

中成药降压药中利血平的快速定性技术

前言

利血平作为降压药,不良反应较多,新的具有更多优点的降压药不断上市,该药在高血压的治疗中已很少应用。常见不良反应有鼻塞、抑郁、胃酸增多、腹泻、皮疹等。常用剂量口服为每日 0.25~0.5 毫克;肌内注射或静脉注射为 0.5~1.0 毫克,注射后约 30~60 分钟开始产生降压作用,最大作用在 3 小时。近几年,在降压类中药制剂和保健品中常非法添加西药成分来提高疗效和增加销量,长期不合理使用会导致抑郁或影响肾功能。

本研究基于 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统开发了中成药中利血平快速检测方法,无需繁琐的样品前处理,1 步操作 1min 完成样品分析,本方法的检出限为 1 μ g/g。

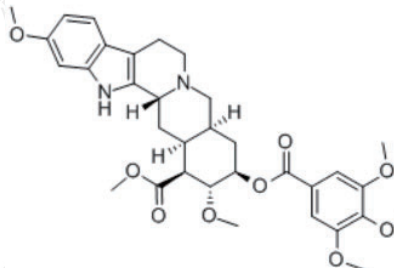


图 1. 利血平结构式

实验部分

1.1 仪器及材料

线性离子阱质谱仪 (Thermo LTQ);

MS-Mate (M2001);

快速检测试剂包 (含 PCS 试剂盒、微量液体取样器、快速检测专用溶剂-B01);

快速检测试剂包 (含 PCS 试剂盒、微量固体取样器、快速检测专用溶剂-B01)。

1.2 分析条件

扫描方式: 正离子扫描;

检测方式: 子离子扫描;

喷雾电压: 4kv;

毛细管温度: 300 $^{\circ}$ C;

监测离子对和碰撞能量见表 1

表 1 监测离子对和碰撞能等参数

化合物中文名称	母离子	子离子	碰撞能
利血平 Reserpine	609.5	448.3、397.3	20

1.3 实验方法

1.3.1 实验样品

利血平, CAS 50-55-5。冷藏保存,使用时稀释至所需浓度。

阴性样品,某中成药降压药存于密封容器中,常温保存。

1.3.2 标准溶液检测

用微量液体取样器移取标准溶液，加载于 PCS 试剂盒样品窗口的纸基上，取 5 滴快速检测专用溶剂-B01 加载于溶剂窗口，而后再将 PCS 试剂盒插入 MS-Mate 进样平台，供质谱测定。

1.3.3 样品检测

用微量固体取样器移取约一平勺中成药粉末，加载于 PCS 试剂盒样品窗口的纸基上，取 5 滴快速检测专用溶剂-B01 加载于溶剂窗口，而后再将 PCS 试剂盒插入 MS-Mate 进样平台，供质谱测定。

实验结果与讨论

2.1 质谱图

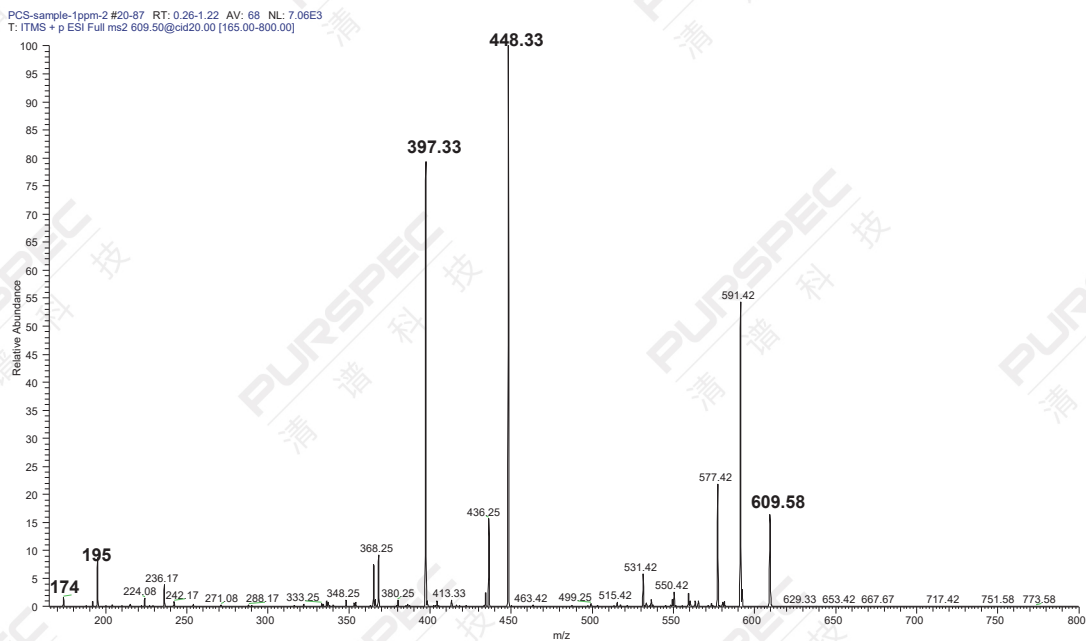


图 2.1 加标中成药中利血平 ($1\mu\text{g/g}$) 的二级扫描谱图

2.2 检出限

通过对阴性中成降压药样品加标的方式考察了本方法的检出限，以 $S/N=3$ 计，本方法利血平的检出限 $1\mu\text{g/g}$ 。

结论

本方法使用 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统建立了快速测定中成降压药中利血平的方法，该方法无需对样品进行前处理，无需繁琐的净化以及色谱分离，使用 PCS 试剂盒，可为快速完成饲料中利血平的定性检测提供了快速简单的解决方案。