

# LC-MS/MS 检测清热解毒口服液中三氯蔗糖

## LCMSMS-896

**摘要：**本文建立了使用三重四极杆液质联用仪定量测定清热解毒口服液中三氯蔗糖的方法。三氯蔗糖在 5 µg/L ~1000 µg/L 浓度范围内线性良好，其相关系数  $r$  在 0.999 以上。在高、中、低三个浓度下，化合物的保留时间和峰面积的 RSD% 分别在 0.05%~0.18% 和 0.46%~2.48% 之间，仪器精密度良好。加标量为 0.001~0.005 g/kg 的样品回收率在 83.6% ~ 101.6% 之间。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于清热解毒口服液成方制剂中三氯蔗糖的准确定量检测。

**关键词：**三重四极杆液质联用仪 清热解毒口服液 三氯蔗糖

### 技术特点：

- ❖ 采用 LC-MS/MS 建立了测定清热解毒口服液中三氯蔗糖的方法，该方法前处理简单，分析时间短，线性范围宽，能为该类药品质量监控提供技术参考。
- ❖ 采用 Peakintelligence 积分方式，数据处理操作更简便。

清热解毒口服液为清热剂，由金银花、黄芪、地黄等十二味中药制成，用于热毒壅盛所致的发热面赤、烦躁口渴、咽喉肿痛，流感、上呼吸道感染等，其味微苦。

三氯蔗糖 (Sucralose) 俗称蔗糖素，是唯一以蔗糖为原料的功能性的甜味剂，具有甜度、安全性高，甜味纯正等特点，常用于加工食品中，近年来也将其作为矫味剂用于中药口服液体，改善中药液体制剂的苦涩之味。对于三氯蔗糖作为矫味剂在中药液体制剂中的使用限量在 2020 版药典中还未做相关说明，其限量主要参照 GB2760-2014 中三氯蔗糖在饮料中

的最大使用量为 0.25 g/kg。目前常用的测定三氯蔗糖含量的方法主要有液相色谱法和液相色谱串联质谱法，相比于液相色谱法，液相色谱串联质谱法具有更低的检出限和定量限，例如 GB5009.298-2023 采用液相色谱串联质谱法测定非蒸馏酒类其他食品中三氯蔗糖的检出限为 0.001 g/kg，定量限为 0.003 g/kg。

而在本例中，我们采用三重四极杆液质联用仪建立了定量分析清热解毒口服液中三氯蔗糖的方法。该方法前处理简单、快速、具有更低检出限，能为药品质量监控提供技术参考。

## 实验部分

### 1.1 仪器

采用岛津超高效液相色谱与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。具体配置为：

系统控制器：	SCL-40	自动进样器：	SIL-40C X3
输液泵：	LC-40B X3	质谱仪：	LCMS-8045
柱温箱：	CTO-40C	色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.120

### 1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shim-park GIST C18 (50 mm×2.1 mm I.D, 2.0 µm)  
岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 227-30001-02

流动相：A 相 - 水, B 相 - 甲醇



为误差。为了解决这一问题，在本例中，采用岛津最新推出全球首款型基于“AI”技术的 Peakintelligence 积分算法，与传统数据处理相比，该方式通过加载人工智能和机器学习的数据处理算法可以有效避免异常积分曲线出现的概率，简化数据后处理流程，提高结果的准确性，从而大大减少了后期不必要的人工核对等。

