那非	856190-47-1	8.034	(+)	505.00>99.10*	-20	-36	-20
					505.00>113.20	-20	-29	-24
50	硝苯地平	21829-25-4	8.120	(+)	347.10>239.10*	-25	-15	-29
					347.10>223.00	-13	-32	-26
51	格列齐特	21187-98-4	8.199	(+)	324.10>127.20*	-23	-19	-29
					324.10>153.10	-23	-23	-30
52	醋氯芬酸	89796-99-6	8.199	(+)	355.00>215.00*	-25	-35	-24
					355.00>216.00	-25	-23	-24
53	地西洋	439-14-5	8.280	(+)	285.00>193.10*	-11	-30	-23
					285.00>222.10	-11	-26	-25
54	格列波脲	26944-48-9	8.291	(+)	367.10>170.20*	-14	-17	-19
					367.10>152.00	-14	-19	-18
55	格列苯脲	10238-21-8	8.401	(+)	494.10>369.00*	-25	-14	-20
					494.10>169.10	-15	-34	-21
56	伪伐地那非	224788-34-5	8.444	(+)	460.00>151.15*	-18	-40	-30
					460.00>312.05	-17	-36	-24
57	尼群地平	39562-70-4	8.481	(+)	361.05>329.10*	-14	-13	-25
					361.05>315.05	-14	-12	-24
58	格列美脲	93479-97-1	8.491	(+)	491.10>352.20*	-18	-14	-28
					491.10>126.20	-18	-27	-24
59	尼莫地平	66085-59-4	8.583	(+)	419.10>343.15*	-16	-13	-26
					419.10>301.05	-16	-26	-22
60	洛伐他丁羟酸钠盐	75225-50-2	8.591	(+)	445.10>343.20*	-17	-22	-19
					445.10>173.10	-17	-35	-20
61	尼索地平	63675-72-9	8.724	(+)	389.00>315.00*	-28	-10	-25
					389.00>195.10	-28	-41	-22

62	格列喹酮	33342-05-1	8.750	( + )	528.00>403.15*	-38	-13	-30
					528.00>386.10	-20	-21	-29
63	那莫西地那非	371959-09-0	8.834	( + )	460.00>283.20*	-18	-36	-22
					460.00>299.20	-18	-37	-23
64	美伐他汀	73573-88-3	8.872	( + )	391.10>185.20*	-15	-14	-22
					391.10>159.20	-28	-26	-30
65	非洛地平	72509-76-3	8.930	( + )	384.00>338.00*	-15	-13	-26
					384.00>352.05	-27	-13	-27
66	洛伐他汀	75330-75-5	9.153	( + )	405.00>199.20*	-16	-19	-15
					405.00>285.20	-29	-11	-22
67	瑞格列奈	135062-02-1	9.167	( + )	453.10>230.20*	-17	-29	-27
					453.10>174.20	-17	-42	-21
68	辛伐他汀	79902-63-9	9.536	( + )	419.10>199.25*	-16	-15	-16
					419.10>285.10	-30	-10	-22
69	脱羟基洛伐他汀	109273-98-5	10.272	( + )	387.00>199.20*	-15	-19	-25
					387.00>173.20	-15	-23	-19
70	氢氯噻嗪	58-93-5	3.706	( - )	296.00>269.00*	15	19	28
					296.00>205.10	15	23	19
71	巴比妥	57-44-3	3.846	( - )	183.10>42.05*	22	24	11
					183.10>140.20	21	13	11
72	苯巴比妥	50-06-6	4.833	( - )	231.10>42.00*	12	18	10
					231.10>188.20	12	12	11
73	呋塞米	54-31-9	5.629	( - )	329.10>205.05*	16	23	18
					329.10>285.10	16	15	11
74	异戊巴比妥	57-43-2	6.235	( - )	225.10>182.20*	11	13	17
					225.10>42.10	12	23	14
75	司可巴比妥钠盐	76-73-3	6.835	( - )	237.10>42.05*	12	23	12
					237.10>194.20	12	13	11
76	硫酸奥西那林	5874-97-5	1.277	( + )	212.20>152.10*	-10	-16	-12
					212.20>194.20	-19	-11	-23
77	甲氧酪胺	1216788-76-9	1.493	( + )	168.10>91.10*	-13	-26	-20
					168.10>119.10	-13	-21	-24
78	西马特罗	54239-37-1	2.043	( + )	220.20>143.10*	-18	-21	-28
					220.20>202.10	-18	-10	-16

