

液相色谱-串联质谱法测定普通食品基质中 特征性药材表征成分

邵 曼, 姚 欢, 余晓琴*

(四川省食品药品检验检测院, 成都 610097)

摘 要: 目的 建立液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)同时测定补肾壮阳类食品及保健食品中 9 种补肾壮阳类功能成分的定性、定量的分析方法。**方法** 优化前处理方法, 分离条件和质谱参数。样品经 70% 甲醇超声提取, 提取液经 Agilent ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱 (3.0 mm×150 mm, 1.8 μm) 分离, 流动相为乙腈和水 (含有 5 mmol/L 甲酸铵溶液), 梯度洗脱, 流速为 0.5 mL/min, 以电喷雾离子源正/负 2 种离子多反应监测模式进行 MS/MS 检测。其中补骨脂素、异补骨脂素、蛇床子素以正离子模式进行检测, 淫羊藿苷、马钱苷、仙茅苷、柚皮苷、金丝桃苷、特女贞苷以负离子模式进行检测。**结果** 选用压片糖果和配制酒为基质, 马钱苷和金丝桃苷在 20~4000 ng/mL 范围内、其余 7 种化合物在 2~400 ng/mL 范围内线性关系良好, 相关系数 $r \geq 0.999$ 。金丝桃苷和马钱苷的定量限为 0.5 mg/kg, 其余 7 种化合物的定量限均为 0.05 mg/kg。在 2 种基质中添加不同水平的标准溶液, 加标回收率范围在 67.0%~110.5%, RSD < 10%。日内和日间精密度良好, RSD < 10%。**结论** 该方法能快速筛查食品及保健食品中的非药食同源补肾壮阳成分, 并为监管收集数据和提供技术支撑。

关键词: 液相色谱-串联质谱法; 特征性药材; 表征成分

Determination of the representational components in characteristic medicinal materials to typical food substrate by liquid chromatography-tandem mass spectrometry

SHAO Man, YAO Huan, YU Xiao-Qin*

(Sichuan Provincial Food and Drug Inspection Institute, Chengdu 610097, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method of the simultaneous determination of nine functional components in kidney-tonifying and aphrodisiac food and health food by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). **Methods** The pretreatment methods, separation conditions and mass spectrum parameters were optimized. The samples were ultrasonicated with 70% methanol, and the extracted solution was separated on an Agilent Zorbax Eclipse XDB-C₁₈ column (3.0 mm×150 mm, 1.8 μm). The mobile phase was acetonitrile and water (containing 5 mmol/L ammonium formate solution). The flow rate was 0.5 mL/min. MS/MS detection was performed with positive/negative ion multi-reaction monitoring mode of electrospray ion source. Psoralen, angelicin and osthole were carried out in positive ion mode. The icarilin, loganin, curculigoside, hyperoside, specnuezhenide and naringin

*通信作者: 余晓琴, 高级工程师, 主要研究方向为食品卫生检验。E-mail: 113343838@qq.com

*Corresponding author: YU Xiao-Qin, Senior Engineer, 8 Xinwen Road, Gaoxin West District, Chengdu 610097, China. E-mail: 113343838@qq.com

were carried out in negative ion mode. **Results** The pressed candy and prepared winewas chosen as matrix, the linear range of maganin and hyperoside was 20–4000 ng/mL and the range of the other seven compounds was 2–400 ng/mL, with the correlation coefficients $r \geq 0.999$. The limits of quantification were 0.5 mg/kg of loganin and hyperoside, and the limits of quantification were 0.05mg/kg of the other seven compounds. The average recoveries were 67.0%–110.5% when different levels of standard solution were added to the two substrates, and the relative standard deviations (RSDs) were under 10%. The intra-day and intra-day precision were good, $RSD < 10\%$. **Conclusion** The method can quickly screen the non-drug food homologous kidney-tonifying and aphrodisiac ingredients in food and health food, and collect data and provide technical support for supervision.

KEY WORDS: liquid chromatography-tandem mass spectrometry; characteristic medicinal materials; representational components

