

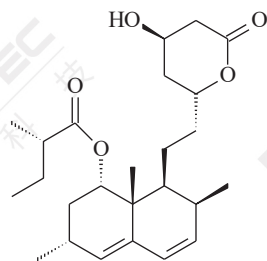
# 原位电离法对降脂类保健品中洛伐他汀、辛伐他汀和烟酸等非法添加物的快速筛查方案

## 前言

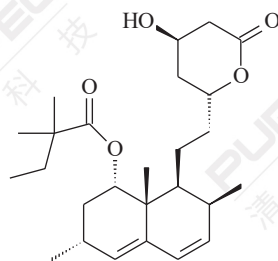
洛伐他汀，是红曲霉菌和土曲霉菌酵解产物，是一种 3-羟-3-甲基戊二酯辅酶 A(HMGCoA)还原酶抑制剂，有非常明显的降血脂作用，近年来被广泛地用于临床和保健品中；辛伐他汀是一种新型的调血脂药，属于羟甲基戊二酯辅酶 A(HMG-COA)还原酶抑制剂，抑制内源性胆固醇的合成，为血脂调节剂，目前临床上给药剂量一般为 5~40mg，近年来被广泛地用于临床和保健品中；烟酸，又称维生素 B3 或维生素 PP，是人体必需的 13 种维生素之一，是一种水溶性维生素，属于维生素 B 族。烟酸在人体内转化为烟酰胺，烟酰胺是辅酶I和辅酶II的组成部分，参与体内脂质代谢，组织呼吸的氧化过程和糖类无氧分解的过程，进而达到降血脂的功能。原国家食品药品监督管理局于 2010 年颁布了烟酸、辛伐他汀、洛伐他汀等 3 种辅助降血脂类保健食品违法添加。

对洛伐他汀及辛伐他汀的检测，最常见也是最典型的方法是高效液相色谱法，此外还有薄层扫描法和紫外分光光度法等。薄层色谱法、紫外分光光度法灵敏度不高、选择性低受试验条件干扰较大，方法的回收率较低；用紫外分光光度法对待测物检测专属性不强，准确度也不高；高效液相色谱法检测时间较长，检测效率低下；液相色谱法需要使用大量的有机试剂、干扰较大、仪器设备成本较高且不易便携。目前我国烟酸检测主要依据 GB5413-2010 和 GB/T 5009-2003 中相关标准，涉及的方法有微生物法、荧光分光光度法和高效液相色谱法。但是，这只是水溶性维生素单项检测方法，耗时长、前处理过程繁琐。

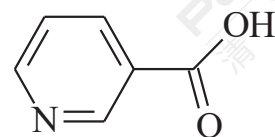
本研究基于小型质谱分析系统开发了保健食品中烟酸的实时快速检测方法，无需繁琐的样品前处理，无需耗时的色谱分离，简单操作 1min 完成样品分析。本方法洛伐他汀、辛伐他汀、烟酸的检出限分别为 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。



洛伐他汀 Lovastatin



辛伐他汀 Simvastatin



烟酸 Nicotinic acid

图 1.3 种降脂西药结构式

## 实验部分

### 1.1 仪器及材料

Mini  $\beta$  B1001 小型质谱分析系统；

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-A03）。

### 1.2 分析条件

电离模式：正离子模式；

检测方式：子离子扫描，监测离子对见表 1。

表 1 监测离子对

化合物中英文名称	母离子	子离子
洛伐他汀 Lovastatin	427	325
辛伐他汀 Simvastatin	441	325
烟酸 Nicotinic acid	124	80、96

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 实验样品

洛伐他汀, CAS 75330-75-5, 1.0mg/ml, 百灵威。冷冻保存, 使用时稀释至所需浓度;

辛伐他汀, CAS 79902-63-9, 1.0mg/ml, 百灵威。冷冻保存, 使用时稀释至所需浓度;

烟酸, CAS 59-67-6, 1.0mg/ml, 百灵威。冷冻保存, 使用时稀释至所需浓度;

