

LC-MS/MS快速分析减肥食品中番泻苷 A、番泻苷 B 及大黄素甲醚

Determination of Sennoside A, Sennoside B and Physcion in Slimming Health Care Foods with LC-MS/MS

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海
Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai
SCIEX China

Key Words: SCIEX Triple Quad; Sennoside A; Sennoside B; Physcion; Slimming Health Care Foods

引言

番泻苷A和番泻苷B是番泻叶中最重要的两种成分。番泻苷属于泻药，长期服用含有泻药成分的产品，将严重损害身体健康。大黄素甲醚属于蒽醌类化合物，主要存在于大黄、何首乌、决明子和芦荟等多种陆生植物中，具有抗菌、抗病毒、泻下等多种药理作用。按照《食品安全法》第38条番泻叶、大黄、何首乌等中药材被允许添加到保健食品中，但其过量食用可能对人体产生严重危害。2023年卫健委“药食同源”名单中，番泻叶、大黄只能用于保健食品，不能用于普通食品，因此应严格控制使用人群及用量。

近年来非法添加泻药成分到食品中的案例屡见不鲜，针对此现象，国家市场监督管理总局发布了BJS 201917《食品中番泻苷A、番泻苷B和大黄素甲醚的测定》，用于对此类非法添加进行监管。我们根据相关标准，在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了番泻苷 A、番泻苷 B 及大黄素甲醚的检测方法，该方法具有以下特点：

1. 方法适配国家市场监督管理总局发布的标准方法，在SCIEX仪器上可拿来即用，无需进行进一步优化。
2. 灵敏度高：基质中番泻苷 A、番泻苷 B 及大黄素甲醚的检出下限可达pg级别，较相关标准方法具有更高的灵敏度。
3. 抗基质干扰：SCIEX Turbo V™离子源具有强大的抗基质干扰能力，减少仪器的维护频次。

仪器设备



SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统

样品处理：

参考BJS 201917《食品中番泻苷A、番泻苷B和大黄素甲醚的测定》。

色谱方法：

色谱柱：C18 1.7 μm 100 \times 2.1 mm

流动相：A：0.05% 甲酸水溶液

B：甲醇

梯度洗脱：

| Time [min] | Flow [mL/min] | B[%] |
|------------|---------------|------|
| 0.00 | 0.3000 | 30 |
| 4.00 | 0.3000 | 60 |
| 4.50 | 0.3000 | 98 |
| 8.00 | 0.3000 | 98 |
| 8.10 | 0.3000 | 30 |
| 10.00 | 0.3000 | 30 |

柱温: 40°C;

进样量: 2 µL

质谱方法:

扫描方式: 负模式

离子源: ESI

离子源参数:

IS电压: -4500 V

气帘气 CUR: 35 psi

雾化气 GAS1: 40 psi

辅助加热器 GAS2: 50 psi

源温度 TEM: 600°C

碰撞气 CAD: Medium

离子对列表见附表

实验结果

化合物离子流色谱图

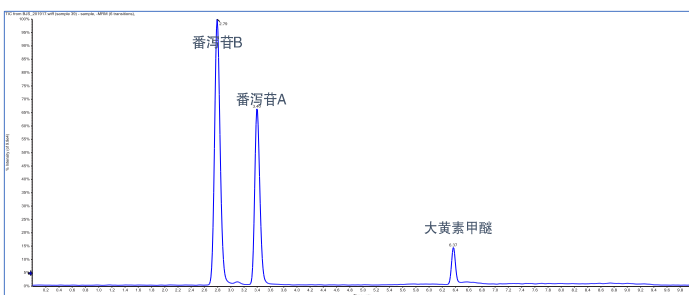


图2. 番泻苷A、番泻苷B和大黄素甲醚的色谱图

1. 灵敏度, 线性, 回归方程及回归系数

使用空白基质配置0.02~5000 ng/mL标准测试液, 采用外标法定量, 相关曲线见图3, 如图所示, 所有化合物回归系数 $r > 0.997$,

方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。不同化合物的线性及检出限值见表1。

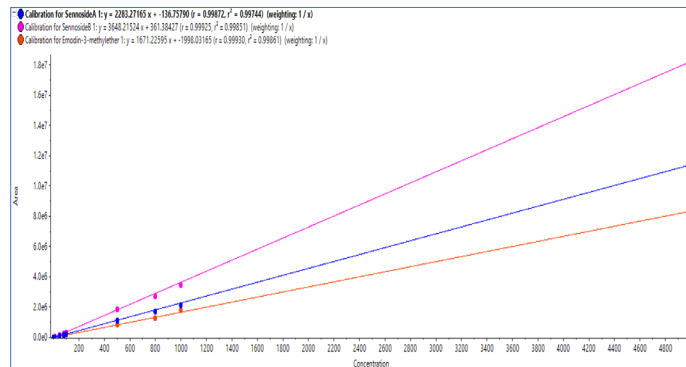


图3. 番泻苷A、番泻苷B和大黄素甲醚的色谱图

表1. 番泻苷A、番泻苷B和大黄素甲醚的校准曲线及检出限值

| 化合物名称 | 回归方程 | 回归系数r | 检出限 (ng/mL) | BJS 201917 (ng/mL) |
|-------|--------------------------------|---------|-------------|--------------------|
| 番泻苷A | $y = 2283.27165x - 136.7579$ | 0.99872 | 0.5 | 50 |
| 番泻苷B | $y = 3648.21524x + 361.38427$ | 0.99925 | 0.5 | 50 |
| 大黄素甲醚 | $y = 1671.22595x - 1998.03165$ | 0.9993 | 1 | 89 |

2. 回收率考察

使用空白颗粒剂基质加标考察方法回收, 添加浓度分别为2 µg/kg, 20 µg/kg及100 µg/kg, 进样测试, 在优化色谱方法排除相关干扰下, 相关回收率在90%~110%之间。

表2. 不同添加浓度的回收率

| 添加浓度 (µg/kg) | 测试结果 (µg/kg) | 回收率/% |
|--------------|--------------|-------|
| 2 | 1.83 | 91.5 |
| 20 | 19.2 | 96 |
| 100 | 109 | 109 |

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上, 建立了食品中番泻苷A、番泻苷B和大黄素甲醚的LC-MS/MS方法, 方法快速简便, 灵敏度结果显示其检出限值可达到pg级别。使用空白基质进行不同添加水平的测试, 回收在90%~110%, 可满足食品及保健食品中番泻苷A、番泻苷B和大黄素甲醚的筛查需求。

附录：

番泻苷A、番泻苷B和大黄素甲醚的质谱离子对参数

| 中文名称 | 英文名称 | CAS No. | 分子式 | Q1 | Q3 | DP | CE |
|-------|----------------------|----------|---|-------|-------|------|-----|
| 番泻苷A | Sennoside A | 81-27-6 | C ₄₂ H ₃₈ O ₂₀ | 861.1 | 386 | -120 | -52 |
| | | | | 861.1 | 699 | | -39 |
| 番泻苷B | Sennoside B | 128-57-4 | C ₄₂ H ₃₈ O ₂₀ | 861.1 | 386 | -120 | -52 |
| | | | | 861.1 | 699 | | -39 |
| 大黄素甲醚 | Emodin-3-methylether | 521-61-9 | C ₁₆ H ₁₂ O ₅ | 283 | 239.9 | -100 | -35 |
| | | | | 283 | 182.9 | | -64 |

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15765-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390

全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333

官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：[SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)