



VIỆN KIỂM NGHIỆM AN TOÀN VỆ SINH THỰC PHẨM QUỐC GIA
NATIONAL INSTITUTE FOR FOOD CONTROL

THỰC HÀNH
ỨNG DỤNG LC-HRMS
PHÁT HIỆN CHẤT CẤM TRONG TPBVSK

Nguyễn Thị Hồng Ngọc - Khoa Độc học và Dự nguyên

8/21/2025

ỨNG DỤNG LC-HRMS PHÁT HIỆN CHẤT ỨC CHẾ PDE-5 TRONG TPBVSK



1

Nguyên lý

2

Các bước xử lý mẫu

3

Phân tích mẫu trên thiết bị

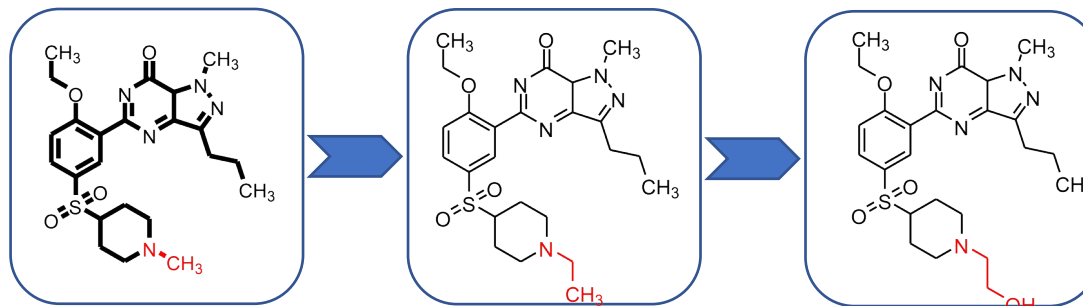
4

Xử lý dữ liệu và báo cáo kết quả



CHẤT ỨC CHẾ PHOSPHODIESTERASE TYPE-5 (PDE-5i)

PDE-5i
trộn trái phép để
tăng công dụng của
sản phẩm

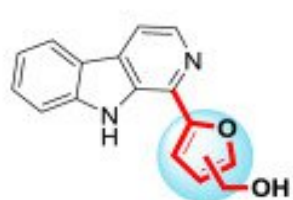


Sildenafil (Viagra)

Homosildenafil

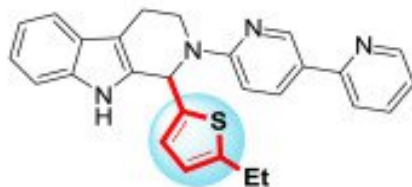
Hydroxyhomosildenafil

PP phân tích thông
thường sẽ bỏ qua
những hoạt chất mới

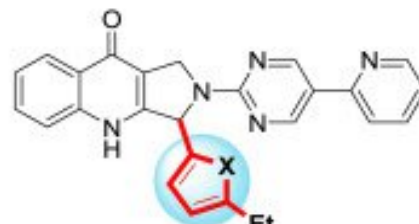


5a R = 5-hydroxymethyl, IC_{50} = 9.3 μ M

5b R = 3-hydroxymethyl, IC_{50} = 4.9 μ M



6 PDE 5 IC_{50} = 86 nM



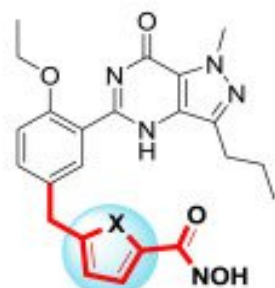
7a X = S, PDE 5 IC_{50} = 0.60 nM, PDE6/5 = 8-fold

