

快速筛查降脂类保健品中洛伐他汀、辛伐他汀和烟酸等非法添加物

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-甲基戊二酰辅酶 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，属于羟甲基戊二酰辅酶 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 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统开发了保健品中降脂药的快速检测方法，无需繁琐的样品前处理，简单操作即可完成样品分析，本方法洛伐他汀、辛伐他汀和烟酸的检出限均为 1.0 μ g/mL。

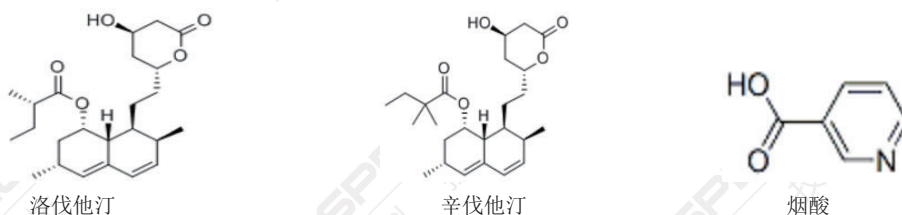


图1 3种降脂药结构式

实验部分

1.1 仪器及材料

三重四极杆质谱仪（岛津-8040）；

MS-Mate（M4001）；

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

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：子离子扫描；

喷雾电压：4.5kv；

DL 温度：200℃；

加热块温度：250℃

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
洛伐他汀 (Lovastatin)	427	325	26
辛伐他汀 (Simvastatin)	441	325	26
烟酸 (Nicotinic acid)	124	80、78	25

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, 中草药类保健食品 (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-A03 加载于溶剂窗口, 而后将 PCS 试剂盒插入 MS-Mate 进样平台, 供质谱测定。

1.3.3 样品检测

用微量液体取样器移取待测样品, 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 加载于溶剂窗口, 而后将 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

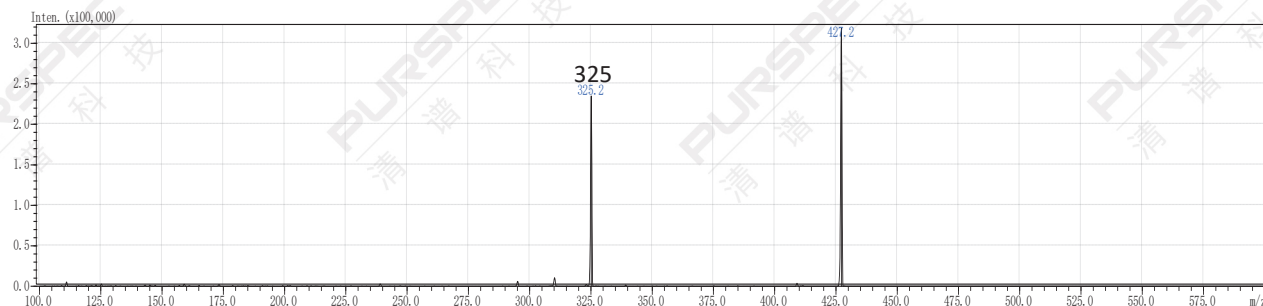


图 2.1 1.0µg/mL 洛伐他汀标准品二级谱图 (427>325)

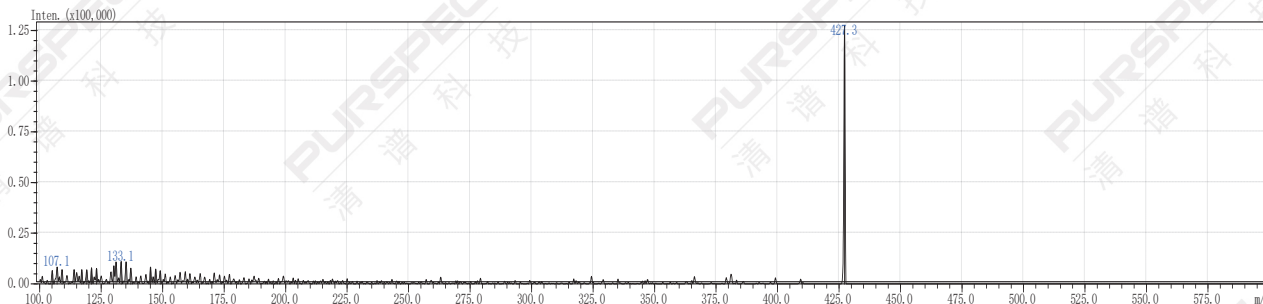


图 2.2 阴性基质中洛伐他汀二级谱图 (427>352)