0 引 言

药食同源是中药和食物的来源相同的一种物质,其中大部分既有治病的作用,同样也能当作食物,即为药食两用。有报道指出^[1],在食品工业发展、新型销售业态兴起、食品供应链日益复杂以及流行消费模式越趋简便快捷的环境下,因利益驱使、食品安全认知不够、风险管理意识差等因素,新型非法添加行为仍然层出不穷,随着网购平台、微商等新的消费平台的兴起,普通食品的非法添加问题愈来愈突出,代用茶、压片糖果、酵素类产品、蛋白粉、代餐粉、饮料、咖啡、饼干以及果冻等消费较为时尚和简便的食品也成为了解热镇痛类、壮阳类、减肥类以及激素类等非法添加物的目标载体^[2–3]。近几年,日常监测或监管中,更多关注非法添加化学药物,然而,在新的形势下,非法添加行为更加隐蔽复杂、花样繁多,采取了在普通食品中违规添加非药食同源的药材,以便达到一些宣称效果,如壮阳、减肥等^[4–6]。本研究主要聚焦可能在普通食品和保健品中非法添加滋阴补肾非药食同源的壮阳类药材的现象,梳理《中国药典》中表明有壮阳补肾功效药材以及其特征指标,筛选出淫羊藿苷、金丝桃苷、补骨脂素、异补骨脂素、马钱苷、仙茅苷、特女贞苷、柚皮苷和蛇床子素等特征成分,分别为淫羊藿、菟丝子、补骨脂、山茱萸、仙茅、女贞子、骨碎补和蛇床子等中药材的特征性成分。上述药材均不是药食同源原料,其中淫羊藿、菟丝子、补骨脂、山茱萸、女贞子、骨碎补可作为保健食品原料,但不能作为普通食品原料。根据新食品安全法,若在普通食品中检出中药材的特征性成分,即判为在普通食品中添加了非药食同源类药材。

2020年5月,国家市场监督管理总局发布了关于开展固体饮料、压片、糖果、代用茶等食品专项整治的通知,加大对食品中非法添加非药食同源的药材的监督检查,但是由于目前缺少标准依据,导致检测和监管部门监管困难,难以执法。因此建立食品和保健食品中测定非药食同源药材中

补肾壮阳类功能成分(淫羊藿苷(icariin), 金丝桃苷(hyperoside), 补骨脂素(psoralen), 异补骨脂素(angelicin), 马钱苷(loganin), 仙茅苷(curculigoside), 特女贞苷(specnuezhenide), 柚皮苷(naringin), 蛇床子素(osthole))的分析方法尤为重要。

文献报道^[7–8]及《中国药典》^[9]测定上述淫羊藿苷等化合物的方法多为高效液相色谱法,并且多为单组分测定,通过保留时间定性,在基质复杂的情况下难以有效的定性及定量补肾壮阳类功能成分。目前还没有针对普通食品中非法添加非药食同源药材补肾阳类功能成分的检测方法,因此需要建立快速、有效、多组分的非药食同源药材中补肾阳类功能成分检测方法,为监管部门提供执法技术支持。液相色谱-串联质谱法因具有高灵敏度和高选择性而成为非法添加化合物定性确证的有效工具^[10–12],本研究针对实际检测中常见补肾壮阳成分,建立液相色谱-串联质谱法同时测定普通食品中淫羊藿苷、金丝桃苷、补骨脂素、异补骨脂素、马钱苷、仙茅苷、特女贞苷、柚皮苷和蛇床子素 9 种非药食同源药材补肾阳类功能成分(基本信息见表 1),为积累数据、摸底监测和打击违法违规行为提供重要技术支撑。

1 材料与方 法

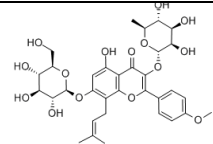
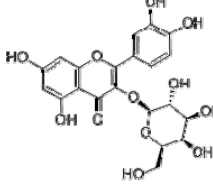
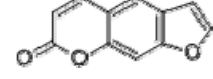
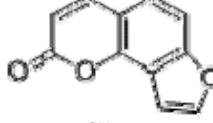
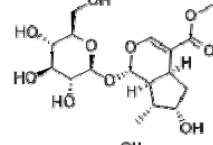
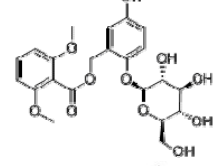
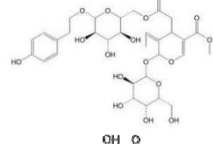
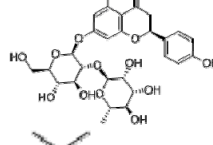
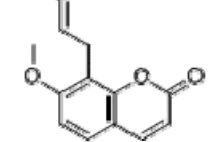
1.1 仪器、试剂与材料

LC-30AD/AB6500f 液相色谱/串联四极杆质谱连用仪(美国 AB SCIEX 公司); MS3 digital 涡旋振荡器(美国 IKA 公司); IDH30 超声波清洗器(中国 IRM 公司); ME204/02 天平(美国 Sartorius 公司)。甲醇、乙腈(色谱纯,美国 Fisher 公司)。

淫羊藿苷、金丝桃苷、补骨脂素、异补骨脂素、马钱苷、仙茅苷、特女贞苷、柚皮苷、蛇床子素标准品均购于曼斯特公司,纯度均大于 95%。

压片糖果(市售网购); 配制酒(市售网购)。

表1 9种补肾壮阳类药材特征化合物的基本信息表
Table 1 Essential information of the nine aphrodisiac analytes

