

SCIEX液质联用系统对食品中比沙可啶及其环丙甲酰替代物的测定

Determination of Bisacodyl and Bisacodyl Cyclopropylcarbonyl Analog in food by SCIEX LC-MS/MS system

谭建林¹, 赵秀琳¹, 程龙², 杨总², 刘冰洁²
Tan Jianlin¹, Zhao Xiulin¹, 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; 比沙可啶及其环丙甲酰替代物; 非法添加

Key words: LC-MS/MS; Bisacodyl; Bisacodyl Cyclopropylcarbonyl Analog; illegal added

引言

近年来，宣称具有“减肥”功效的食品非法添加药物案件激增，严重危害公众健康。为严厉打击此类违法行为，近期，国家市场监督管理总局发布了关于打击食品中非法添加比沙可啶及其系列衍生物违法行为的通知。比沙可啶（CAS: 603-50-9，化学式：C₂₂H₁₉NO₄）可以通过刺激大肠神经丛加速肠道蠕动，是用于治疗便秘的处方药。然而，比沙可啶在合成过程中会伴生出一种杂质——比沙可啶环丙甲酰基替代物（CAS: 3040279-06-6，化学式：C₂₆H₂₃NO₄），见图1。其微小的化学结构差异可能导致生物活性的变化，因此在药物纯化过程中需要严格控制杂质的含量。不法分子将比沙可啶及其环丙甲酰替代物非法添加于减肥食品/保健食品中，长期使用可导致电解质紊乱、肠功能损伤。因其残留周期长、隐蔽性强，已成为欧盟EU 2021/808（2023年修订版）等法规的重点监控对象。2024年欧盟RASFF通报显示，该替代物在减肥茶等食品中的检出占比非常高，美国FDA同年亦查获多起相关案件。

本方案基于SCIEX液质联用系统建立高灵敏、高准确度的检测方法，为打击此类食品中非法添加行为提供关键技术支撑，切实保障消费者健康安全，同时满足进出口合规筛查与企业源头管控需求。

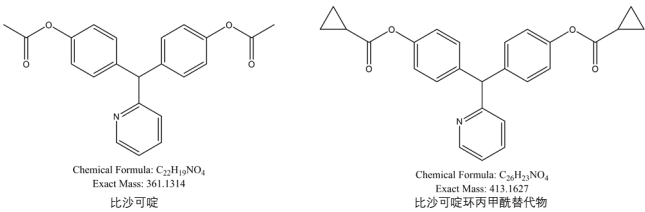


图1. 比沙可啶及比沙可啶环丙甲酰替代物结构式

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0.1%甲酸水溶液，B为乙腈，梯度洗脱程序见表1。

表1. 梯度洗脱程序表

梯度时间/min	流动相A/%	流动相B/%
0	95	5
0.5	95	5
2.0	5	95
4.0	5	95
4.1	95	5
6.0	95	5

- c) 流速: 400 μ L/min。
- d) 柱温: 40 $^{\circ}$ C

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 (+)

源温度 TEM: 550 $^{\circ}$ 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

Q1	Q3	ID	DP	CE
362.1	184.1	Bisacodyl-1	100	31
362.1	226.1	Bisacodyl-2	100	23
414.2	252.1	Bisacodyl Cyclopropylcarbonyl Analog-1	90	28
414.2	184.1	Bisacodyl Cyclopropylcarbonyl Analog-2	90	36

3. 快速样品前处理

取代表性样品充分搅碎, 均质, 混匀。准确称取1.0 g样品于50 mL离心管中, 加入20 mL 乙腈水 (V:V=50:50), 超声提取15 min, 冷却到室温, 于4000 r/min离心5 min, 取上清液, 过膜, 待上机测试。

实验结果

1. 提取离子流色谱图:

本文涉及到的比沙可啶及其环丙甲酰替代物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2)。

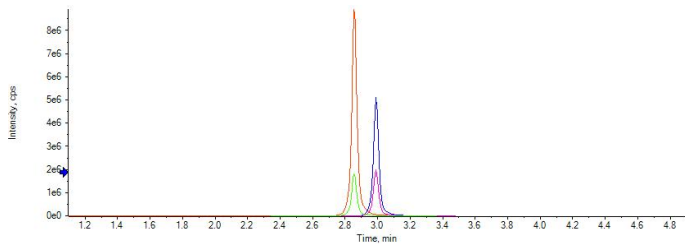


图2. MRM扫描模式下的提取离子流色谱图

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1-100 ng/mL的标准曲线, 结果表明, 线性关系良好, r 值均大于 0.995, (见图3), 且各浓度点准确度均在80-120% 间, 可保证不同浓度水平样品的准确定量。

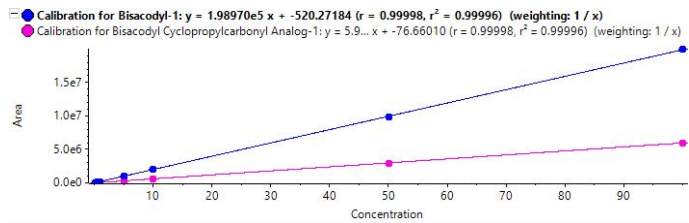


图3. 沙可啶及环丙甲酰替代物的线性关系

3. 重复性以及回收率

针对比沙可啶及环丙甲酰替代物, 以食品为基质, 在2 ng/mL、10 ng/mL、100 ng/mL三个浓度点下进行加标回收率实验, 实际加标回收率在88.5%-110.5%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0.58%~2.95%范围内, 展现了方法的可靠性以及仪器的耐受性。

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4)。

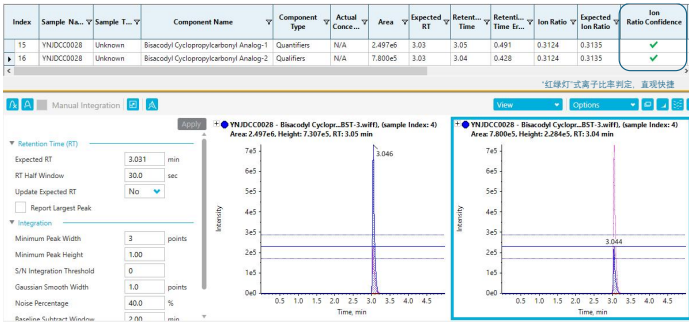


图4. SCIEX OS软件对实际样品进行处理界面展示: 绿勾表示离子比率判定合格

总结

本文基于SCIEX 质谱系统建立了食品中比沙可啶及环丙甲酰替代物非法添加的方法。一针进样，6 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-35418-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市昌平区生命科学园科学园路
18号院A座一层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390

全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333

官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：[SCIEX-China](#)