

# 保健品中褪黑素的气相色谱-质谱分析

卫煜英 曹艳平 周永浩  
(山东省卫生防疫站 济南 250014)

褪黑素又名松果体素,是由人体内松果体细胞合成和分泌的一种吲哚类化合物,化学名为 N-乙酰-5-甲氧基色胺,亦可由 5-羟色胺代谢合成。1958 年由美国耶鲁大学教授 Aron 首先发现,因其能抑制动物皮肤色素生成故名褪黑素 (Melatonin)。90 年代作为保健品风靡欧美,被认为具诱导自然睡眠,延缓衰老,提高机体免疫作用及预防癌症等功效,目前还未发现对人体有毒副作用。褪黑素的测定方法大多采用液相色谱法[1],本文采用 GC-MS 方法进行定性,并用 SIM 法进行定量。

## 1 实验方法

1.1 仪器与试剂: HP5890GC-HP5970BMSD, 甲醇 (AR)重蒸, 小型超声水浴。

1.2 气相色谱-质谱条件: 色谱柱 SF-54 弹性石英毛细管柱 30mX0.22mmX0.22um 进样口温度 250℃, 柱温 230℃, 接口温度 280℃。离子源 EI,70ev, 载气氮气, 柱前压 45Kpa, 扫描范围 30-300amu, 倍增器电压 2800V。

1.3 样品测定: 取样品 5-10 片研磨均匀后,称取 0.50g 于具塞比色管中,加甲醇 2ml,浸泡 1h,超声 20min,静止片刻,上清液过滤入 5ml 容量瓶内,沉淀物再加 2ml 甲醇,超声 20min 并过滤,用 2ml 甲醇再提取二次,然后用甲醇定容至刻度,进样 1ul。

### 1.4 校正曲线的制备

将褪黑素标准配制成 100, 200, 300, 400ug/ml, 同样品条件一致,进样 1ul。

## 2 结果与讨论

2.1 在本色谱条件下,褪黑素在 12.5min 开始出峰,并能明显看出有二个保留时间相近的,未分开的峰有可能是质谱图完全相同的同分异构体峰(图 1),褪黑素的质谱图如图 2 所示,232 为分子离子峰,173, 160 均为这两个同分异构体的基峰。

2.2 采用 160, 173 作为选择离子进行选择离子扫描,可消除样品中的干扰物影响并大大提高灵敏度,使最低检出浓度能达 20ug/ml。为适应保健品含量测定,在 100-400ug/ml 浓度范围做校正曲线,线性关系良好,  $r=0.999$ 。图 3 为松花梦宁样品提取液的选择离子扫描图。

### 2.3 精密度及回收率试验

同一样品进样 5 次,相对标准偏差为 8.25%,回收率试验结果良好如表 1 所示。

2.4 采用超声萃取法提取褪黑素,效果比浸泡法好。

## THE ANALYSIS OF MELATONIN IN HEALTH-CARING MEDICINE BY GAS CHROMATOGRAPHY-MASS SPECTROMETRY

WEI Yuying, CAO Yanping, ZHOU Yonghao

(Shandong Sanitary and Aniepidemie Station, Jinan 250014, China)

Melatonin is synthesised and secreted by cells of pineal body in human body .A rapid and precise method for the determination of melatonin in health-caring medicine, based on gas chroma-tography - mass spectrometry, has been developed. The quantitation was performed with external standard in SIM. The calibration curve of melatonin was linear in range of 100-400ug/ml and recovery was 75.8-91.8%,RSD was 8.25%.



图 1 褪黑素标样总离子流图

Fig 1 TIC of Melatonin standard

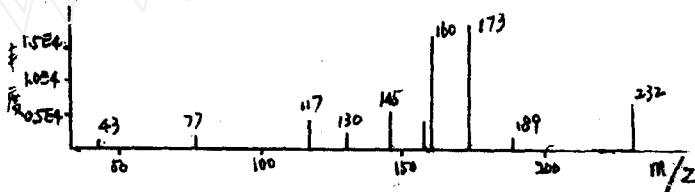


图 2 褪黑素标样质谱图

Fig 2 Mass spectrum of Melatonin standard

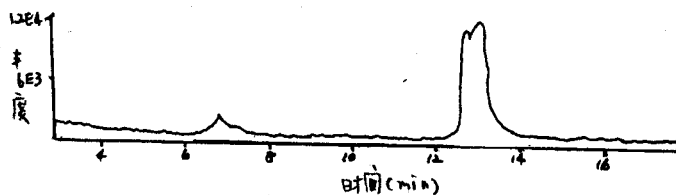


图 3, 松花梦宁样品 SIM 扫描图

Fig 3 SIM of song hua meng ning sampl(160m/z,173m/z)