编号	化合物名称	CAS号	分子式	分子量	结构式
1	淫羊藿苷	489-32-7	C ₃₃ H ₄₀ O ₅₅	676.66	
2	金丝桃苷	482-36-0	C ₂₁ H ₂₀ O ₁₂	464.38	
3	补骨脂素	66-97-7	C ₁₁ H ₆ O ₃	186.16	
4	异补骨脂素	523-50-2	C ₁₁ H ₆ O ₃	186.16	
5	马钱苷	18524-94-2	C ₁₇ H ₂₆ O ₁₀	390.38	
6	仙茅苷	85643-19-2	C ₂₂ H ₂₆ O ₁₁	466.44	
7	特女贞苷	39011-92-2	C ₃₁ H ₄₂ O ₁₇	686.62	
8	柚皮苷	10236-47-2	C ₂₇ H ₃₂ O ₁₄	580.53	
9	蛇床子素	484-12-8	C ₁₅ H ₁₆ O ₃	244.29	

1.2 标准溶液配制

分别精密称取各标准品约 10 mg, 于 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 配制成浓度约为 1000 μg/mL 的标准储备液。

混合标准中间液: 分别精密吸取马钱苷储备液 0.2 mL, 金丝桃苷储备液 0.2 mL, 仙茅苷储备液 0.02 mL, 淫羊藿苷储备液 0.02 mL, 柚皮苷储备液

0.02 mL, 特女贞苷储备液 0.02 mL, 补骨脂素储备液 0.02 mL, 异补骨脂素储备液 0.02 mL, 蛇床子素储备液 0.02 mL 置于同一 10 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释并定容至刻度, 摇匀得标准使用液(马钱苷、金丝桃苷中间液质量浓度约为 20 μg/mL, 淫羊藿苷、仙茅苷、柚皮苷、特女贞苷、补骨脂素、异补骨脂素、蛇床子素中间液质量浓度约为 2 μg/mL)。

混合标准工作溶液: 分别准确吸取混合标准中间液

0.010、0.020、0.050、0.1、0.15、0.2 mL, 甲醇定容至10 mL(马钱苷、金丝桃苷质量浓度分别为20、40、100、500、1000、4000 ng/mL; 淫羊藿苷、仙茅苷、柚皮苷、特女贞苷、补骨脂素、异补骨脂素、蛇床子素质量浓度分别为2、4、20、100、200、400 ng/mL)。

1.3 样品前处理

液体样品: 精密量取混匀后的样品1 mL, 置于25 mL容量瓶中, 加入70%的甲醇溶液定容至刻度, 涡旋混匀, 过微孔滤膜(0.22 μm), 供液相色谱-质谱联用仪分析。

固体样品: 精密称取研磨后的样品1 g, 置于25 mL量瓶中, 加入适量70%的甲醇溶液, 涡旋2 min, 超声30 min, 冷却至室温, 用70%的甲醇定容至刻度, 摇匀, 过微孔滤膜(0.22 μm), 供液相色谱-质谱联用仪分析。

1.4 LC-MS/MS 条件

1.4.1 LC 条件

色谱柱: Agilent ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈ (3.0 mm \times 150 mm, 1.8 μm); 流动相: A为5 mmol/L 甲酸铵溶液, B为乙腈, 梯度洗脱程序: 正模式: 0~6.0 min, 40%B~90%B; 6.0~6.1 min, 90%B~40%B; 6.1~10.0 min,

40%B; 负模式: 0~9.0 min, 25%B~50%B; 9.0~9.1 min, 50%B~25%B; 9.1~15.0 min, 25%B。柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$; 流速: 0.5 mL/min; 进样量: 5 μL 。

1.4.2 MS/MS 条件

(1) 正离子模式

离子源为电喷雾(electrospray ionization, ESI)离子源, 扫描方式为多反应检测模式(multiple reaction monitoring, MRM), 气帘气(curtain gas, CUR): 10.0 psi, 碰撞气(collisions gas, CAD): 5 psi, 喷雾电压(ionspray voltage, IS): 4500 V, 离子源温度(temperature, TEM): 480 $^{\circ}\text{C}$, 雾化气(nebulizing gas, Gas1): 40.0 psi, 辅助加热气(heater gas, Gas2): 40.0 psi, 射入电压(entrance potential, EP): 10 V, 碰撞室射出电压(collisions cell exit potential, CXP): 11 V, 优化后的质谱参数见表2。

(2) 负离子模式

离子源为电喷雾(ESI)离子源, 扫描方式为多反应检测模式, 气帘气: 10.0 psi, 碰撞气: 5 psi, 喷雾电压: -4500 V, 离子源温度: 480 $^{\circ}\text{C}$, 雾化气: 40.0 psi, 辅助加热气: 40.0 psi, 射入电压: -10 V, 碰撞室射出电压: -11 V, 优化后的质谱参数见表3。