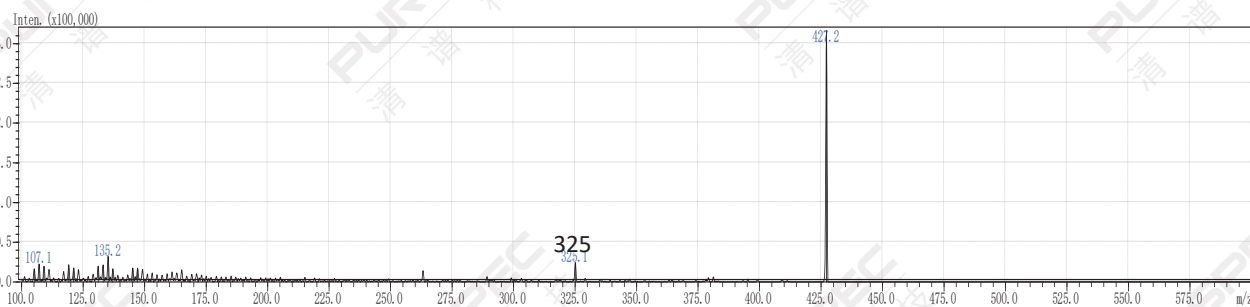
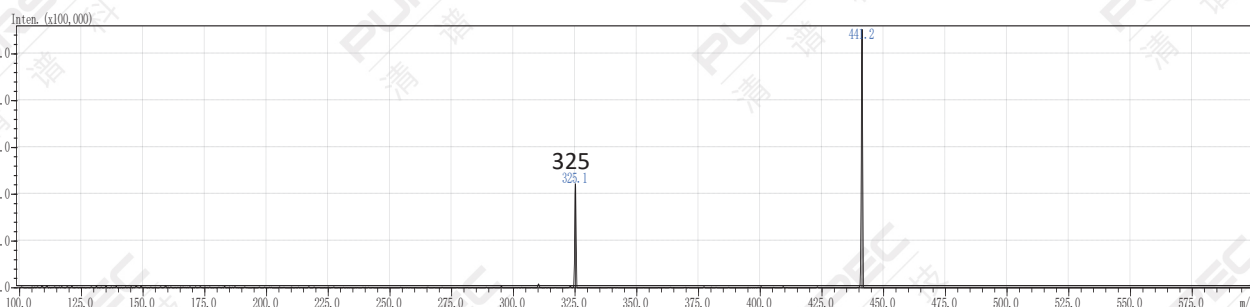
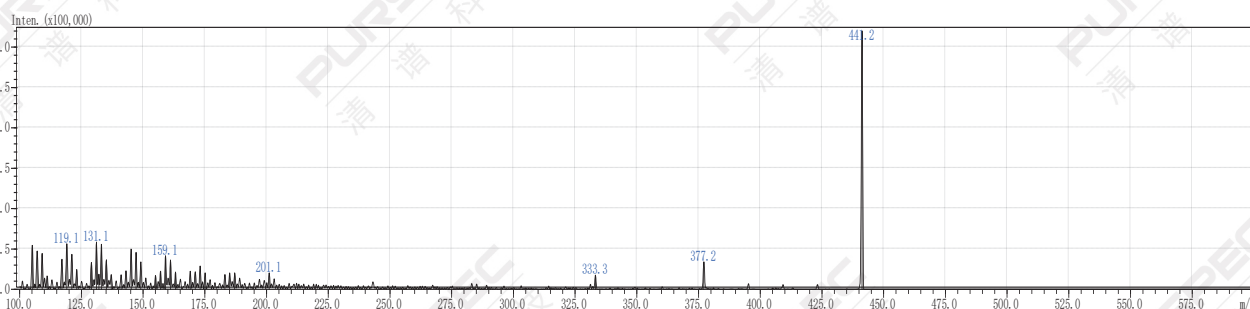
图 2.3 加标基质中洛伐他汀 (1.0 μ g/mL) 二级谱图 (427>325)图 2.4 1.0 μ g/mL 辛伐他汀标准品二级谱图 (441>325)

图 2.5 阴性基质中辛伐他汀二级谱图 (441>325)