7b X = O, PDE 5 IC_{50} = 0.53 nM, PDE6/5 = 4-fold



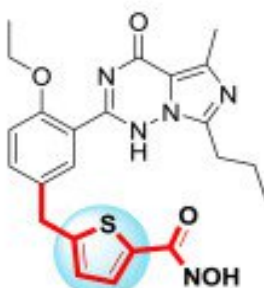
8a n = 1, PDE 5 IC_{50} = 160 nM

8b n = 4, PDE 5 IC_{50} = 170 nM

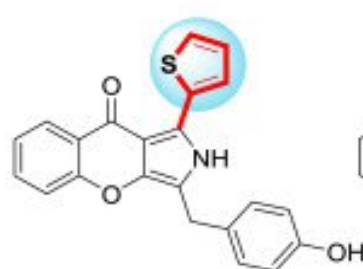


9a X = O, PDE5 IC_{50} = 3 nM

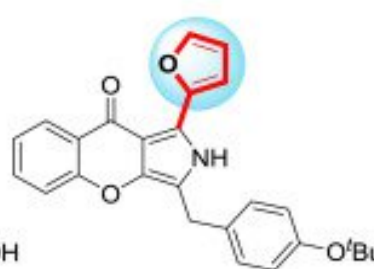
9b X = S, PDE5 IC_{50} = 11 nM



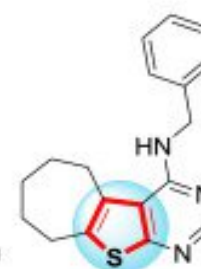
10 PDE5 IC_{50} = 3 nM



11 PDE5 IC_{50} = 17 nM



12 PDE5 IC_{50} = 240 nM



13 PDE5 IC_{50} = 190 nM

Sự xuất hiện của
những hoạt chất mới,
giữ nguyên tác dụng
của chất nguyên bản,
chỉ thay đổi 1 hoặc 1
vài nhóm thế

I. NGUYÊN TẮC VÀ PHẠM VI ÁP DỤNG



- Chất phân tích được chiết khỏi nền mẫu bằng dung môi acetonitrile: nước (1:1), lọc qua màng lọc 0,22 μm và phân tích bằng LC-HRMS.
- **Nền mẫu** áp dụng: thực phẩm bảo vệ sức khỏe (TPBVSK) dạng viên nang cứng, viên nang mềm và dạng lỏng.
- **Giới hạn phát hiện (LOD)**, **giới hạn định lượng (LOQ)** của phương pháp trên nền mẫu thực phẩm bảo vệ sức khỏe là 0,1 (mg/kg) và 0,3 (mg/kg).

NGUYÊN TẮC VÀ PHẠM VI ÁP DỤNG



- Phương pháp được áp dụng để phân tích các chỉ tiêu sau (**19 chất trong danh mục thông tư số 10/2021/TT-BYT**): Aildenafil, Aminotadalafil, Benzamildenafil, Desmethyl carbodenafil, Desmethylsildenafil, Dimethylacetildenafil, Dithiodesmethylcarbodenafil, Hydroxyhomosildenafil, Hydroxyacetildenafil, N-Desmethyl tadalafil, N-Desmethyl-N-benzylsildenafil, N-Desmethylvardenafil, Piperadino vardenafil, Sildenafil, Sulfoaildenafil (Thioaildenafil), Sulfohydroxyhomosildenafil, Tadalafil, Thiosildenafil, Vardenafil **và các dạng analogue**