表2 3种补肾壮阳类药材特征化合物的保留时间及质谱参数

Table 2 Retention time and MS parameters of the three aphrodisiac analytes

编号	化合物名称	模式	保留时间/min	母离子(m/z)	子离子(m/z)	去簇电压 DP/V	碰撞电压 CE/V
1	补骨脂素	+	3.94	187.0	131.0* 77.1	90	35 58
2	异补骨脂素	+	3.84	187.0	131.0* 77.1	90	34 62
3	蛇床子素	+	6.33	245.2	131.1* 103.1	72	21 50

注: *定量碎片离子。

表3 6种补肾壮阳类药材特征化合物的保留时间及质谱参数

Table 3 Retention time and MS parameters of the six aphrodisiac analytes

编号	化合物名称	模式	保留时间/min	母离子(m/z)	子离子(m/z)	去簇电压/V	碰撞电压/V
1	淫羊藿苷	-	5.79	675.3	513.2 367.2	-124	-12 -48
2	马钱苷	-	2.16	389.1	126.9 100.9	-64	-40 -34
3	仙茅苷	-	4.14	465.1	283.0 175.0	-78	-19 -37
4	金丝桃苷	-	2.72	463.0	299.9 270.9	-108	-37 -62
5	特女贞苷	-	2.77	685.3	453.2 421.2	-138	-36 -36
6	柚皮苷	-	3.37	579.3	271.0 151.1	-80	-47 -58