79	特布他林	23031-25-6	2.287	(+)	226.10>152.10*	-18	-15	-28
					226.10>125.10	-19	-23	-23
80	氯噻嗪	58-94-6	2.417	(-)	293.90>214.00*	21	28	20
					293.90>179.10	20	45	16
81	齐帕特罗	117827-79-9	2.494	(+)	262.20>185.10*	-12	-24	-14
					262.20>202.10	-12	-19	-16
82	西布特罗	54239-39-3	3.293	(+)	234.20>160.10*	-20	-14	-30
					234.20>143.10	-20	-24	-17
83	非诺特罗	13392-18-2	3.738	(+)	304.00>107.00*	-24	-29	-21
					304.00>135.00	-24	-18	-29
84	丙卡特罗	72332-33-3	3.767	(+)	291.10>273.00*	-24	-13	-21
					291.10>231.20	-23	-19	-17
85	利托君	26652-09-5	4.000	(+)	288.00>121.00*	-24	-22	-24
					288.00>150.00	-24	-20	-30
86	曲美他嗪	5011-34-7	4.097	(+)	267.20>181.20*	-22	-15	-14
					267.20>166.10	-22	-25	-13
87	克伦塞罗	157877-79-7	4.602	(+)	319.10>203.00*	-26	-20	-23
					319.10>301.10	-27	-13	-23
88	克伦丙罗	38339-11-6	5.066	(+)	263.10>203.00*	-22	-18	-24
					263.10>245.00	-22	-11	-19
89	氯丙那林	3811-25-4	5.580	(+)	214.10>119.00*	-18	-28	-14
					214.10>154.10	-18	-18	-28
90	克伦特罗	129138-58-5	6.001	(+)	277.10>203.00*	-23	-16	-22
					277.10>132.10	-12	-27	-15
91	福莫特罗	73573-87-2	6.291	(+)	345.00>149.00*	-28	-20	-30
					345.00>121.00	-15	-32	-14
92	溴氯布特罗	37153-52-9	6.399	(+)	321.20>247.00*	-15	-18	-19
					321.20>168.10	-29	-16	-30
93	妥布特罗	41570-61-0	6.562	(+)	228.10>118.00*	-19	-29	-23
					228.10>154.00	-19	-16	-12
94	多巴胺	51-61-6	6.562	(+)	154.10>119.20*	-30	-20	-24
					154.10>91.10	-30	-26	-20
95	甲氯噻嗪	135-07-9	6.826	(-)	358.10>322.10*	26	14	14
					358.10>258.00	18	18	10

96	溴布特罗	41937-02-4	6.870	(+)	367.00>292.80*	-16	-18	-16
					367.00>348.90	-30	-13	-28
97	马布特罗	56341-08-3	7.105	(+)	311.00>217.00*	-25	-25	-17
					311.00>237.00	-26	-17	-18
98	克伦潘特	37158-47-7	7.352	(+)	291.10>203.10*	-24	-16	-15
					291.10>168.10	-25	-28	-13
99	班布特罗	81732-65-2	8.130	(+)	368.00>312.10*	-28	-15	-24
					368.00>294.10	-27	-20	-22
100	拉贝特罗	36894-69-6	8.254	(+)	329.30>162.10*	-10	-25	-12
					329.30>207.20	-30	-16	-26
101	克伦异磅特罗	37158-48-8	8.302	(+)	291.10>188.10*	-24	-24	-21
					291.10>273.10	-25	-12	-20
102	马贲特罗	54238-51-6	8.451	(+)	325.10>237.00*	-28	-17	-18
					325.10>217.10	-28	-24	-17
103	苯乙醇胺 A	1346746-81-3	8.919	(+)	345.10>150.10*	-29	-23	-17
					345.10>327.10	-29	-14	-24
104	吲达帕胺	26807-65-8	9.077	(+)	366.10>132.10*	-16	-15	-15
					366.10>91.10	-30	-41	-19
105	氟西汀	54910-89-3	9.078	(+)	310.40>44.00*	-15	-12	-20
					310.40>148.20	-15	-9	-28
106	喷布特罗	36507-48-9	9.515	(+)	292.20>201.10*	-13	-20	-15
					292.20>236.20	-25	-16	-27
107	沙美特罗	89365-50-4	9.557	(+)	416.20>398.10*	-18	-15	-21
					416.20>380.10	-18	-20	-28
108	布美他尼	28395-03-1	10.312	(-)	363.00>80.00*	25	27	10
					363.00>207.00	26	21	21
109	利莫那班	168273-06-1	10.334	(+)	463.10>363.00*	-20	-26	-28
					463.10>298.80	-20	-47	-23

\* 代表定量离子对。

### 1.3 标准品溶液的配制

取 109 种非法添加药物标准品各适量，用甲醇配制成 10 µg/mL 的混合标准品储备液。用初始流动相逐级稀释，配制成 1.0、2.5、5.0、10.0、25.0、50.0、100.0 ng/mL 的混合标准系列工作液。

### 1.4 样品前处理

精密称取样品 1 g，置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇适量，超声提取 15 min，放冷至室温，用甲醇定容，取适量上清液，12000 r/min，离心 5 min，经 0.22 µm 微孔滤膜过滤后，取续滤液进样检测。

