

LC-MS/MS 分析麦冬注射液原料中多效唑

LCMSMS-729

摘要：本采用岛津三重四极杆液质联用仪，建立了麦冬注射液原料中多效唑的定量方法。麦冬注射液经反相色谱分离，三重四极杆质谱法测定，外标曲线法定量。结果显示该方法在 1.6~5000 pg/mL 范围内，线性良好，相关系数 R 均 >0.999；1.6 pg/mL 多效唑保留时间 RSD 为 0.23%，峰面积 RSD 为 1.78%；多效唑的检出限、定量限分别为 0.22 pg/mL、0.67 pg/mL。该方法分析速度快，灵敏度高，适用于注射液中多效唑含量测定。

关键词：三重四极杆液质联用仪 麦冬 多效唑 植物生长调节剂

技术特点：

- ❖ 根据在研法规趋势，开发了麦冬中多效唑高灵敏度分析方法。
- ❖ 该方法仅需 3.5 min，大大提高了多效唑检测效率。

多效唑，又叫氯丁唑，是三唑类植物生长调节剂，可明显减弱顶端生长优势，促进侧芽（分蘖）滋生，茎粗，植株矮化紧凑，用于农作物抗倒伏、增产增收。多效唑的药效时间长，如使用不当，极易造成土壤农药残留，对后续的农作物产生药害。《GB2763-2021 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》规定，谷物中多效唑最大残留限量 0.5 mg/kg，大豆、水果中最大残留限量 0.05 mg/kg。近年来，随着药材种植规模的增加，越来越多的农药、植物生长调节剂应用于中药栽培，多效唑（paclobutrazol）等植物生长调

节剂，已被广泛用于提高麦冬产量及优化品相，由此带来的多效唑的残留问题，对人群健康造成潜在威胁。中药注射液因给药途径跨过胃肠屏障，极易造成不良反应，除此之外，相比与中药饮片，中药注射液中农药残留造成的风险更大，应引起足够重视。因此，有必要对麦冬注射液中多效唑残留进行分析。

目前，多效唑的检测方法以液相色谱 - 串联质谱法、气相色谱 - 质谱联用法为主。本文建立了麦冬注射液原料中多效唑的液相色谱 - 串联质谱测定方法。该方法快速、准确、灵敏度高，供相关行业参考。

■ 实验部分

1.1 仪器配置

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

| | | | |
|--------|------------|-----------|------------------------|
| 输液泵： | LC-30AD×2 | 系统控制器： | CBM-20A |
| 自动进样器： | SIL-30ACMP | 三重四极杆质谱仪： | LCMS-8050 |
| 柱温箱： | CTO-30A | 色谱工作站： | LabSolutions Ver. 5.99 |

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack GISS C18, 50 mm×2.1 mm I.D., 1.9 μm
P/N: 227-30048-01, 岛津（上海）实验器材有限公司

流动相：A相 -0.1% 甲酸水溶液；B相 - 乙腈

流速：0.3 mL/min

进样量：5 μL

柱温：45°C

洗针模式：水：甲醇（1：1）

洗脱方式：梯度洗脱，B相初始浓度为 30%，时间程序见表 1。

表 1 梯度洗脱时间程序

| Time(min) | Module | Command | Value |
|-----------|------------|--------------|-------|
| 1.70 | Pumps | Pump B Conc. | 100 |
| 2.50 | Pumps | Pump B Conc. | 100 |
| 2.51 | Pumps | Pump B Conc. | 30 |
| 3.50 | Controller | Stop | |

质谱条件

| | | | |
|-----|---------------|--------|---------|
| 质谱仪 | : LCMS-8050 | 脱溶剂管温度 | : 250°C |
| 离子源 | : ESI+ | 加热模块温度 | : 400°C |
| 雾化气 | : 氮气 3 L/min | 接口温度 | : 300°C |
| 干燥气 | : 氮气 10 L/min | 扫描模式 | : MRM |
| 加热气 | : 空气 10 L/min | MRM 参数 | : 见表 2 |