阴性样品, 某降脂类保健食品(软胶囊), 存于密封容器中, 常温保存。

#### 1.3.2 标准溶液检测

用微量液体取样器蘸取一次混合标准溶液(洛伐他汀 5.0 $\mu$ g/mL、辛伐他汀 5.0 $\mu$ g/mL、烟酸 5.0 $\mu$ g/mL), 加载于 PCS 试剂盒样品窗口的纸基上, 而后加载 5 滴快速检测专用溶剂-A03 于试剂盒的溶剂窗口, 将试剂盒插入质谱仪进样口, 进行质谱分析。

#### 1.3.3 样品检测

用微量液体取样器蘸取一次待测样品, 加载于样品窗口的基底上, 而后加载 5 滴快速检测专用溶剂-A03 加载于溶剂窗口, 将试剂盒插入质谱仪进样口, 进行质谱分析。

## 实验结果与讨论

## 2.1 质谱图

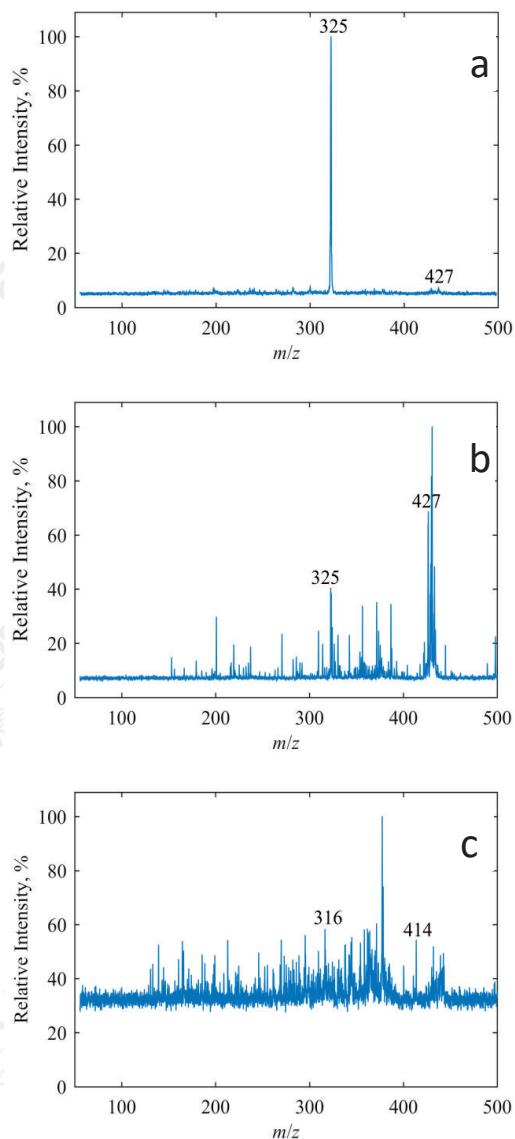


图2 (a) 5.0 $\mu$ g/mL 洛伐他汀标准溶液子离子扫描质谱图; (b) 加标样品中洛伐他汀 (5.0 $\mu$ g/mL) 子离子扫描质谱图; (c) 阴性样品中洛伐他汀子离子扫描质谱图

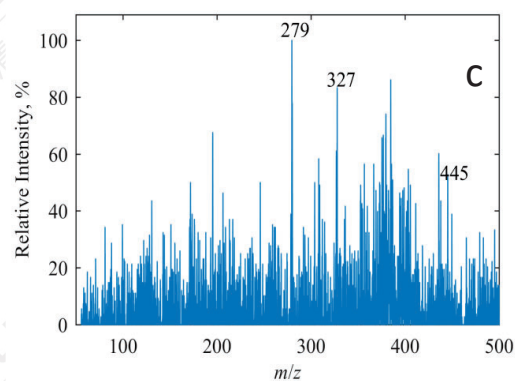
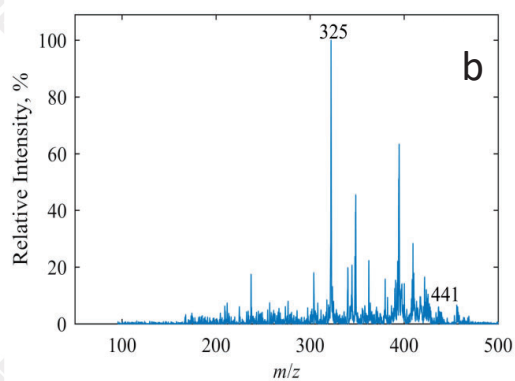
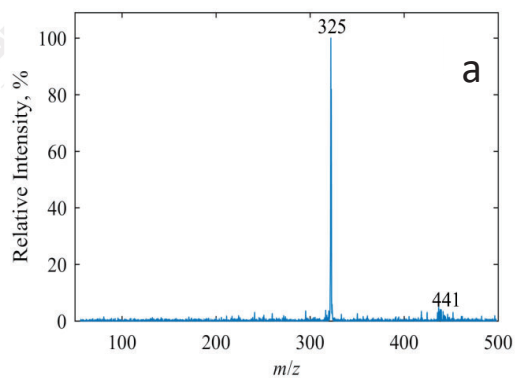