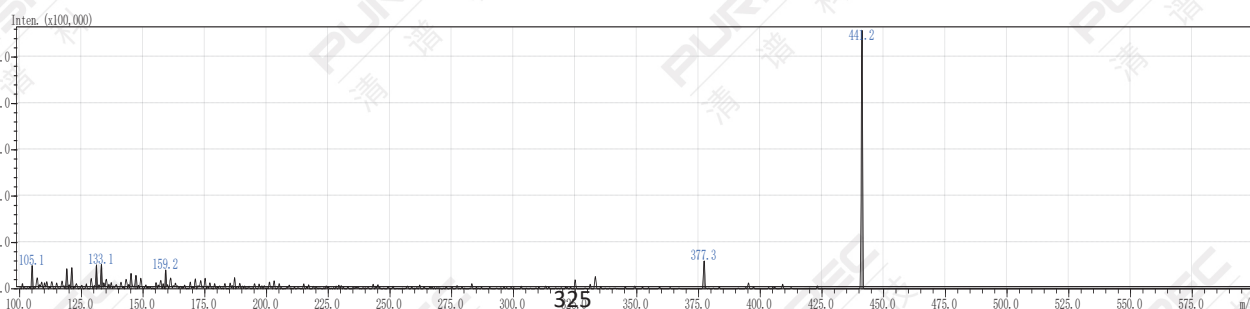
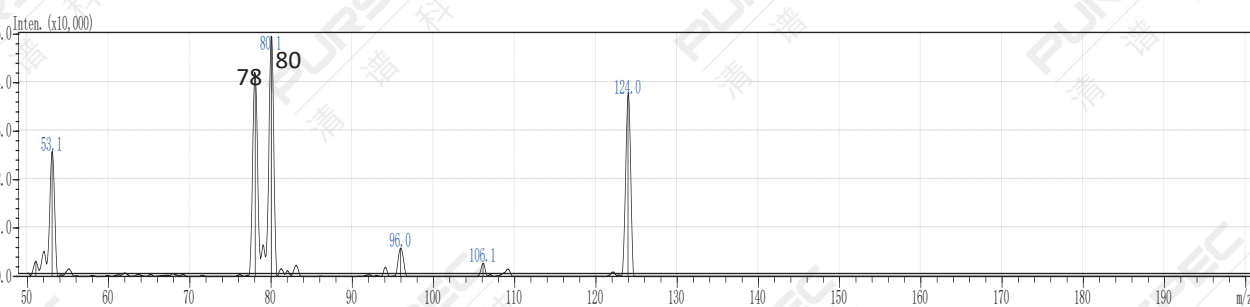
图 2.6 加标基质中辛伐他汀 (1.0 μ g/mL) 二级谱图 (441>325)

图 2.7 1.0 μ g/mL 烟酸标准品二级谱图 (124>80,78)

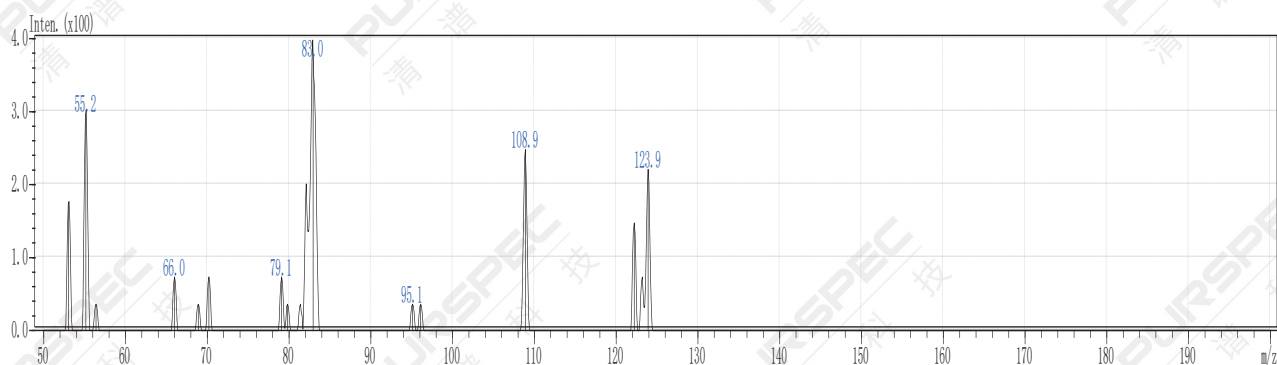


图 2.8 阴性基质中烟酸二级谱图 (124>80, 78)

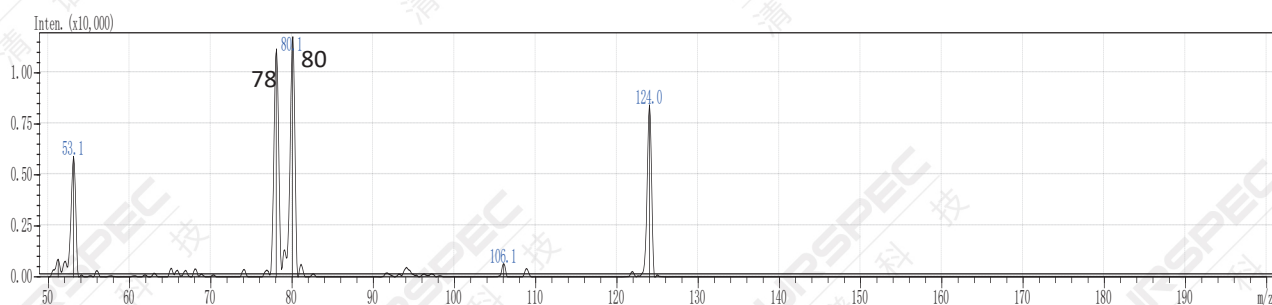


图 2.9 加标基质中烟酸 (5.0 μ g/mL) 二级谱图 (124>80,78)

2.2 检出限

通过对阴性降脂类保健品样品加标的方式考察了本方法的检出限, 以 $S/N=3$ 计, 本方法中洛伐他汀、辛伐他汀和烟酸的检出限均为 1.0 μ g/mL。

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降脂类保健品中洛伐他汀、辛伐他汀和烟酸的方法, 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, 可为快速完成降脂类保健品中洛伐他汀、辛伐他汀和烟酸的定性筛查提供了快速简单的解决方案。