注: *定量碎片离子。

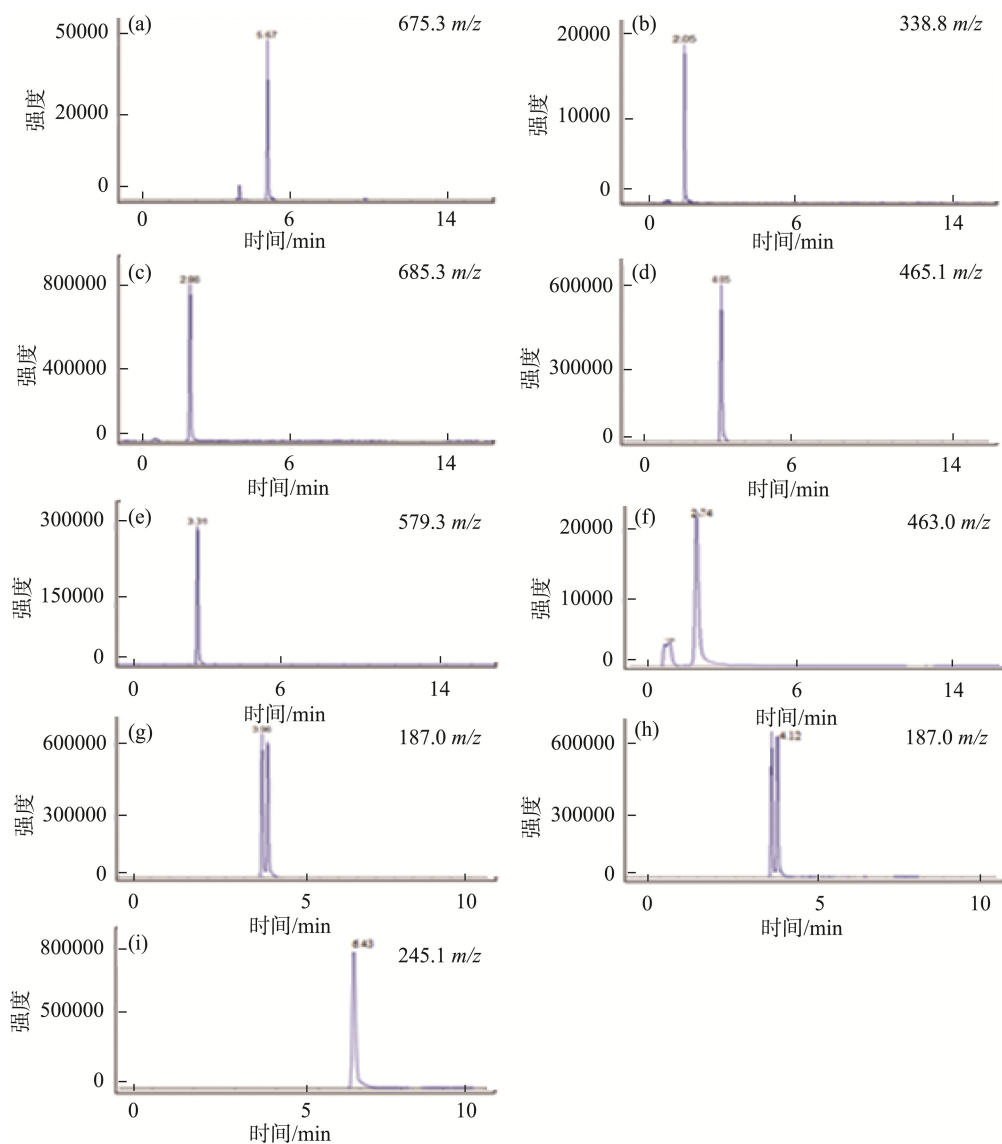
2 结果与分析

2.1 色谱条件的优化

本研究对比了 Agilent ZORBAX EclipseXDB-C₁₈ (4.6 mm×150 mm, 5 μm)、Thermo Accucore XL C₁₈ (2.1 mm×100 mm, 4 μm)、Thermo Acclaim RSLC C₁₈ (2.1 mm×100 mm, 2.2 μm)、Agilent ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈(3.0 mm×150 mm, 1.8 μm)等色谱柱对待测化合物的分离效果,前 3 种色谱柱时,仙茅苷拖尾严重,补骨脂素和异补骨脂素不能完全分离。Agilent ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈(3.0 mm×150 mm, 1.8 μm)色谱柱峰形、回收率等均较好,同分异构他体补骨脂素和异补骨脂素分离较好,故推荐使用该色谱柱。

经过查阅文献资料^[13-15],本研究对比了分别在甲醇-水、乙腈-水流动相中添加一定浓度的甲酸、甲酸铵、乙酸、乙酸铵时,9 种壮阳类化合物的分离度和离子化程度。结果发现,加入甲酸或者乙酸时,能有效提高正模式离子化效率,但负模式的离子化效率较低;加入甲酸铵或者乙酸铵时,均能有效提高 2 种模式的离子化效率,但在乙腈-水的流动相中加入甲酸铵后,各组分的分离效果最好,拖尾色谱峰也减少,因此采用含乙腈-5 mmol/L 甲酸铵溶液作为流动相。

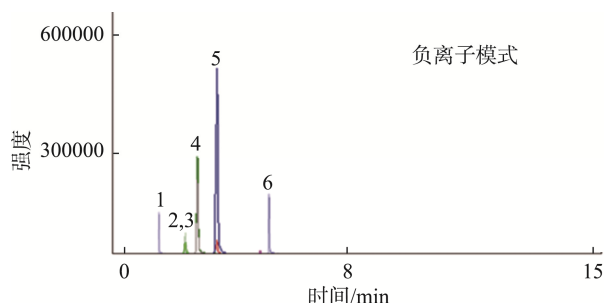
综合以上因素,最终选取了 1.4.1 节中的色谱条件。此条件下加标量分别为 0.5 mg/kg(马钱苷、金丝桃苷)和 0.05 mg/kg(其余 7 种化合物)的样品的 MRM 谱图如图 1 所示,负模式总离子流图如图 2 所示,正模式总离子流图如图 3 所示。



注: a:淫羊藿苷, b: 马钱苷, c: 特女贞苷, d: 仙茅苷, e:柚皮苷, f: 金丝桃苷, g: 补骨脂素, h, 异补骨脂素, i: 蛇床子素。

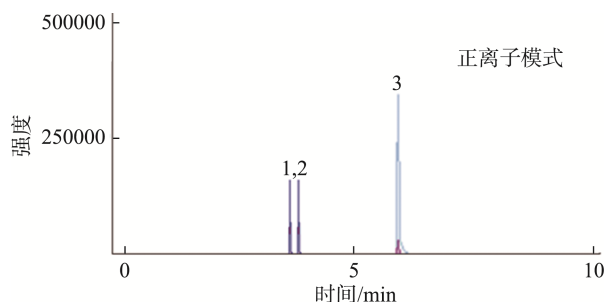
图 1 9 种补肾壮阳类药材特征化合物的 MRM 谱图

Fig.1 MRM chromatograms of the 9 aphrodisiac analytes



注: 1.马钱苷; 2,3.金丝桃苷, 特女贞苷; 4. 柚皮苷; 5.仙茅苷; 6. 淫羊藿苷。

图2 6种补肾壮阳类药材特征化合物的总离子流图
Fig.2 Total ion chromatogram of the six aphrodisiac analytes



注: 1. 补骨脂素; 2. 异补骨脂素; 3. 蛇床子素。

图3 3种补肾壮阳类药材特征化合物的总离子流图
Fig.3 Total ion chromatogram of the 3 aphrodisiac analytes

2.2 质谱条件的选择

9种化合物的电喷雾离子化效果均较好,故采用电喷雾离子化源进行分析。分别将9种化合物配制成200 ng/mL浓度的标准溶液,使用单针自动进样分析目标化合物,分别在正、负离子模式下进行全扫描,确定9种化合物的母离子,给予一定的碰撞能量,全扫描二级离子,选取丰度较高的2个子离子分别作为定量和定性离子,以MRM模式优化碰撞能量、碎裂电压等质谱参数。