表 2 MRM 参数

| 序号 | 中文名 | 前体离子 (m/z) | 产物离 (m/z) | CE (V) |
|----|-----|------------|-----------|--------|
| 1 | 多效唑 | 294.0 | 70.1* | -22 |
| | | | 125.0 | -39 |

* 定量离子

1.3 样品前处理

麦冬注射液原料, 12000 rpm 离心 10 min, 取上清液, 过 0.22 μm 滤膜, 上机测定。

1.4 标准溶液制备

标准系列工作液的配制: 取多效唑母液适量, 配制成浓度为 1.6、8、40、200、1000、5000 pg/mL 的标准工作曲线, 待上机分析。

■ 结果与讨论

2.1 色谱图

空白溶剂乙腈通道干净, 无干扰, 0.32 pg/mL 多效唑标准溶液注入液质联用仪, 分离良好, 信噪比 S/N=6.27, 如下图所示。

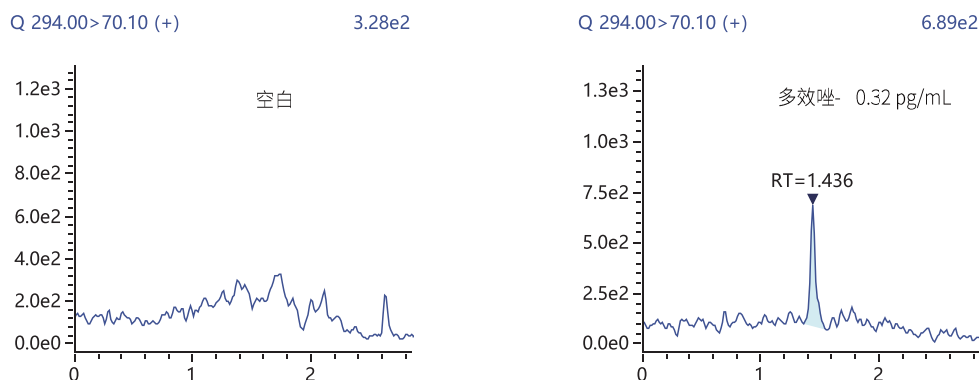


图 1 空白及标准样品色谱图

2.2 线性及灵敏度

按照 1.4 方法配制标准系列溶液，上机分析得出多效唑线性范围和线性关系。结果表明，多效唑在 1.6~5000 pg/mL 范围内，线性良好，相关系数 $R > 0.999$ ，准确度在 96.7% - 102.9% 之间。多效唑校准曲线见图 2。根据信噪比，计算其检出限 ($S/N=3$) 和定量限 ($S/N=10$)，如表 3。

表 3 多效唑校准曲线的线性关系

| 化合物 | 线性方程 | 相关系数 R | 相关系数 R | 检出限 pg/mL | 定量限 pg/mL |
|-----|------------------------------|--------|-------------|-----------|-----------|
| 多效唑 | $Y = (2116.95)X + (1286.78)$ | 0.9998 | 96.7- 102.9 | 0.22 | 0.67 |