样前处理流程见图 1。

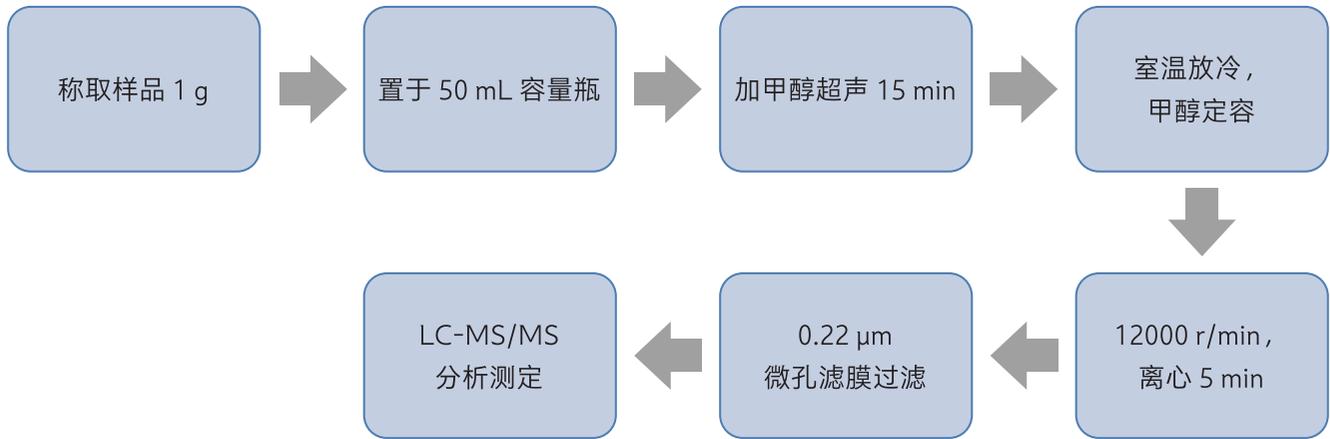


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品溶液的 MRM 色谱图

混合标准系列工作液 (25 ng/mL) 进样检测, 获得如下 109 种非法添加药物标准品的定性定量离子色谱图。

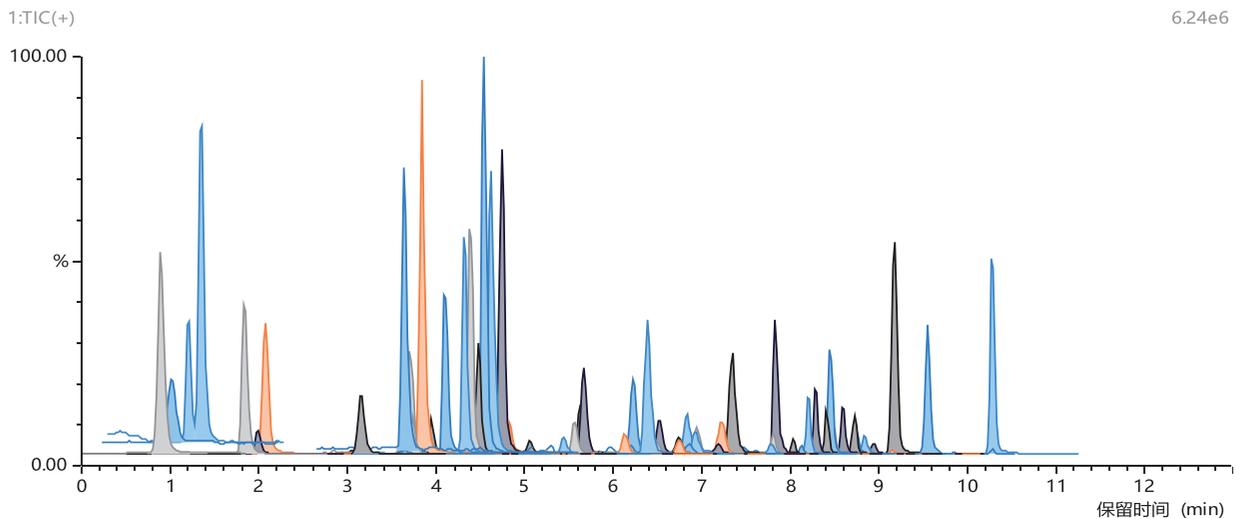
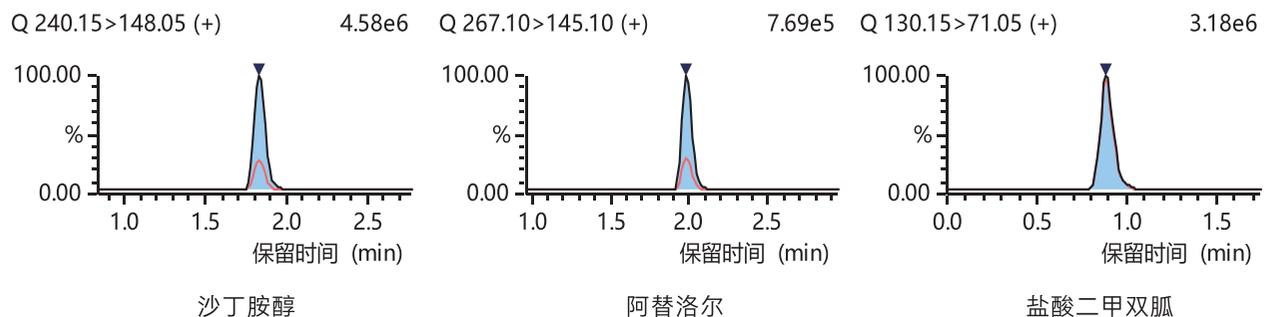
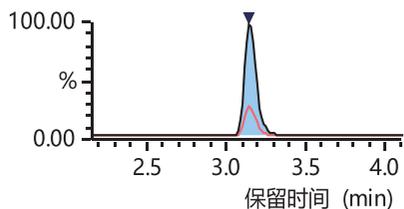