2.3 质谱条件的选择

淫羊藿苷、金丝桃苷、马钱苷、仙茅苷、特女贞苷、柚皮苷在负离子模式下响应优于正离子模式,因此上述化合物选用负离子模式扫描。其他化合物在正离子模式下能满足分析要求,均选用正离子模式建立分析方法。

2.4 样品前处理条件的优化和基质效应

9种壮阳类化合物均溶于有机溶剂。通过查阅文献资料后^[16-17],本研究对比了分别以甲醇、乙醇、乙腈作为溶剂的提取效果,结果70%甲醇的提取效率最高,故选择70%甲醇作为提取溶剂。

考察基质效应时,分别在甲醇和压片糖果中添加系列浓度的标准品,配制混合标准溶液和基质混合标准溶液,得到标准曲线和基质标准曲线,考察基质效应(matrix effects, ME),即通过计算基质标准曲线斜率和标准溶液曲

线斜率之比,来评价基质效应的程度。采用公式 $ME=(k_2/k_1)\times 100$ 计算,式中: k_1 标准溶液曲线斜率; k_2 基质标准斜率。得到的ME值中,马钱苷为55%,柚皮苷为63%,仙茅苷为72%,其余6种壮阳类化合物均在80%~120%之间。由此可知,马钱苷、柚皮苷和仙茅苷的基质抑制作用较强,其他6种中均可不考虑基质效应的影响。试验中曾采用安谱净化包、 C_{18} 固相萃取柱和PSA粉净化。结果发现,采用净化包除杂处理时,仙茅苷的回收率仅为45%,而特女贞苷的回收率为150%,其余7种回收率为80%~120%;采用 C_{18} 固相萃取小柱除杂时,马钱苷和蛇床子素的回收率仅为30%,其余7种回收率为80%~120%;采用加入PSA粉除杂时,柚皮苷回收率仅为60%,其余8种回收率为80%~120%,因此以上3种除杂方法均不宜用做此类组分同时测定的前处理。生产者考虑到壮阳药物的及时见效性和成本问题,一般添加的壮阳化合物以一种为主,且量较大,一般在mg/kg数量级。对于含量较低的成分可采用基质匹配标准溶液的方法以抵消基质效应,满足定量需求。

2.5 线性范围和定量限

采用压片糖空白基质配制浓度分别为20、40、100、500、1000、4000 ng/mL(马钱苷和金丝桃苷)和2、4、20、100、200、400 ng/mL(淫羊藿苷、柚皮苷、特女贞苷、补骨脂素、异补骨脂素、蛇床子素、仙茅苷)的混合标准溶液,在已优化的色谱与质谱条件下,以峰面积(Y)对相应的质量浓度(X)作图,绘制标准曲线,并计算各待测物线性回归方程及其相关系数。在相应的浓度范围内,9种补肾壮阳物质的线性关系良好,相关系数 r^2 均在0.999以上,具体线性关系参数见表4。

2.6 回收率和精密度

采用经测定不含有9种壮阳类化合物的压片糖果和配制酒样品,添加不同水平的标准溶液,分别进行添加回收率和精密度试验,结果见表5。取6次测定的平均值,9种壮阳类化合物在3种不同添加水平下,在配制酒中的加标回收率范围在80.4%~101.4%之间,RSD<10%;在压片糖果中的加标回收率范围在67.0%~110.5%之间,RSD<10%。另外取在压片糖中添加定量限水平的样品在0、2、4、6、8 h分别测定,结果表明9种化合物的日内精密度均小于10%,在0、1、2、3 d的同一时间点分别测定,结果表明9种化合物的日间精密度均小于10%,可见该类物质在溶液中比较稳定,满足定量分析的要求。

2.7 实际样品测定

采用上述建立的方法,对从市场购买和网购的50个样本进行测定,其中压片糖果25批,配制酒25批。共计3个样本中检出淫羊藿苷,检出率为6%(3/50),只有压片糖果被检出,含量范围为0.5~1.0 mg/kg。需引起相关部门重视。

表 4 9 种化合物在空白基质中的线性方程、线性范围和定量限
 Table 4 Linear equations, linear ranges, correlation coefficients and LOQ of the nine aphrodisiac analytes

编号	化合物名称	线性范围/(ng/mL)	线性方程	相关系数	定量限/(mg/kg)
1	淫羊藿苷	2~400	$Y=605.9664X+2121.10945$	0.9992	0.05
2	金丝桃苷	20~4000	$Y=20.14714X+2425.58456$	0.9999	0.5
3	马钱苷	20~4000	$Y=28.51959X+1567.00102$	0.9990	0.5
4	仙茅苷	2~400	$Y=1687.28556X+1542.22541$	0.9997	0.05
5	特女贞苷	2~400	$Y=11936.82147X+101785$	0.9999	0.05
6	柚皮苷	2~400	$Y=8059.60X+607660$	0.9990	0.05
7	补骨脂素	2~400	$Y=118197X+77629.6$	0.9991	0.05
8	异补骨脂素	2~400	$Y=838167X+1355470$	0.9995	0.05
9	这窗子上	2~400	$Y=1185970X+9785190$	0.9995	0.05