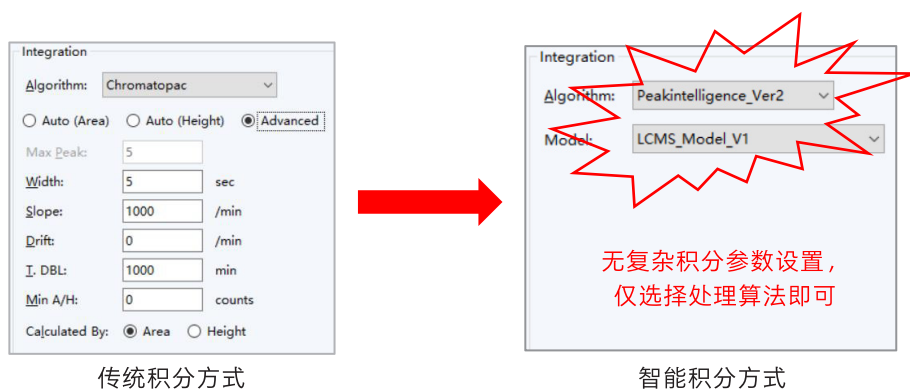


图 1 传统数据处理和 Peakintelligence 积分数据处理参数设置比较

## 2.2 方法专属性

10  $\mu\text{g/L}$  标准溶液的 MRM 色谱图如图 2 所示，色谱峰分离良好，空白样品在目标峰保留时间处未见明显干扰，方法专属性良好。

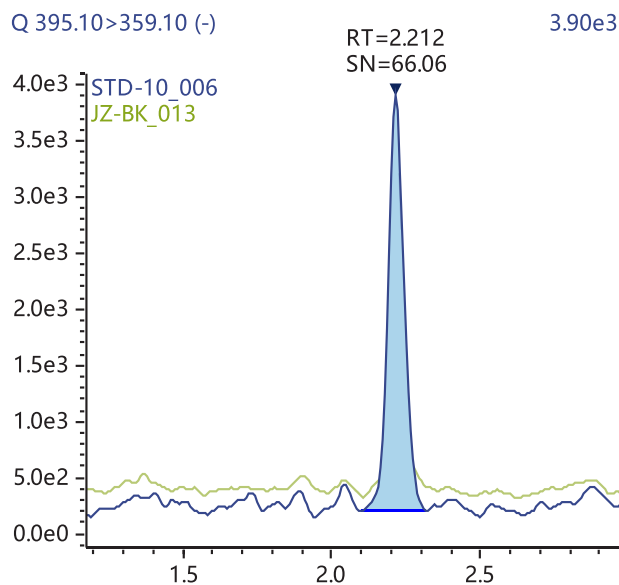


图 2 空白样品和标准溶液的 MRM 色谱图 (10  $\mu\text{g/L}$ )

## 2.3 线性关系考察

按照 1.5 方法配制标准系列溶液，上机分析，以待测物特征离子峰面积为纵坐标，相应的基质匹配标准溶液浓度为横坐标，绘制校准曲线。求回归方程和相关系数。线性方程、相关系数、检出限和定量限见表 3。

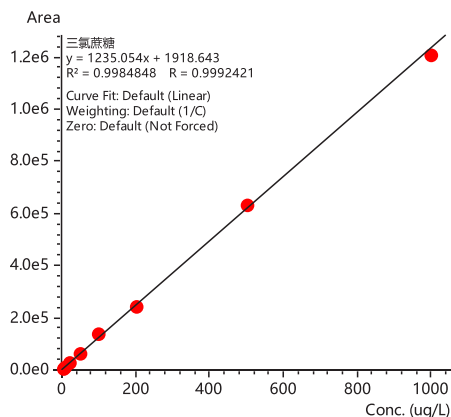


图 3 校准曲线

表 3 校准曲线结果 (加权 1/C)

化合物	校准曲线	相关系数 R	准确度 %	检测限 (µg/L)	定量限 (µg/L)
三氯蔗糖	Y = 1235.054 X + 1918.543	0.9992	86.9~112.5	0.49	1.49

#### 2.4 精密度实验

取 10、100 和 1000 µg/L 标准品溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，结果见表 4。

表 4 精密度结果 (n=6)

化合物	RSD% (10 µg/L)		RSD% (100 µg/L)		RSD% (1000 µg/L)	
	R.T	Area	R.T	Area	R.T	Area
三氯蔗糖	0.18	2.48	0.14	1.84	0.05	0.46

#### 2.5 加标回收率

选择某品牌清热解毒口服液（经测定，该样品不含三氯蔗糖），进行 0.001、0.002、0.005 g/kg 添加量的加标回收试验，每个加标浓度 3 个平行，按照前述前处理方式处理，上机测定，以校准曲线法定量，计算回收率，结果见表 5。

表 5 加标回收率结果 (n=3)

化合物	加标浓度 0.001 g/kg		加标浓度 0.002 g/kg		加标浓度 0.005 g/kg	
	回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%
三氯蔗糖	83.6	1.37	101.6	3.38	100.5	1.25

### ■ 结论

本文建立了一种使用三重四极杆液质联用仪测定清热解毒口服液中三氯蔗糖的方法。该方法前处理简单，线性范围宽、分析时间短、重复性好、准确度高，可为清热解毒口服液中三氯蔗糖的测定提供参考。

岛津应用云