图 2. 总离子流色谱图

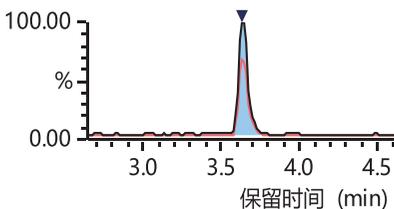


Q 166.10>148.10 (+) 1.84e6



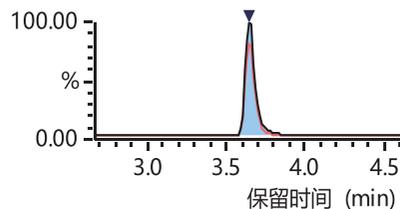
麻黄碱

Q 230.00>213.00 (+) 8.84e4



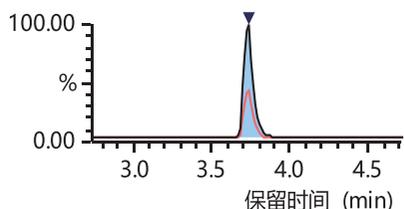
可乐定

Q 330.10>181.10 (+) 9.12e4



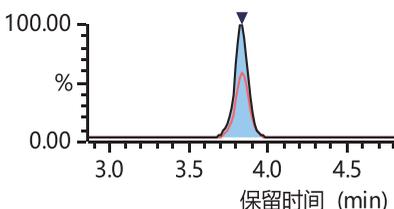
青藤碱

Q 206.15>60.10 (+) 1.10e6



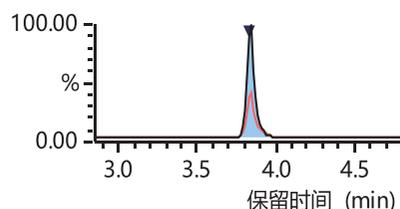
苯乙双胍

Q 218.10>116.10 (+) 1.09e5



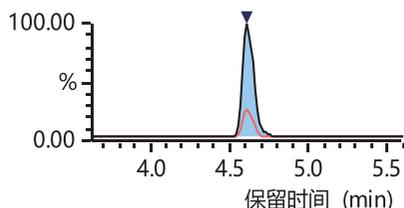
卡托普利

Q 389.00>217.10 (+) 2.31e5



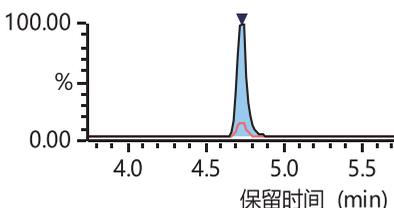
佐匹克隆

Q 467.20>297.10 (+) 3.73e5



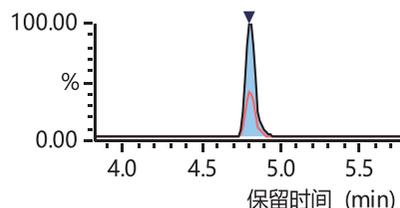
红地那非

Q 232.00>159.10 (+) 9.40e6



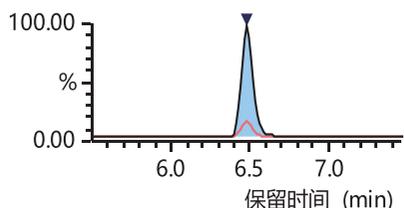
芬氟拉明

Q 489.00>151.10 (+) 9.22e5



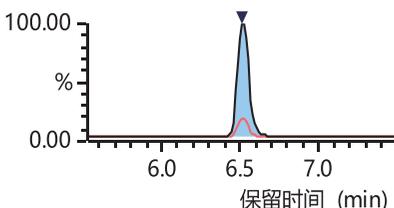
伐地那非