表 5 不同空白样品中 3 个加标水平下的 9 种化合物的回收率及精密度($n=6$)
 Table 5 Recoveries and repeatability of the nine aphrodisiac analyses spiked in different blank samples at 3 levels ($n=6$)

编号	化合物名称	添加水平/(mg/kg)	压片糖果		配制酒	
			回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
1	淫羊藿苷	0.05	75.3	5.4	85.3	2.4
		0.10	79.5	3.3	86.4	2.1
		0.25	78.6	1.8	85.3	0.9
2	金丝桃苷	0.5	85.1	3.5	90.5	1.2
		1.0	84.0	3.4	91.2	2.8
		2.5	86.5	2.1	89.9	1.5
3	马钱苷	0.5	77.4	6.4	90.1	3.5
		1.0	79.0	2.7	92.7	3.1
		2.5	85.2	1.5	91.8	2.5
4	仙茅苷	0.05	77.8	3.1	88.9	1.8
		0.10	75.9	2.5	92.1	1.7
		0.25	79.6	1.8	90.7	2.1
5	特女贞苷	0.05	105.7	1.1	99.5	3.9
		0.10	110.5	2.4	99.7	1.1
		0.25	95.2	2.4	101.4	2.7
6	柚皮苷	0.05	75.3	2.2	80.4	4.1
		0.10	67.0	1.5	82.1	2.3
		0.25	70.6	1.2	82.4	0.9

表 5(续)

编号	化合物名称	添加水平/(mg/kg)	压片糖果		配制酒	
			回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
7	补骨脂素	0.05	72.7	0.8	92.7	1.3
		0.10	87.8	1.3	95.4	1.9
		0.25	84.7	1.0	93.8	2.1
8	异补骨脂素	0.05	87.0	2.1	94.5	1.5
		0.10	83.7	1.7	93.4	2.4
		0.25	86.0	0.4	96.7	1.1
9	蛇床子素	0.05	104.6	3.0	95.7	2.0
		0.10	99.1	4.0	97.8	3.1
		0.25	92.4	3.5	96.4	2.5

3 结 论

非法添加及行业潜规则已经成为食品及保健食品不可避免的共同问题, 不仅会对消费者的身体健康造成伤害, 同时也严重制约了行业的良性发展。本研究根据实际检测工作的需要及工作经验, 建立高效液相色谱-串联质谱法同时测定和快速筛查食品及保健食品中 9 种补肾壮阳类功能成分的分析方法。该方法选择性好、灵敏度高, 具有很高的实际应用价值, 为监管食品和保健食品中违规添加非药食同源的药材提供了有力的技术支撑。

