

ICS
CCS

T

团 体 标 准

T/CATCM XXX - 2025

中药及相关产品中添加盐酸西布曲明等 10种减肥类化学品的检查方法

Methods for detecting 10 weight-loss chemicals including sibutramine hydrochloride
added to traditional Chinese medicine and related products

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国中药协会 发布

目 次

前 言	2
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
附录 A	2
附录 B	5
附录 C	6

中国中药协会团体标准

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2020 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国中药协会提出并归口。

本标准起草单位：中国食品药品检定研究院、四川省药品检验研究院、甘肃省药品检验研究院、山东省食品药品检验研究院、广东省药品检验所、内蒙古自治区通辽市奈曼旗市场监督管理局。

本标准主要起草人：李明华、王献瑞、吴玉、王君妍、李雯、武浩楠、张佳婷、荆文光、郭晓晗、陈佳、王莹、程显隆、林永强、魏锋、何成军、苟琰、马潇、张明童、汪冰、刘潇潇、杨慧。

本标准属于技术方法类标准，只用于行业检测使用，不用于药品监管。

中药及相关产品中添加盐酸西布曲明等 10 种减肥类化学品的检查方法

1 范围

本方法规定了中药及相关产品中减肥类化学品酚酞、盐酸西布曲明、盐酸芬氟拉明、奥利司他、N-苯甲酰基西布曲明、盐酸 N-单去甲基西布曲明、盐酸 N,N-双去甲基西布曲明、比沙可啶、盐酸安非他酮和咖啡因的液相色谱-串联质谱检测方法。

本方法适用于山楂、鸡内金、陈皮、莱菔子、茯苓、白术、泽泻、薏苡仁、芦荟、番泻叶、减肥胶囊、香砂六君丸、新复方芦荟胶囊、防风通圣丸、健脾八珍糕中上述 10 种减肥类化学品的检测，其他中药及相关产品可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

《中华人民共和国药典》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

中药及相关产品 traditional Chinese medicine and related products

包括：中药材、中药饮片、中成药、中药配方颗粒及相关保健品。

3.2

减肥类化学品 weight-loss chemicals

具有减肥功效的化学品类。

4 检查方法

见附录A。

附录A

(规范性附录)

中药及相关产品中添加盐酸西布曲明等 10 种减肥类化学品的检查方法

A.1 标准溶液的制备

分别称取酚酞、盐酸西布曲明、盐酸芬氯拉明、奥利司他、N-苯甲酰基西布曲明、盐酸 N-单去甲基西布曲明、盐酸 N,N-双去甲基西布曲明、比沙可啶、盐酸安非他酮和咖啡因标准品 0.005 g，精密称定，置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇溶解并至刻度，得到浓度为 0.1 mg/mL 的储备液，4 °C 避光贮存。

A.2 混合标准溶液的制备

分别精密量取标准溶液适量，加甲醇稀释至浓度为 100 ng/mL 的混合标准溶液，4 °C 避光贮存。

A.3 供试品溶液的制备

分别取供试品粗粉约 1g，精密称定，置离心管中，加甲醇 20mL，超声处理（功率 500W，频率 45kHz）20 分钟，离心（转速为每分钟 4000 转）5 分钟，取上清液，置 25mL 量瓶中，加甲醇至刻度，经微孔滤膜过滤(0.22 μm，有机相)，即得。

A.4 检测

A.4.1 色谱、质谱条件与系统适用性试验

采用 Waters ACQUITY™ Premier HSS T3 (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm) 色谱柱，以乙腈为流动相 A，0.1%甲酸-5mmol/L 乙酸铵水溶液为流动相 B，按表 A.1 中的规定进行梯度洗脱，流速为 0.4ml/min；离子化方式：电喷雾离子化 (ESI⁺)，检测方式：多反应检测 (MRM)，雾化气：N₂，毛细管电压：3.00kV，锥孔电压：25 V，去溶剂温度：500 °C，去溶剂气流速：800 L/Hr。各化合物的离子对、碎裂电压、碰撞能量和离子化模式见表 A.2。

取混合标准溶液，进样 1μl，按以下离子对测定的 MRM 色谱峰的信噪比均应大于 10：1。

表 A.1 梯度洗脱表

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
---------	-----------	-----------

0	5	95
2	5	95
4	20	80
7	30	70
10	41	59
13	43	57
18	95	5
24	95	5
25	5	95
30	5	95

表 A.2 标准品的主要质谱参数

序号	化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碎裂电压 (V)	碰撞能量 (eV)	离子化模式
1	酚酞	319.2	225.1	26	22	+
		319.2	105.0	26	38	+
2	盐酸西布曲明	280.0	138.9	20	5	+
		280.0	124.9	20	5	+
3	奥利司他	496.3	319.2	44	12	+
		496.3	159.9	44	12	+
4	N-苯甲酰基西布曲明	356.5	139.3	40	26	+
		356.5	125.1	40	26	+
5	盐酸 N-单去甲基西布曲明	266.8	139.4	14	14	+
		266.8	125.1	14	20	+
6	盐酸芬氟拉明	232.4	159.1	10	24	+
		232.4	109.1	10	40	+
7	盐酸 N,N-双去甲基	252.2	139.2	18	10	+