Q 287.00>241.10 (+) 3.99e5



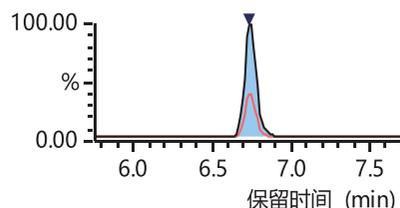
奥沙西洋

Q 295.00>267.05 (+) 1.04e6



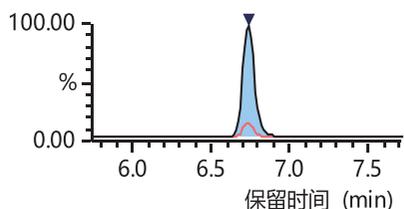
艾司唑仑

Q 282.10>236.10 (+) 4.32e5



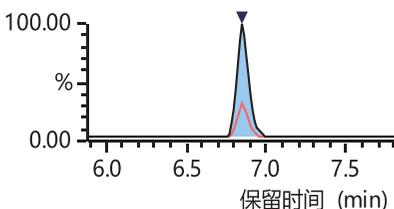
硝西洋

Q 319.00>225.10 (+) 5.06e5



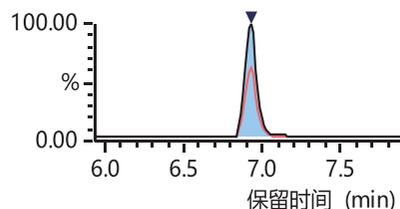
酚酞

Q 321.00>275.00 (+) 3.16e5



劳拉西泮

Q 252.00>125.00 (+) 6.81e5



N,N-双去甲基西布曲明

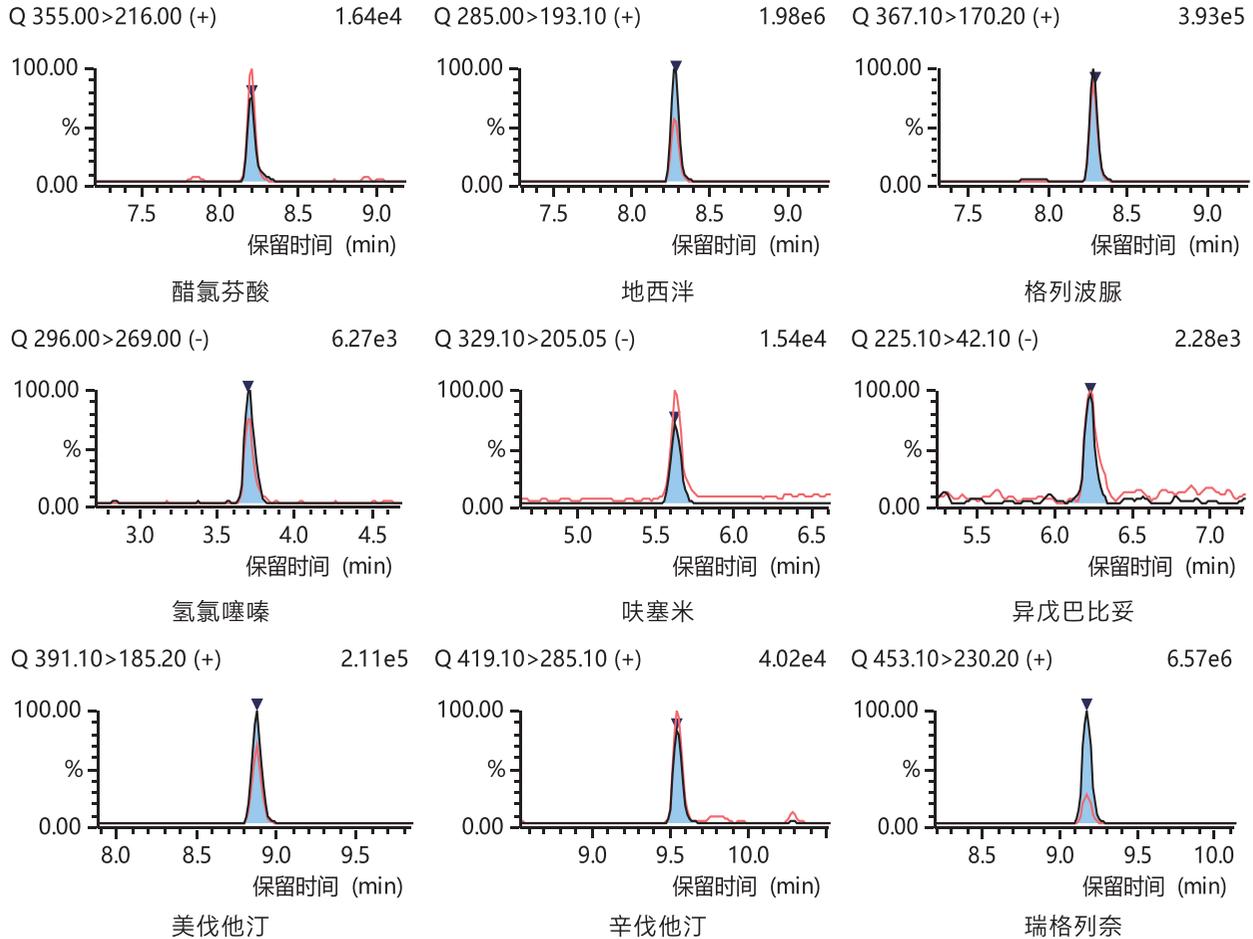
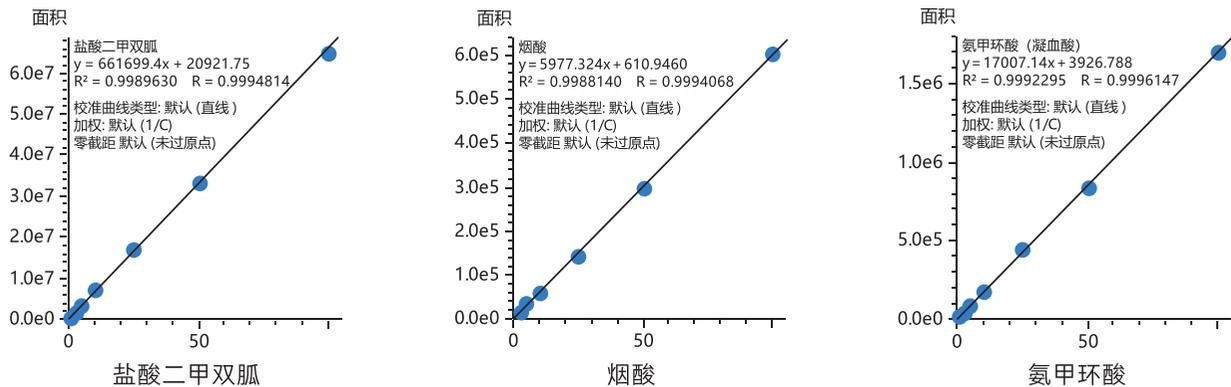


图3 部分药物定量定性离子对色谱图 (蓝色: 定量离子对, 红色: 定性离子对)

## 2.2 检出限与校准曲线

按照 1.2 项下分析条件, 标准系列溶液按照浓度从低到高的顺序依次上机测定, 以待测物的浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制校准曲线, 部分标准曲线如图 4 所示。109 种非法添加药物在校准曲线浓度范围内线性关系良好, 相关系数  $r$  均大于 0.997, 各校准点准确度均在 85% - 115% 之间。以 3 倍信噪比计算检出限, 各化合物检出限及线性相关系数如表 3 所示。