THIẾT BỊ - DỤNG CỤ



CÁC BƯỚC TIẾN HÀNH

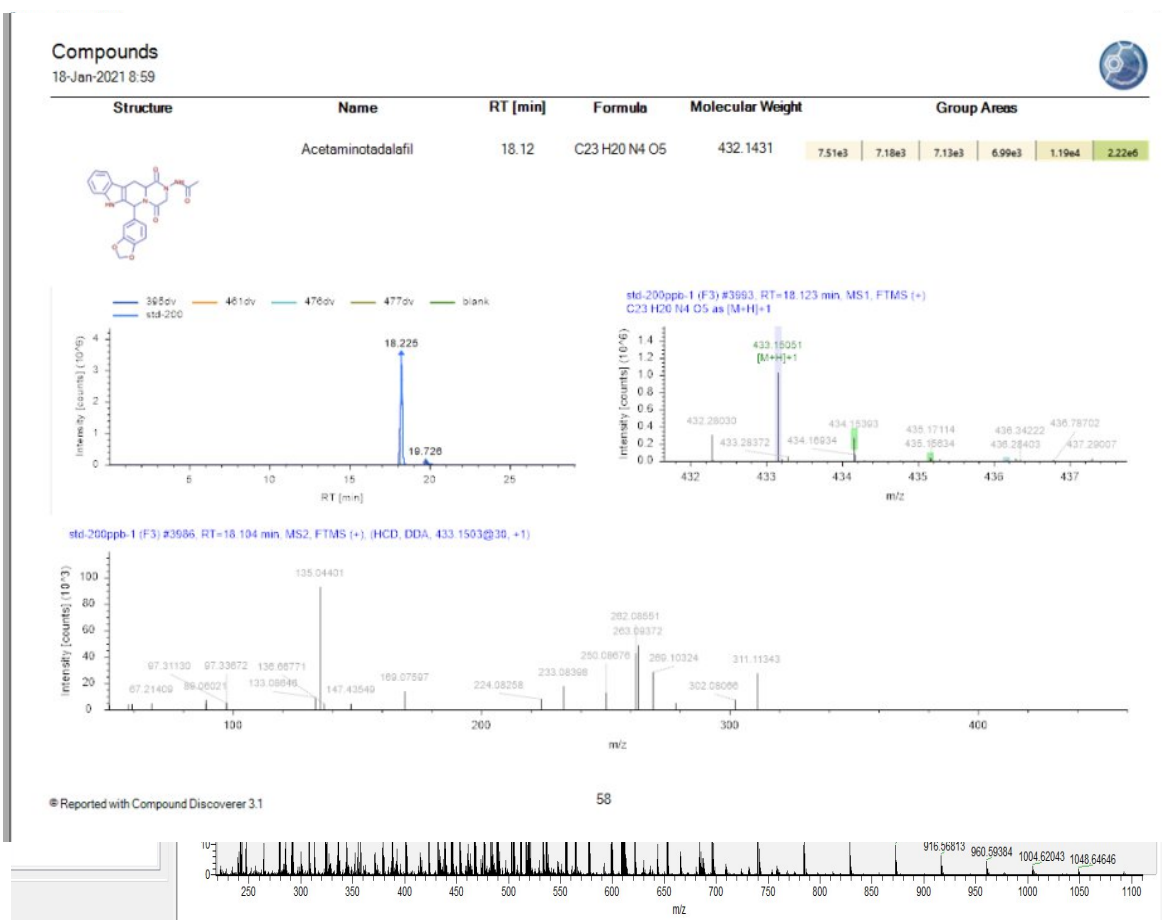
Xử lý mẫu

Phân tích trên LC-HRMS

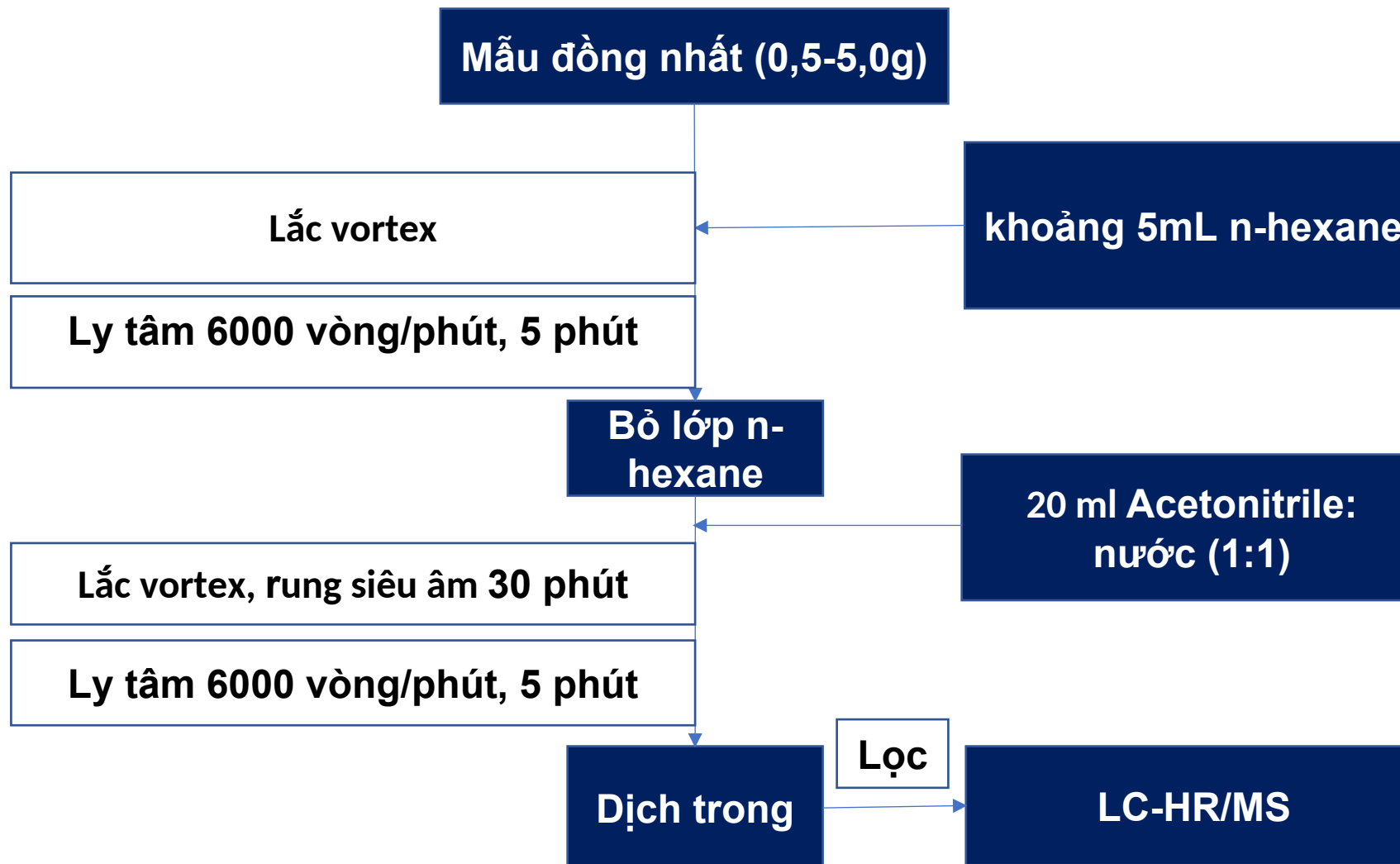
Xử lý dữ liệu

Phân tích dữ liệu

Định danh các chất tìm thấy



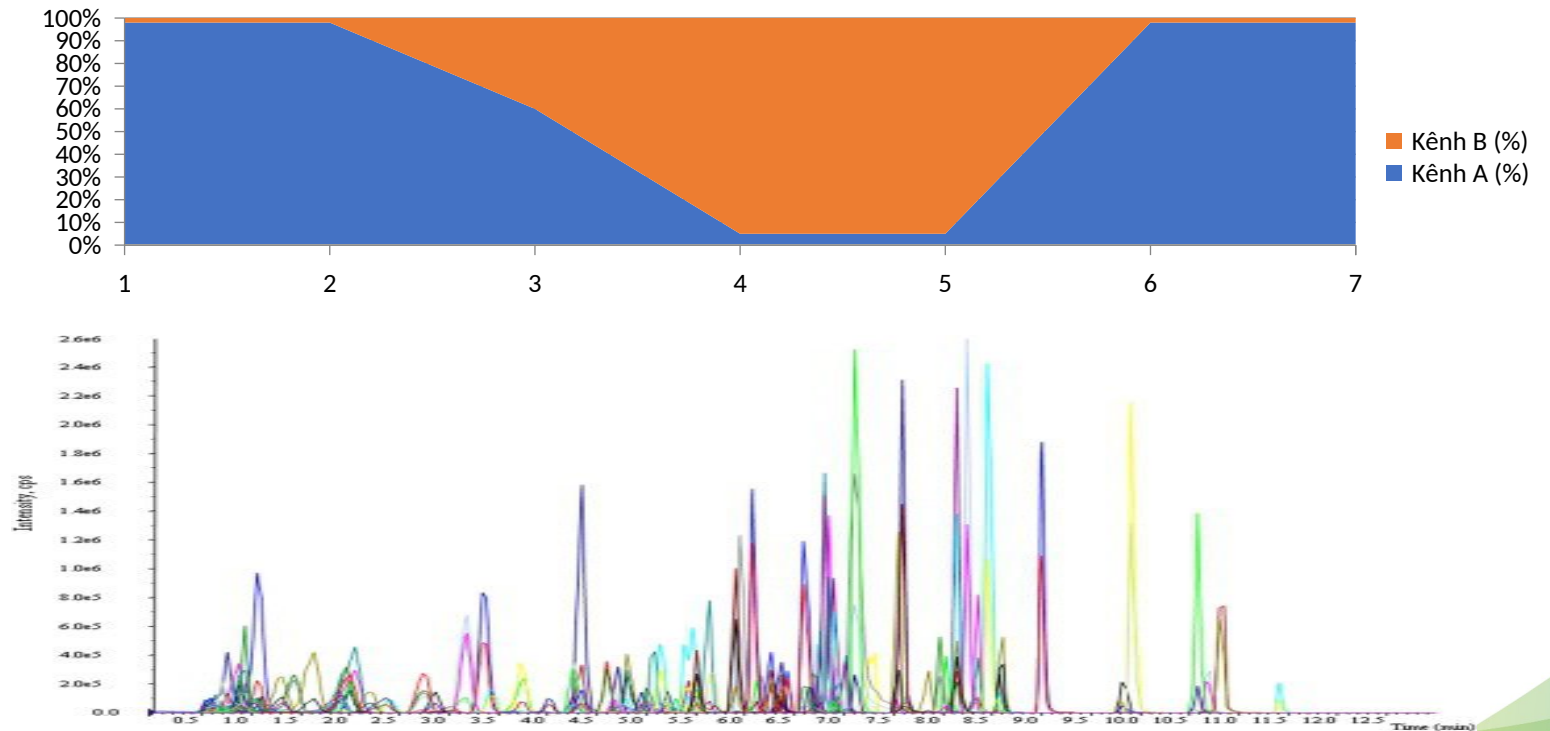