图3 (a) 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$  辛伐他汀标准溶液子离子扫描质谱图；(b) 加标样品中辛伐他汀 (10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 子离子扫描质谱图；(c) 阴性样品中辛伐他汀子离子扫描质谱图

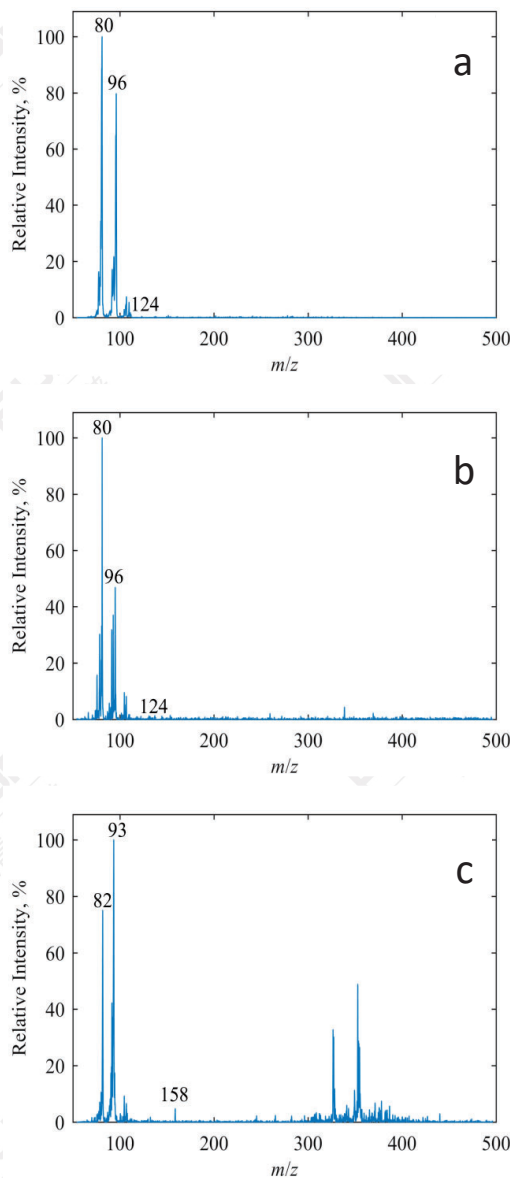


图 4 (a) 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$  烟酸标准溶液离子扫描质谱图；(b) 加标样品中烟酸 (5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 离子扫描质谱图；(c) 阴性样品中烟酸离子扫描质谱图

## 2.2 检出限

通过对阴性样品加标 (洛伐他汀 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、辛伐他汀 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、烟酸 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 的方式考察了本方法的检出限, 以  $S/N=3$  计, 本方法洛伐他汀、辛伐他汀、烟酸的检出限分别为 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## 结论

本方法使用 Mini  $\beta$  小型质谱分析系统建立了快速测定保健食品中洛伐他汀、辛伐他汀、烟酸的方法, 该方法无需对样品进行处理, 无需色谱分离, 使用原位电离源 PCS 试剂盒, 可快速完成保健食品中洛伐他汀、辛伐他汀、烟酸的定性检测, 为保健食品中违法添加药物检验和确证提供了快速简单的解决方案。