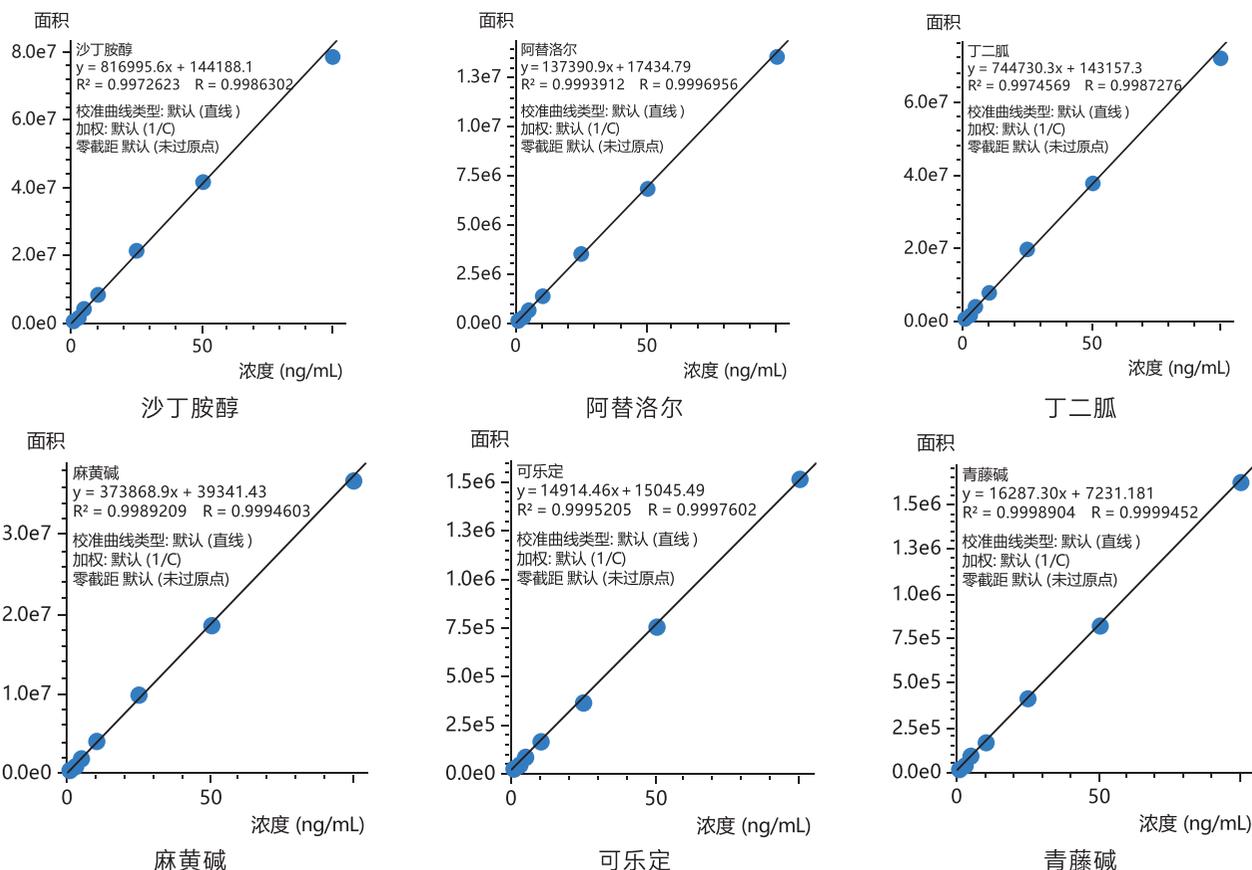


图 4 部分药物校准曲线

表 3 109 种药物线性相关系数及检出限

ID	组分名称	相关系数 (r)	检出限 (ng/mL)	ID	组分名称	相关系数 (r)	检出限 (ng/mL)
1	盐酸二甲双胍	0.9995	0.02	56	伪伐地那非	0.9979	0.10
2	烟酸	0.9994	2.50	57	尼群地平	0.9999	0.50
3	氨甲环酸 (凝血酸)	0.9996	0.50	58	格列美脲	0.9999	0.10
4	沙丁胺醇	0.9992	0.02	59	尼莫地平	0.9995	0.20
5	阿替洛尔	0.9997	0.02	60	洛伐他汀羟酸钠盐	0.9972	5.00
6	丁二胍	0.999	0.02	61	尼索地平	0.9997	0.20
7	麻黄碱	0.9995	0.05	62	格列喹酮	0.9998	0.15
8	可乐定	0.9998	0.50	63	那莫西地那非	0.9976	0.15
9	青藤碱	0.9999	0.50	64	美伐他汀	0.9996	0.25
10	苯乙双胍	0.9998	0.05	65	非洛地平	0.9985	0.80
11	卡托普利	0.9999	0.50	66	洛伐他汀	0.9972	2.50
12	佐匹克隆	0.9997	0.20	67	瑞格列奈	0.9997	0.05