II. QUY TRÌNH XỬ LÝ MẪU



III. PHÂN TÍCH MẪU TRÊN THIẾT BỊ

Điều kiện sắc ký

- Cột phân tích: C18 (100 mm x 1,7 μ m x 2,1 mm) và tiền cột C18
- Pha động: (A) 10 mM HCOONH₄ và 0,1 % acid formic trong nước,
(B) 10 mM HCOONH₄ và 0,1 % acid formic trong ACN: MeOH (1:1, v/v)
- Gradient pha động:



Điều kiện HRMS

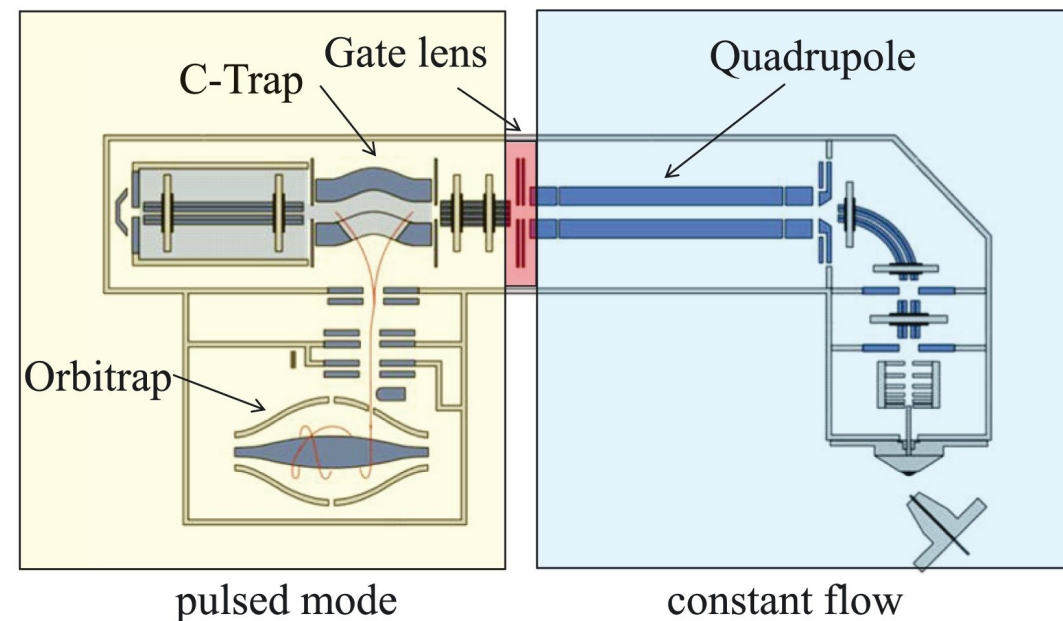
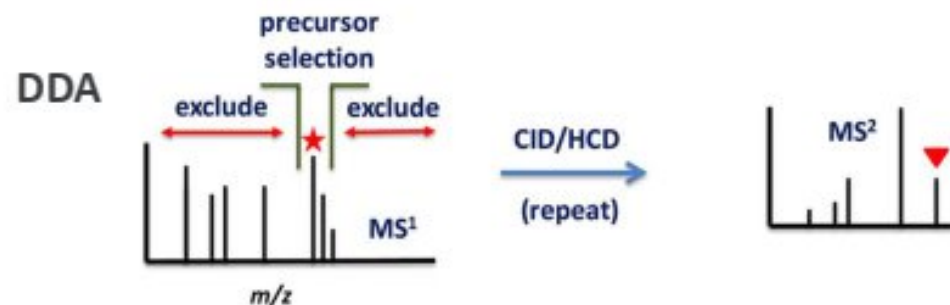
- Khối phổ: Q-Orbitrap
- Nguồn: HESI (+) và (-)
- Chế độ full MS–dd-MS/MS

