

SCIEX液质联用系统对食品中21种利尿剂的测定

Determination of 21 diuretics in food by SCIEX LC-MS/MS System

谭建林¹, 程龙², 杨总², 刘冰洁²

Tan Jianlin¹, Cheng long², Yang zong², Liu bingjie²

¹ 云南省产品质量监督检验研究院; ² SCIEX应用支持中心

¹ Yunnan Institute of Product Quality Supervision and Inspection; ² SCIEX China;

关键词: LC-MS/MS; 利尿剂

Key words: LC-MS/MS; diuretics

引言

在食品安全监管面临的多重挑战中,非法添加药物成分以追求短期“效果”(如快速减重、掩盖其他违禁药物)是危害巨大的灰色地带。利尿剂,一类通过促进肾脏排钠排水来增加尿量、减轻水肿或降低血压的药物,近年来被不法分子非法添加到声称具有“减肥”、“排毒”或“塑身”功效的食品、保健品甚至普通饮料中。这种行为的目的往往是利用其脱水作用制造体重快速下降的假象,或试图通过增加排尿来稀释尿液以逃避其他兴奋剂(如合成代谢类固醇)的检测(尤其在竞技体育背景下)。然而,在非医疗目的、未经医生指导、且消费者不知情的情况下通过食品摄入利尿剂,对健康构成严重且直接的威胁。因此,建立一种能够同时、快速、精准地筛查和定量食品基质中多种利尿剂的方法,是保障消费者安全、维护市场秩序、履行监管职责的当务之急。

SCIEX 液质联用系统凭借其三重四极杆质谱的高特异性MRM扫描模式和低基质效应,可有效克服食品基质干扰,显著提高利尿剂类痕量检测的可靠性,为相关监管工作提供科学依据。

实验方法

1. 色谱条件

a) 色谱柱: Phenomenex Luna Omega Polar C18 (100 × 2.1 mm,

1.6 μm), 或性能相当者。

b) 流动相: A为水(0.01%甲酸), B为乙腈, 洗脱梯度见表1。

c) 流速: 350 μL/min。

d) 柱温: 40°C

表1. 梯度洗脱程序表

梯度时间/min	流动相A/%	流动相B/%
0	90	10
1	90	10
5.5	5	95
7.5	5	95
7.6	90	10
10	90	10

2. 质谱方法

离子源: ESI源, 正离子模式

扫描模式: MRM

离子源参数:

电 压 IS : 5500 V(+) / 4500 V(-) 源温度 TEM : 550 °C

气帘气 CUR : 30 psi

碰撞气CAD : Medium

雾化气 GS1 : 50 psi

辅助气GS2 : 55 psi

表2. MRM参数列表

中文名	Q1	Q3	ID	DP	CE	RT(min)
托拉塞米	349.1	264.1	Toraseamide-1	75	26	3.86
	349.1	290.1	Toraseamide-2	75	21	3.86
美托拉宗	366.1	259.1	Metolazone-1	80	27	4.24
	366.1	179.1	Metolazone-2	80	50	4.24
依普利酮	415.2	163.1	Eplerenone-1	80	27	4.38
	415.2	337.2	Eplerenone-2	80	26	4.38
托伐普坦	449.2	252.1	Tolvaptan-1	40	27	5.16
	449.2	119.1	Tolvaptan-2	40	52	5.16
坎利酮	341.2	107.1	Canrenone-1	130	35	5.22
	341.2	187.1	Canrenone-2	130	31	5.22
氨苯蝶啶	254.1	168.1	Triamterene-1	100	48	3.33
	254.1	237.1	Triamterene-2	100	35	3.33
螺内酯	341.1	187.1	Spironolactone-1	100	30	5.25
	341.1	107.1	Spironolactone-2	100	35	5.25
乙酰唑胺	221	83	Acetazolamide-1	-75	-23	2.33
	221	58	Acetazolamide-2	-75	-18	2.33
精磺胺	284	205	4-Amino-6-chlorobenzene-1,3-disulfonamide-1	-45	-29	2.32
	284	169	4-Amino-6-chlorobenzene-1,3-disulfonamide-2	-45	-31	2.32
氯噻嗪	294	214	Chlorothiazide-1	-125	-45	2.61
	294	179	Chlorothiazide-2	-125	-60	2.61
氢氯噻嗪	296	269	Hydrochlorothiazide-1	-60	-27	2.82
	296	205	Hydrochlorothiazide-2	-60	-32	2.82
氯噻酮	337	146	Chlortalidone-1	-60	-28	3.65
	337	190	Chlortalidone-2	-60	-23	3.65
甲氯噻嗪	358	258	Methyclothiazide-1	-60	-22	4.1
	358	194	Methyclothiazide-2	-60	-32	4.1
依匹噻嗪	424	300	Flurese-1	-25	-27	4.34
	424	310	Flurese-2	-25	-29	4.34
苄噻嗪	430	308	Benzthiazide-1	-60	-31	4.43
	430	228	Benzthiazide-2	-60	-55	4.43
环噻嗪	388	322	Cyclothiazide-1	-45	-32	4.53
	388	269	Cyclothiazide-2	-45	-42	4.53
泊利噻嗪	438	418	Polythiazide-1	-95	-17	4.6
	438	398	Polythiazide-2	-95	-22	4.6
苄氟噻嗪	420	289	Bendroflu Methiazide-1	-115	-32	4.6
	420	328	Bendroflu Methiazide-2	-115	-34	4.6
环戊噻嗪	378	205	Cyclopenthiazide-1	-125	-37	4.67
	378	269	Cyclopenthiazide-1	-125	-35	4.67
呋塞米	329	285	Furosemide-1	-95	-23	4.15
	329	205	Furosemide-2	-95	-29	4.15
丙磺舒	284	240	Probenecid-1	-60	-22	4.85
	284	164	Probenecid-2	-60	-31	4.85