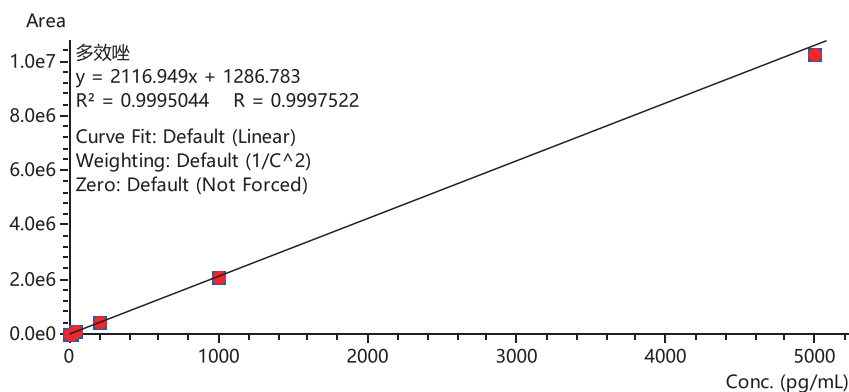


图 2 多效唑校准曲线

2.3 重复性

多效唑标准品溶液 (1.6 pg/mL) 连续分析 9 次，计算保留时间、峰面积的 RSD，结果如图 3 所示，保留时间 RSD = 0.23%，峰面积 RSD = 1.78%，仪器性能良好。

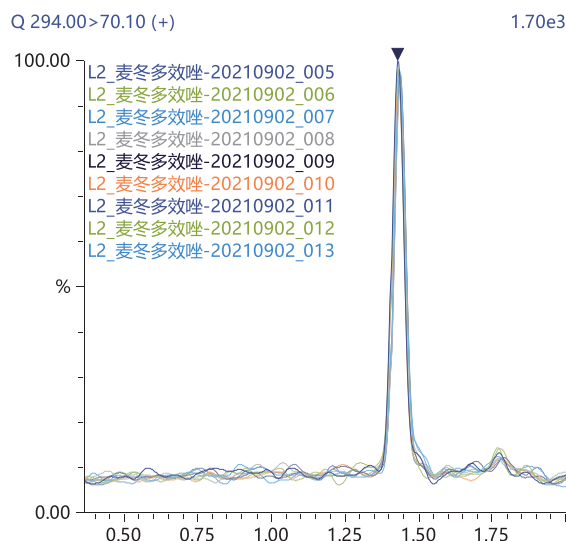


图 3 多效唑重复性

2.4 样品测定

对 16 份麦冬提取液进行分析，其中 2 份有不同程度的检出，如下图所示，样品 1、2 浓度分别为 8.0 pg/mL、144.4 pg/mL。

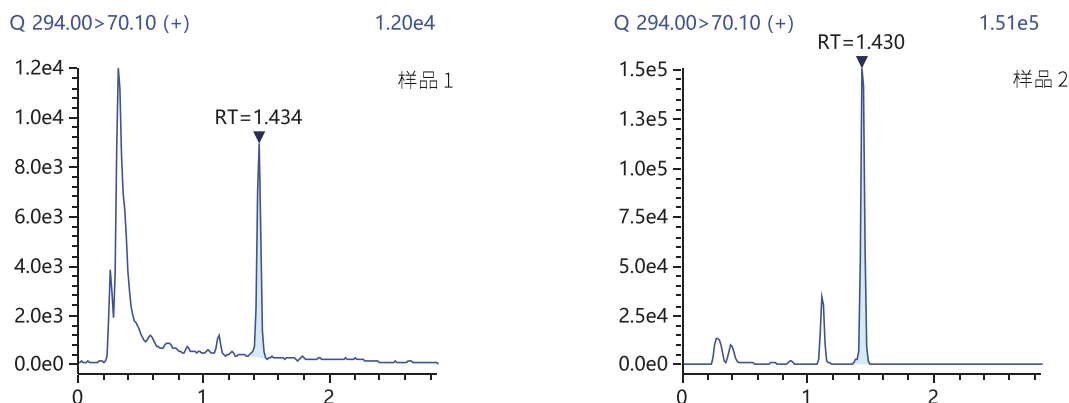


图 4 样品 1 和样品 2 色谱图

■ 结论

本实验使用岛津 LCMS-8050 液质联用系统，建立了麦冬注射液中多效唑残留量的检测方法。实验结果表明，在 1.6~5000 pg/mL 范围内，多效唑线性良好，相关系数 R 均 >0.999；1.6 pg/mL 多效唑保留时间 RSD 为 0.23%，峰面积 RSD 为 1.78%；多效唑的检出限、定量限分别为 0.22 pg/mL、0.67 pg/mL。满足定量要求。

岛津应用云