13	哌唑嗪	0.9999	0.25	68	辛伐他汀	0.9999	2.50
14	二氧丙嗪	0.9997	0.38	69	脱羟基洛伐他汀	0.9997	0.30
15	罗格列酮	0.9998	0.25	70	氢氯噻嗪	0.9989	2.50
16	文拉法辛	0.9998	0.20	71	巴比妥	0.9973	8.50
17	那红地那非	0.9995	0.80	72	苯巴比妥	0.9977	8.50
18	氯美扎酮	0.9995	1.00	73	呋塞米	0.9992	0.40
19	褪黑素	0.9998	0.20	74	异戊巴比妥	0.9987	8.50
20	罗通定	0.9997	1.00	75	司可巴比妥钠盐	0.9978	0.50
21	氯苯那敏	0.9996	0.50	76	硫酸奥西那林	0.9988	0.06
22	红地那非	0.9994	0.15	77	甲氧酪胺	0.9994	0.29
23	芬氟拉明	0.9994	0.20	78	西马特罗	0.9998	0.02
24	伐地那非	0.9999	0.20	79	特布他林	0.9997	0.03
25	羟基豪莫西地那非	0.9999	0.30	80	氯噻嗪	0.9992	0.00
26	西地那非	0.9999	0.25	81	齐帕特罗	0.9990	0.05
27	豪莫西地那非	0.9998	0.40	82	西布特罗	0.9999	0.01
28	氯氮卓	0.9998	0.40	83	非诺特罗	0.9996	0.01
29	咪达唑仑	0.9999	0.05	84	丙卡特罗	0.9998	0.06
30	扎来普隆	0.9998	0.10	85	利托君	0.9999	0.02
31	氨基他达拉非	0.9999	0.10	86	曲美他嗪	0.9999	0.00
32	氨氯地平	0.9994	0.50	87	克伦塞罗	0.9997	0.03
33	吡格列酮	0.9999	0.10	88	克伦丙罗	0.9997	0.04
34	奥沙西洋	0.9998	0.20	89	氯丙那林	0.9999	0.03
35	艾司唑仑	0.9998	0.10	90	克伦特罗	0.9999	0.02
36	硝西洋	0.9999	0.25	91	福莫特罗	1.0000	0.02
37	酚酞	0.9999	0.20	92	溴氯布特罗	0.9999	0.02
38	劳拉西洋	0.9997	0.20	93	妥布特罗	0.9999	0.03
39	N,N- 双去甲基西布曲明	0.9997	0.20	94	多巴胺	0.9993	0.46
40	阿普唑仑	0.9998	0.20	95	甲氯噻嗪	0.9998	0.08
41	氯硝西洋	0.9999	0.20	96	溴布特罗	0.9998	0.06
42	三唑仑	0.9998	0.20	97	马布特罗	0.9999	0.02
43	N- 单去甲基西布曲明	0.9999	0.07	98	克伦潘特	1.0000	0.03
44	他达拉非	0.9998	0.30	99	班布特罗	0.9999	0.01
45	格列吡嗪	0.9998	0.30	100	拉贝特罗	0.9999	0.10

46	利血平	0.9996	0.16	101	克伦异磅特罗	0.9998	0.03
47	西布曲明	0.9999	0.08	102	马贲特罗	1.0000	0.03
48	甲苯磺丁脲	0.9987	0.50	103	苯乙醇胺 A	0.9999	1.19
49	硫代艾地那非	0.9989	0.15	104	吲达帕胺	0.9999	0.17
50	硝苯地平	0.998	0.15	105	氟西汀	0.9999	0.02
51	格列齐特	0.9996	0.08	106	喷布特罗	0.9998	0.18
52	醋氯芬酸	0.9987	2.50	107	沙美特罗	0.9998	0.57
53	地西洋	0.9997	0.08	108	布美他尼	0.9995	0.42
54	格列波脲	0.9996	0.40	109	利莫那班	0.9977	0.19
55	格列苯脲	0.9971	0.10				