序号	化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碎裂电压 (V)	碰撞能量 (eV)	离子化模式
	西布曲明	252.2	125.2	18	22	+
		366.1	117.1	16	38	+
8	比沙可啶	362.3	184.1	50	24	+
		362.3	226.1	50	18	+
9	咖啡因	195.1	138.0	50	17	+
		195.1	110.0	50	23	+
10	盐酸安非他酮	240.1	183.9	4	12	+
		240.1	130.9	4	28	+

A.4.2 测定

分别吸取供试品溶液和混合标准溶液各 1 μ l，注入高效液相色谱-三重四极杆质谱联用仪，测定，即得。

A.5 结果判定

供试品的提取离子流色谱中，应不得同时出现与混合标准溶液色谱相应的色谱峰。

附录B

(规范性附录)

标准品信息

中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子 量
酚酞	Phenolphthalein	77-09-8	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318.33
盐酸西布曲明	Sibutramine Hydrochloride	125494-59-9	C ₁₇ H ₂₆ ClN·HCl·H ₂ O	334.32
盐酸芬氟拉明	Fenfluramine Hydrochloride	404-82-0	C ₁₂ H ₁₆ F ₃ N·HCl	267.72
奥利司他	Orlistat	96829-58-2	C ₂₉ H ₅₃ NO ₅	495.73
盐酸 N-单去甲基西布曲明	Desmethylsibutramin Hydrochloride	84467-94-7	C ₁₆ H ₂₄ ClN·HCl	302.28
盐酸 N,N-双去甲基西布曲明	Didesmethyl Sibutramine Hydrochloride	84484-78-6	C ₁₅ H ₂₂ ClN·HCl	288.26
N-苯甲酰基西布曲明	N-Benzoylsibutramine		C ₂₂ H ₂₆ ClNO	355.90
比沙可啶	Bisacodyl	603-50-9	C ₂₂ H ₁₉ NO ₄	361.39
咖啡因	Caffeine	58-08-2	C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₂	194.19
盐酸安非他酮	Bupropion Hydrochloride	31677-93-7	C ₁₃ H ₁₈ ClNO·HCl	276.21

附录C

(规范性附录)

