

# 气相色谱-质谱测定保健食品中的麻黄碱和伪麻黄碱

赵 婕, 邵 兵, 孟 娟, 吴国华, 薛 颖

(北京市疾病预防控制中心, 北京 100013)

关键词: 气相色谱-质谱; 固相萃取; 麻黄碱; 伪麻黄碱; 保健食品

中图分类号: O658 文献标识码: A 文章编号: 1000-8713(2004)02-0188-01

麻黄为麻黄科植物,是一种传统中药,含苯胺基胺类生物碱,主要为麻黄碱、伪麻黄碱和微量 1-N-甲基麻黄碱、d-N-甲基伪麻黄碱、d-去甲伪麻黄碱等,用于治疗风寒感冒、胸闷喘咳、风水浮肿、支气管哮喘<sup>[1]</sup>。同时它也有毒副作用,国际奥委会把它列为禁用药品,许多国家禁止其在食品、保健品中使用。测定麻黄碱的方法已有很多<sup>[2-5]</sup>,但具有各自的优缺点。本文用气相色谱-质谱联用法(GC-MS)得到较好的结果。

## 1 实验部分

**1.1 试剂与仪器** 麻黄碱和伪麻黄碱(Sigma Co.)、美托洛尔(Aldrich Co.)纯度均大于99%,甲醇、乙醇、甲苯均为色谱纯,高氯酸、氢氧化钠、浓盐酸、浓氨水均为分析纯。衍生剂:N,O-双三甲基硅烷三氟乙酰胺(BSTFA)/三甲基硅烷(99:1)。Oasis MCX固相萃取小柱(60 mg, 3 mL, Waters Co.)是混合型的固相萃取柱,具有反相和阳离子交换功能。超声波清洗仪,酸度计,离心机,24位固相萃取仪(Waters Co.),匀浆仪,恒温加热器。6890气相色谱-5973质谱联用仪(Aligent Co.),毛细管柱HP-5MS(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)。

**1.2 标准溶液的制备** 分别准确称取一定量的盐酸麻黄碱和盐酸伪麻黄碱标准品,用甲醇定容,配制成1 g/L的标准储备液,准确移取0.1 mL储备液至10 mL容量瓶中,用甲醇定容,配成约10 mg/L的混合标准溶液。

**1.3 样品的制备** 准确称取10 g口服液、5 g胶囊、5 g加工袋泡茶置于100 mL容量瓶中,加入20 mL水,混匀后,加入50 mL甲醇,在室温下用超声波提取1 h,加入甲醇定容至100 mL,混匀,取50 mL溶液离心,取2 mL上清液,加入10 mL水,用甲酸溶液酸化至pH 5备用。Oasis MCX固相萃取柱依次用3 mL甲醇、3 mL超纯水活化,将提取液以1 mL/min速度通过固相萃取柱,再依次用3 mL 0.1 mol/L高氯酸、3 mL甲醇、3 mL水洗涤固相萃取柱以淋洗酸性和中性的杂质,再用1.5 mL含1.5%氨水的30%甲醇水溶液洗涤,弃去洗涤液,用5 mL含0.25%氨水的乙醇溶液淋洗,收集淋出液,在微弱氮气流下吹至近干。于净化、吹干的样品残渣中加入20 μL的1 mg/L美托洛尔作内标,在微弱氮气流下浓缩至干,迅速加入100 μL的BSTFA,在75 °C下衍生化30 min。衍生化反应完成后取出冷却至室温,在微弱氮气流下吹干,加入200 μL甲苯,用于GC-MS分析。

**1.4 气相色谱-质谱测定** 载气流速40 cm/s,进样口温度260 °C,离子源温度230 °C,质谱四极温度150 °C,电子轰击能量70 eV;程序升温:70 °C保持1 min,以20 °C/min升至100 °C保持1 min,以5 °C/min升至135 °C,再以30 °C/min升至280 °C保持5 min。不分流进样,进样量1 μL。对样品采用全扫描模式,利用质谱图与保留时间定性;采用选择离子模式以多点校准定量,麻黄碱和伪麻黄碱衍生物的特征离子为m/z 58, 73;内标物特征离子为m/z 72, 223。

## 2 结果与讨论

**2.1 麻黄碱和伪麻黄碱的定性** 由图1可见,麻黄碱、伪麻黄碱得到很好的分离。根据单标样品的保留时间可确定两个峰分别是麻黄碱和伪麻黄碱,二者具有相似的质谱图。因此,定性的鉴定必须利用保留时间和质谱共同来确定。

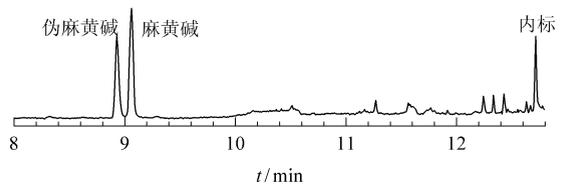


图1 麻黄碱、伪麻黄碱的GC-MS图

**2.2 线性范围和检测限** 分别取1 mg/L的麻黄碱、伪麻黄碱混合标准溶液2, 10, 50, 100, 200 μL,加入50 ng的内标物,按实验部分进行衍生测定。以目标物质与内标的峰面积比对目标物质的浓度进行线性回归,相关系数大于0.999,这说明本方法对目标物质在较大浓度范围都具有较好的相关性。方法检测限为0.1 μg/kg(S/N=3)。

**2.3 方法回收率** 以茶叶、胶囊、口服液为背景,分别添加3个浓度水平的混合标准溶液,每个水平测定6次,做加标回收实验。结果表明,本法对麻黄碱、伪麻黄碱在3种不同基质中的回收率为87.2%~104.6%,RSD为2.8%~6.9%。

## 参考文献:

[1] 李远珍,孙源泉,唐万东,江华强. 中成药, 1995, 17(1): 12  
[2] Falco P C, Cabeza A S, Legua C M. Anal Lett, 1994, 27(3): 531  
[3] 佟莱阁,姚桂根,吴正红. 中成药, 1992, 14(1): 15  
[4] Yamsaki K, Fujita K. Chem Pharm Bull, 1979, 27(1): 43  
[5] Hurlbut J A, Carr J R, Singleton E R, Faul K C, Madson M R, Storey J M, Thomas T L. J AOAC Int, 1998, 81: 1121

收稿日期 2003-06-24

作者简介: 赵 婕,女,助理研究员,从事食品污染物分析。

通讯联系人: 邵 兵,男,助理研究员,从事环境污染物和食品污染物分析, Tel (010)64212461-503, E-mail shaobingch@sina.com.

基金项目: “十五”国家重大科技专项资助(2001BA804A18-02)。