### 2.3 精密度

取 25 ng/mL 标准品溶液，连续进样 6 次，保留时间的 RSD% 均小于 1%，峰面积的 RSD% 均小于 5%，结果见图 5。

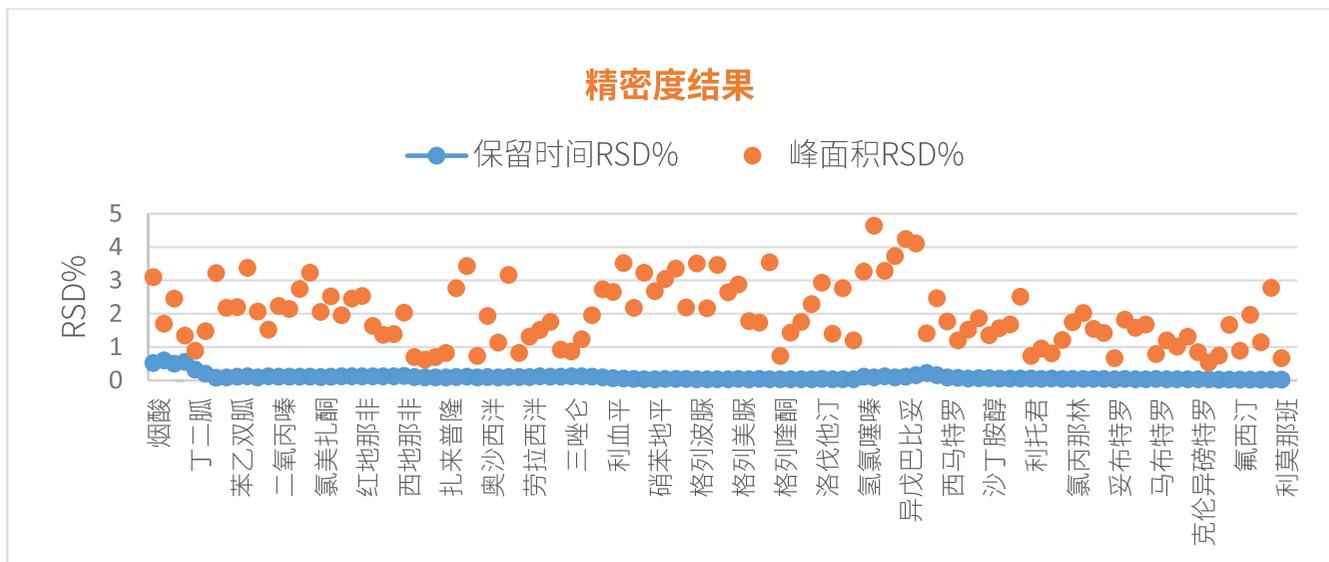


图 5 精密度结果

### 2.4 准确度与样品检测

取某品牌缓解疲劳类口服液，照 1.4 样品处理方法，平行制备 3 份上机浓度为 25 ng/mL 的 109 种非法添加药物加标样品进行测试。平均回收率在 81.38% - 108.31% 之间，重复性 RSD% 小于 10%，其中 12 个化合物回收率在 80% - 90% 之间，分别为：洛伐他汀羟酸钠盐、尼索地平、非洛地平、巴比妥、苯巴比妥、异戊巴比妥、司可巴比妥钠盐、硝苯地平、格列齐特、醋氯芬酸、利莫那班、格列苯脲。详细结果见图 6。

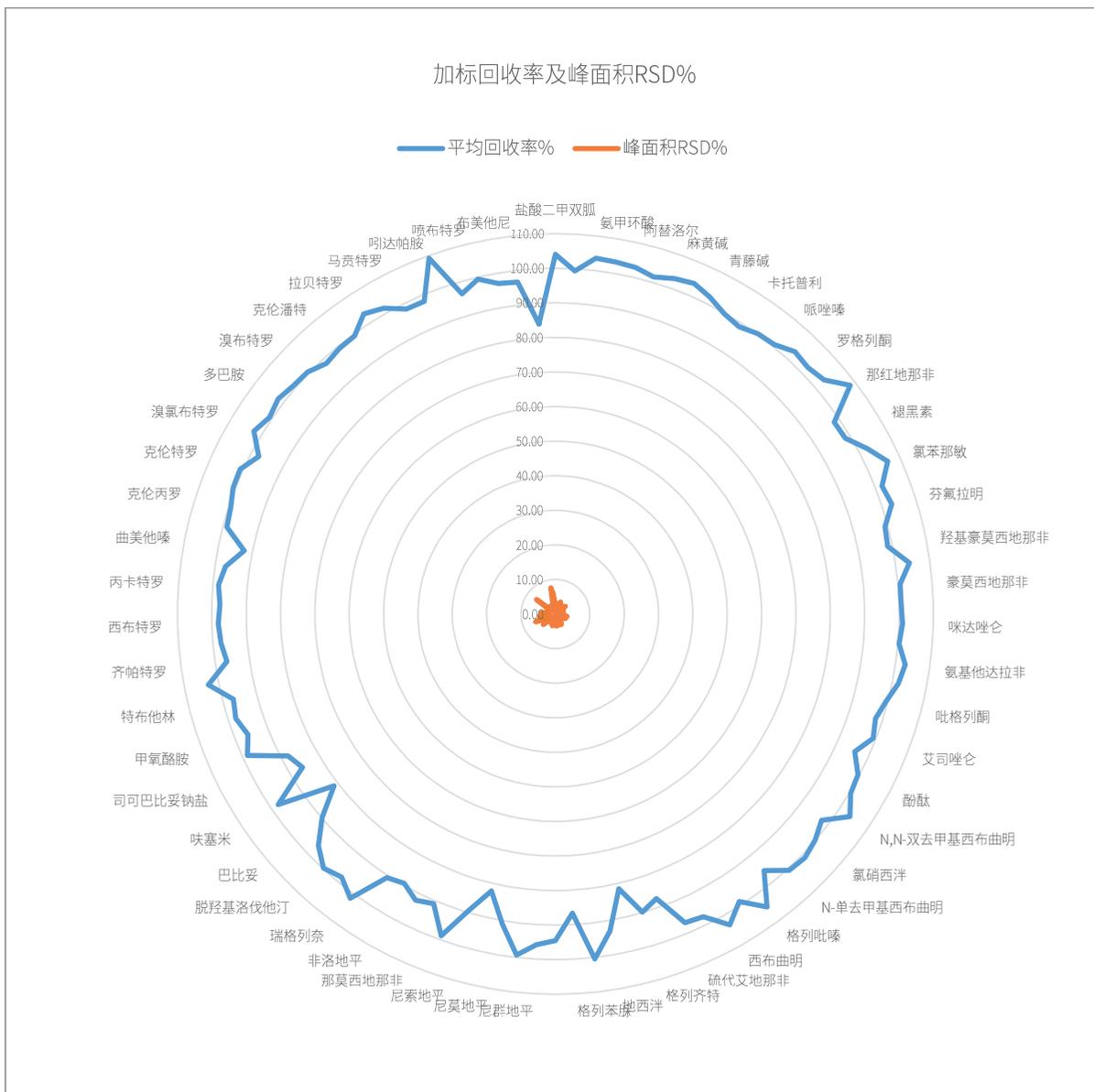


图 6 加标回收率及重复性结果

## ■ 结论

本文利用 LCMS-8060NX 超高效液相色谱三重四极杆质谱系统，建立了保健食品中 109 种非法添加药物的筛查方法。样品经简单处理后即可上机检测，结合高效快速的检测方法，易于实现保健食品的高通量筛查。方法学评价结果显示该方案快速、稳定、可靠，可供相关检测行业人员参考。

岛津应用云