标准品提取离子流色谱图

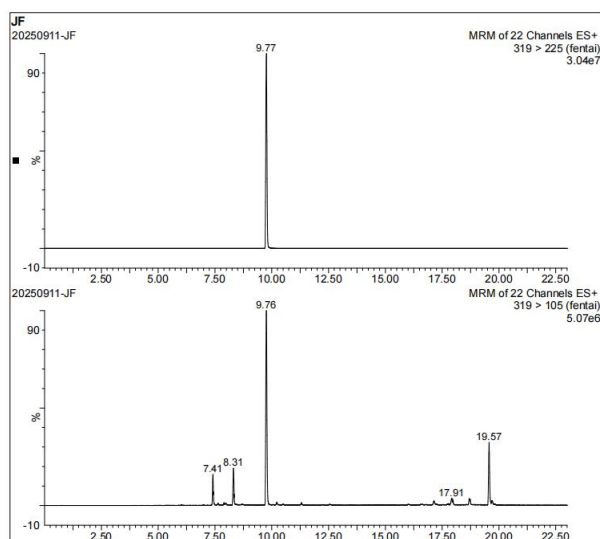


图 C.1 酚酞

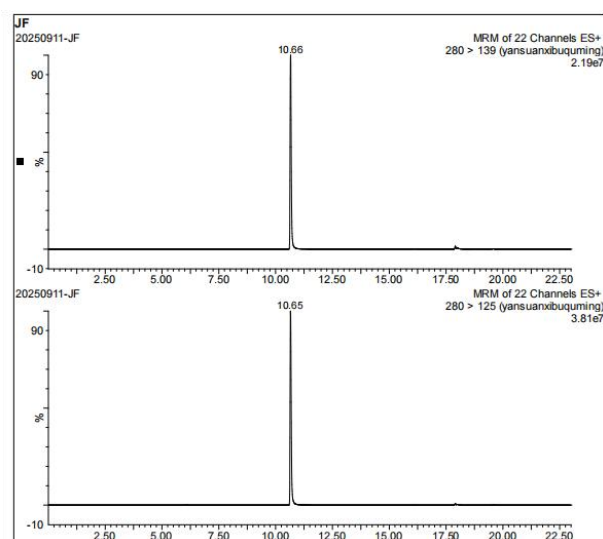


图 C.2 盐酸西布曲明

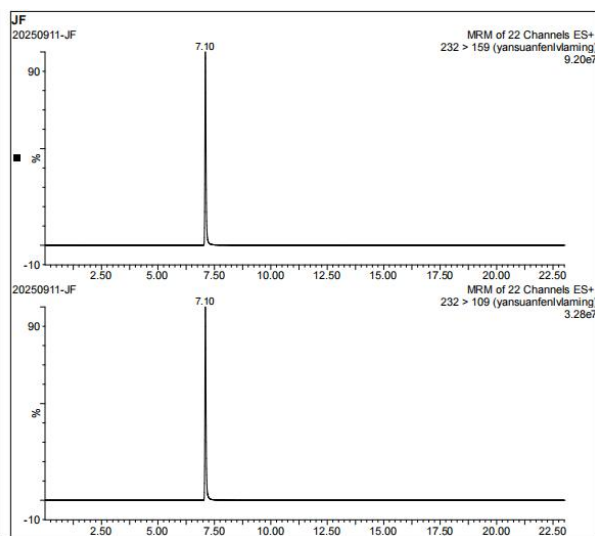


图 C.3 盐酸芬氟拉明

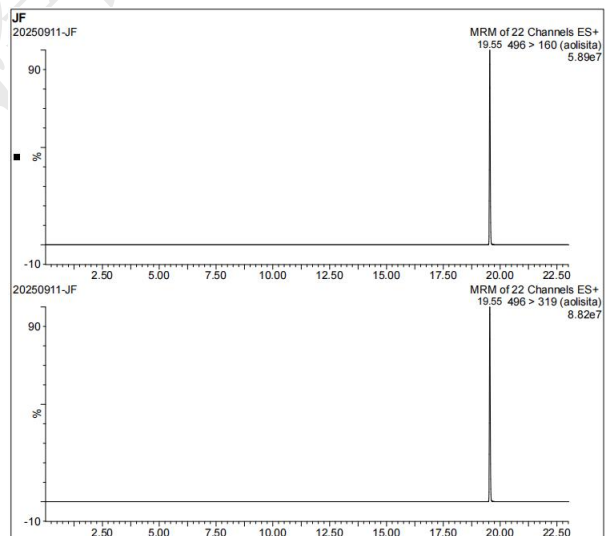


图 C.4 奥利司他

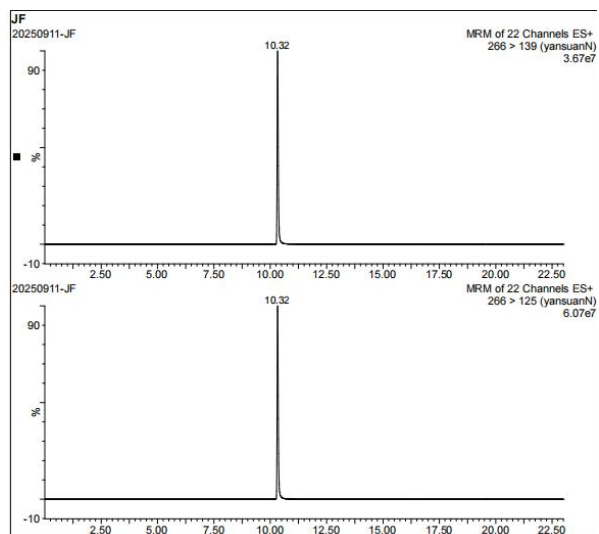


图 C.5 盐酸 N-单去甲基西布曲明