3. 快速样品前处理

参考《BJS 202409食品中托拉塞米等19种利尿剂的测定》中前处理方法进行样品前处理。

结果与讨论

1、实验结果

1. 提取离子流色谱图:

本文涉及到的21种利尿剂，按照方法条件均获得很好的峰型，所有化合物都有较好的保留（见图1）。

2. 线性

将空白样品经过前处理提取，得到空白基质，应用空白基质配标。用空白基质配置各物质在0.1-100 ng/mL的标准曲线，使用外标法进行定量。结果表明，线性关系良好， r 值均大于0.995，（见图2），且各浓度点准确度均在85-115%间，可保证不同浓度水平样品的准确定量。

3. 重复性以及回收率

针对21种利尿剂，以食品为基质，在0.5 $\mu\text{g/kg}$ 、5 $\mu\text{g/kg}$ 、50 $\mu\text{g/kg}$ 三个浓度点下进行加标回收率实验，实际加标回收率在89.9%-105.5%范围内，符合方法学要求。同时，在三个浓度点下，连续进样（ $n=6$ ）考察方法的重复性，所有化合物6次进样峰面积RSD%均在1.08%~2.95%范围内，展现了方法的可靠性以及仪器的耐受性。

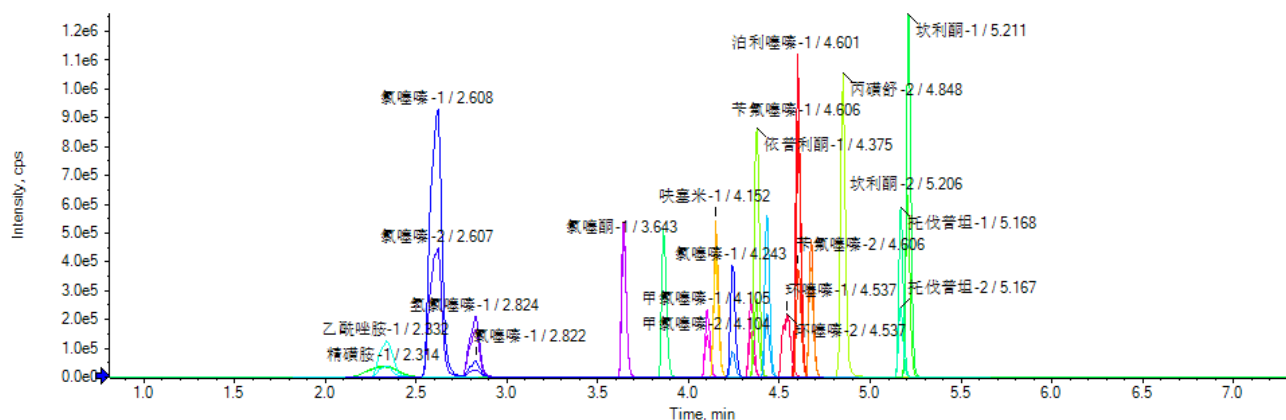


图1. MRM扫描模式下的提取离子流色谱图

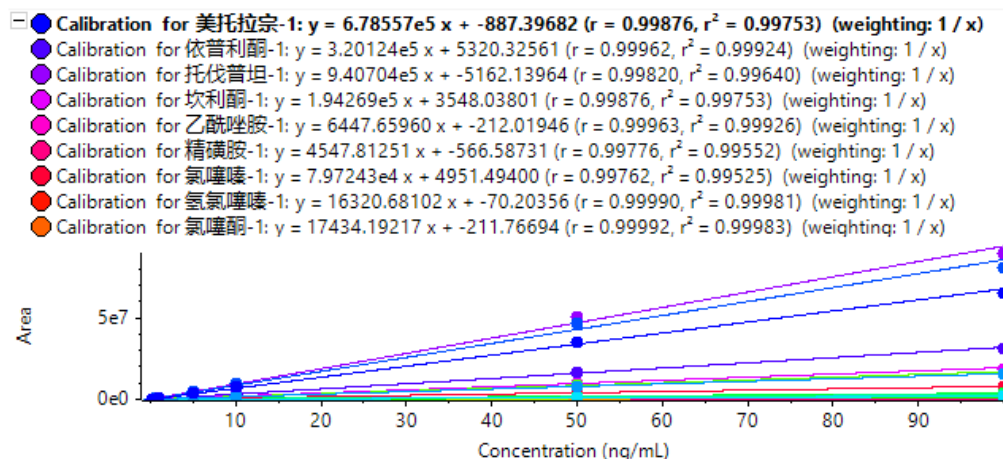


图2. 21种利尿剂的线性关系

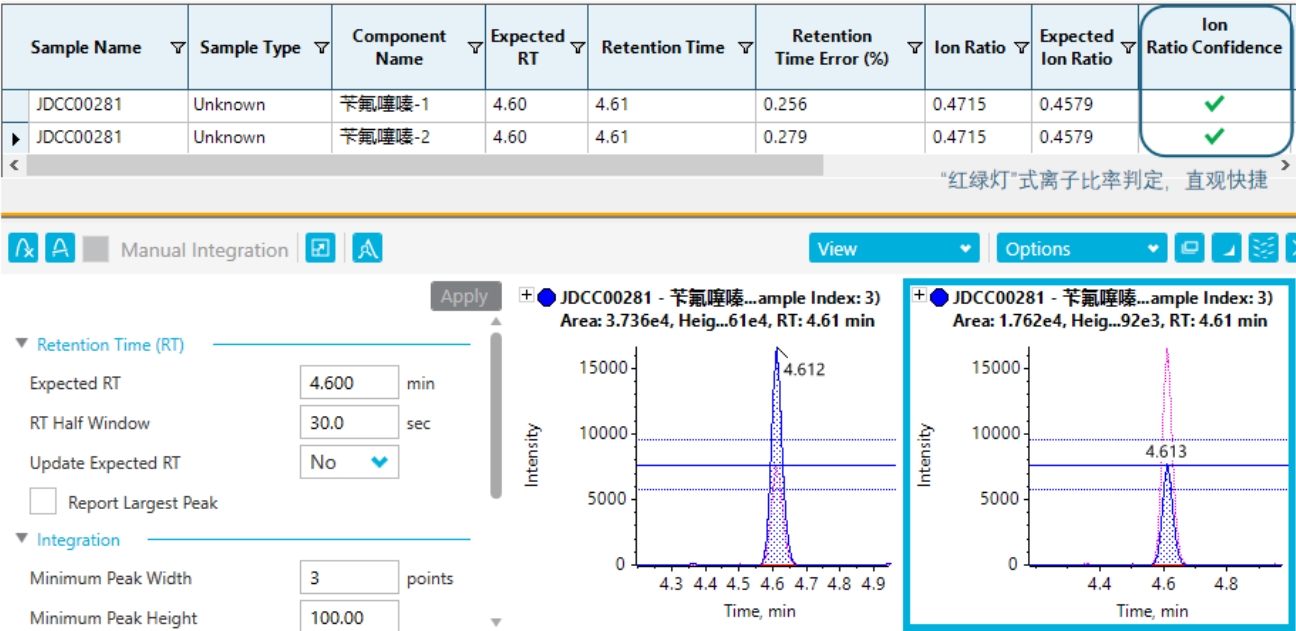


图3. SCIEX OS软件对实际样品进行处理界面展示：绿勾表示离子比率判定合格

4. 样品测试

针对某区域采集的样品进行检测，通过SCIEX OS软件对数据进行批量处理，可直观的通过离子比率对化合物进行定性定量分析（如图3）。

总结

本文基于SCIEX 质谱系统建立了食品中21种利尿剂的方法。一针进样，正负同时采集，10 min就可以完成快速完成检测，灵敏度高，为食品非法添加监管提供一种有效的方法。

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。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-35966-A