参考文献

- [1] 刘畅, 夏晶, 胡青, 等. LC/MS(n)法检测补肾壮阳类中成药和保健食品中非法添加 5 种性功能类化学药品[J]. 中成药, 2009, 3(19): 1371-1374.
- [2] LIU C, XIA J, HU J, *et al.* The illegal addition of five sex function chemicals in kidney-tonifying and Yang enhancing Chinese patent medicines and health food was detected by LC/MS(N) [J]. Chin Patent Med, 2009, 3(19): 1371-1374.
- [3] LU P, CHEN JX, ZHAO HH, *et al.* In silico syndrome prediction for coronary artery disease in traditional Chinese medicine [J]. Evid-Based Compl Alt Med, 2012: 142584.
- [4] HUANG XL, LUO HT, WU HQ, *et al.* Determination of thiourea in noodle and rice flour by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2009, 37(10): 1531-1534.
- [5] KUN Y, ZHANG JY, SHI QN. UPLC-MS/MS determination of 5 kinds of phosphodiesterase type 5 inhibitors illegally added in aphrodisiac health [J]. ProdPhysical Test Chem Anal, 2018, 54(6): 703.
- [6] WANG XB, ZHENG J, LI JJ, *et al.* Simultaneous analysis of 23 illegal adulterated aphrodisiac chemical ingredients in health foods and Chinese traditional patent medicines by ultrahigh performance liquid chromatography coupled with quadrupole time-of-flight mass spectrometry-sciencedirect [J]. J Food Drug Anal, 2018, 26(3): 1138.
- [7] 董宇, 姜鑫, 刘静, 等. 液质联用法同时检测保健食品中非法添加的 13 种壮阳类化学品[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(15): 4055-2060.
- [8] DONG Y, JIANG X, LIU J, *et al.* The illegal addition of 13 aphrodisiac chemicals in health food was detected by liquid-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(15): 4055-2060.
- [9] VOL N. Relevance of matrix effect in determination of biogenic amines in plaice (*Pleuronectes platessa*) and whiting (*Merlangus merlangus*) [J]. J AOAC Int, 1999, 82(5): 1097.
- [10] RUI LI, HAI FZ. Teaching practice and thinking of medical genetics in college of traditional Chinese medicine [J]. Guiding J Tradit Chin Med Pharm, 2018, 24(1): 96.
- [11] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. Chinese Pharmacopoeia Commission. Pharmacopoeia of the People's Republic of China [S].
- [12] AGUIAR F, JÉSSICA, BRAND OM, *et al.* Simultaneous determination of prescription drugs, cocaine, aldicarb and metabolites in larvae from decomposed corpses by LC-MS-MS after solid-liquid extraction with low temperature partitioning [J]. Forensic Toxicol, 2015, 33(1): 93-103.
- [13] LEHRER M. Application of gas chromatography/mass spectrometry instrument techniques to forensic urine drug testing [J]. Clin Lab Med, 1990, 10(2): 271-88.
- [14] WANG J, YANG Z, LECHAGO J. Rapid and simultaneous determination of multiple classes of abused drugs and metabolites in human urine by a robust LC-MS/MS method-application to urine drug testing in pain clinics [J]. Biomed Chromatogr, 2013, 27(11): 1463-1480.
- [15] KROBOTH PD, SALEK FS, PITTENGER AL, *et al.* DHEA and DHEA-S: A review-kroboth-2013-the journal of clinical pharmacology-wiley online library [J]. J Clin Pharma, 1999, 39(4): 327-348.
- [16] 郑佳, 郗存显, 曹淑瑞, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定保健食品中 21 种非法添加化学药物[J]. 色谱, 2017, 35(12): 1257-1265.
- [17] ZHENG J, XI C, CAO SR, *et al.* Simultaneous determination of 21 illegally added chemicals in health food by QUECHERS-UPLC-MS/MS

- [J]. Chin J Chromatogr, 2017, 35(12): 1257-1265.
- [15] 黄芳, 吴惠勤, 黄晓兰, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定保健品及中成药中非法添加的 17 种壮阳类化学药[J]. 色谱, 2016, 34(3): 270-278.
- HUANG F, WU HQ, HUANG XL, *et al.* Simultaneous determination of 17 kinds of aphrodisiac chemicals illegally added in health care products and Chinese patent medicines by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2016, 34(3): 270-278.
- [16] WU J, ZHANG L, BU X, *et al.* Determination of the illegally adulterated chemical drugs in healthcare products by surface-enhanced Raman scattering [J]. Analyst, 2018, 143(21).
- [17] 戚瑞卿, 石峰, 牟卫伟, 等. 固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定中药和保健食品中 13 种禁用壮阳类药物含量[J]. 理化检验: 化学分册, 2017, 53(1): 44.
- XIAN RQ, SHI F, MU WW, *et al.* Determination of 13 prohibited aphrodisiac drugs in Chinese traditional medicine and health food by solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass

spectrometry [J]. Physical Chem Examination (Chem Volume), 2017, 53(1): 44.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



邵 曼, 硕士, 中级药师, 主要研究方向为食品安全分析检测。
E-mail: 741338867@qq.com



余晓琴, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全分析检测与标准起草。
E-mail: 113343838@qq.com

“保健食品的研发与检测”专题征稿函

保健食品是指具有特定保健功能或者以补充维生素、矿物质为目的的食品。保健食品亦称功能性食品, 是特定的食品种类, 有调节人体功能的作用。

本刊特别策划了“**保健食品的研发与检测**”专题, 由北京联合大学 闫文杰副教授 担任专题主编。专题围绕但不限于**保健食品的开发、功能性活性成分提取与检测、新型保健食品研发、功能性食品添加剂、保健食品配料、保健功能性物质(肽与蛋白质、功能性油脂、多糖、微量元素、维生素等)应用、研发与检测**等方面, 或您认为有意义的相关领域开展论述和研究。

鉴于您在该领域丰富的研究经历和突出的学术造诣, 本刊主编吴永宁研究员、专题主编闫文杰副教授及编辑部全体成员特别邀请您为本专题撰写稿件。研究论文、综述、研究简报均可, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。

本专题计划于 2021 年 5~6 月出版, 请您于 2021 年 3 月 31 日前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

希望您通过各种途径宣传此专题, 并积极为本专题推荐稿件和约稿对象。

同时, 希望您能够推荐该领域的相关专家并提供电话和 E-mail。

感谢您的参与和支持!

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com(注明保健食品的研发与检测专题)

E-mail: jfoodsq@126.com(注明保健食品的研发与检测专题)

《食品安全质量检测学报》编辑部