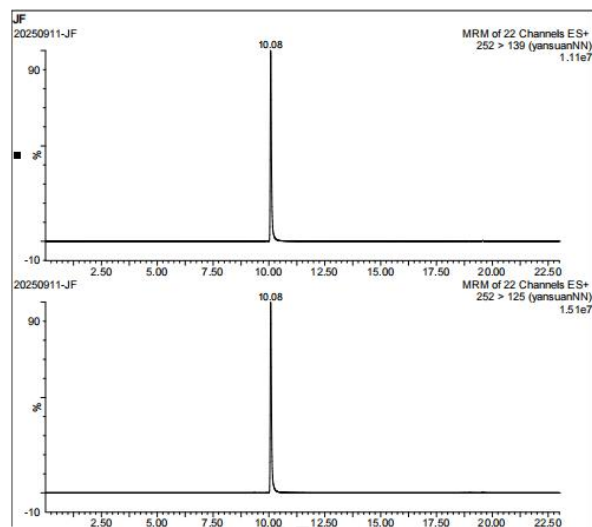


图 C.6 盐酸 N,N-双去甲基西布曲明

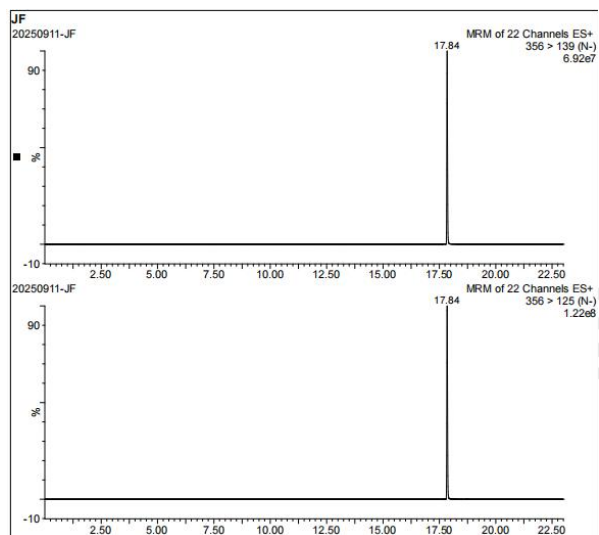


图 C.7N-苯甲酰基西布曲明

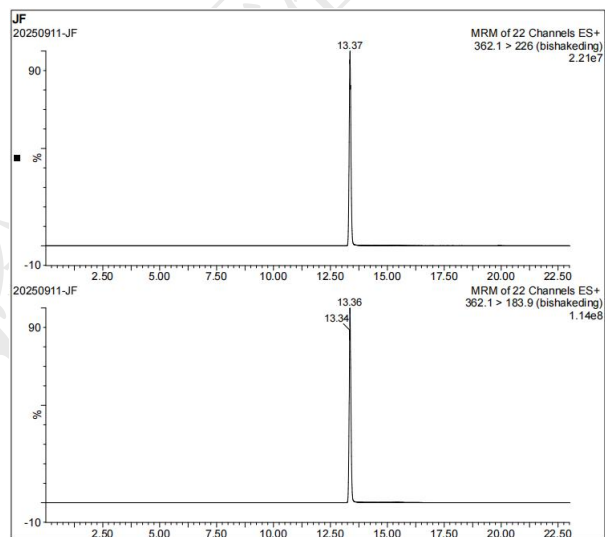


图 C.8 比沙可啶

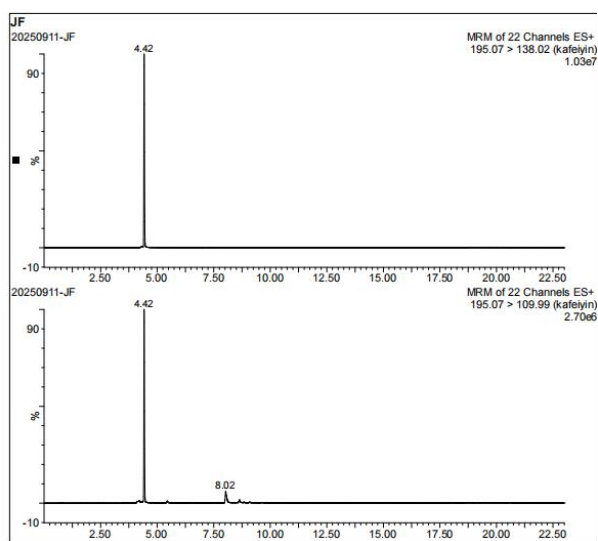


图 C.9 咖啡因

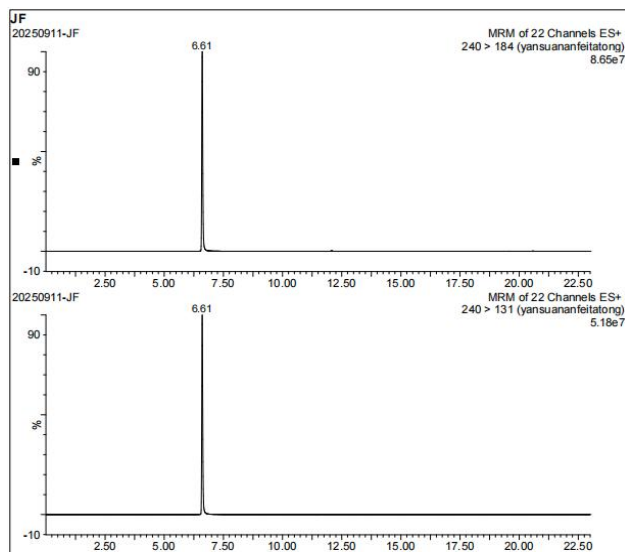


图 C.10 盐酸安非他酮