❖ Full MS: 200 – 2000 m/z; độ phân giải 70.000 FWHM

❖ dd-MS/MS: độ phân giải 17.500 FWHM

❖ Thế phân mảnh: NCE 40%, 70%, 100%

❖ Độ chính xác khối: ≤ 5 ppm



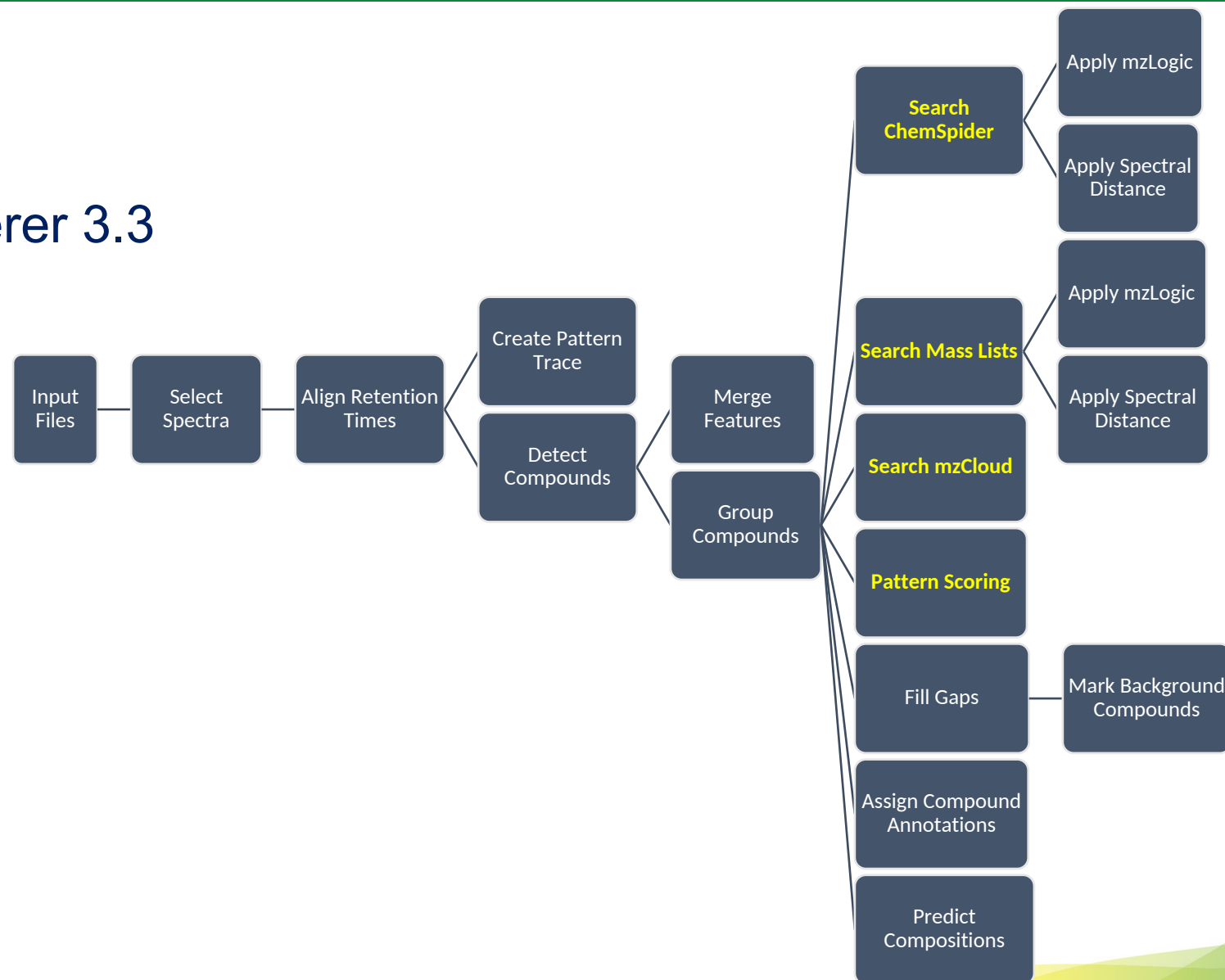
IV. XỬ LÝ VÀ PHÂN TÍCH SỐ LIỆU

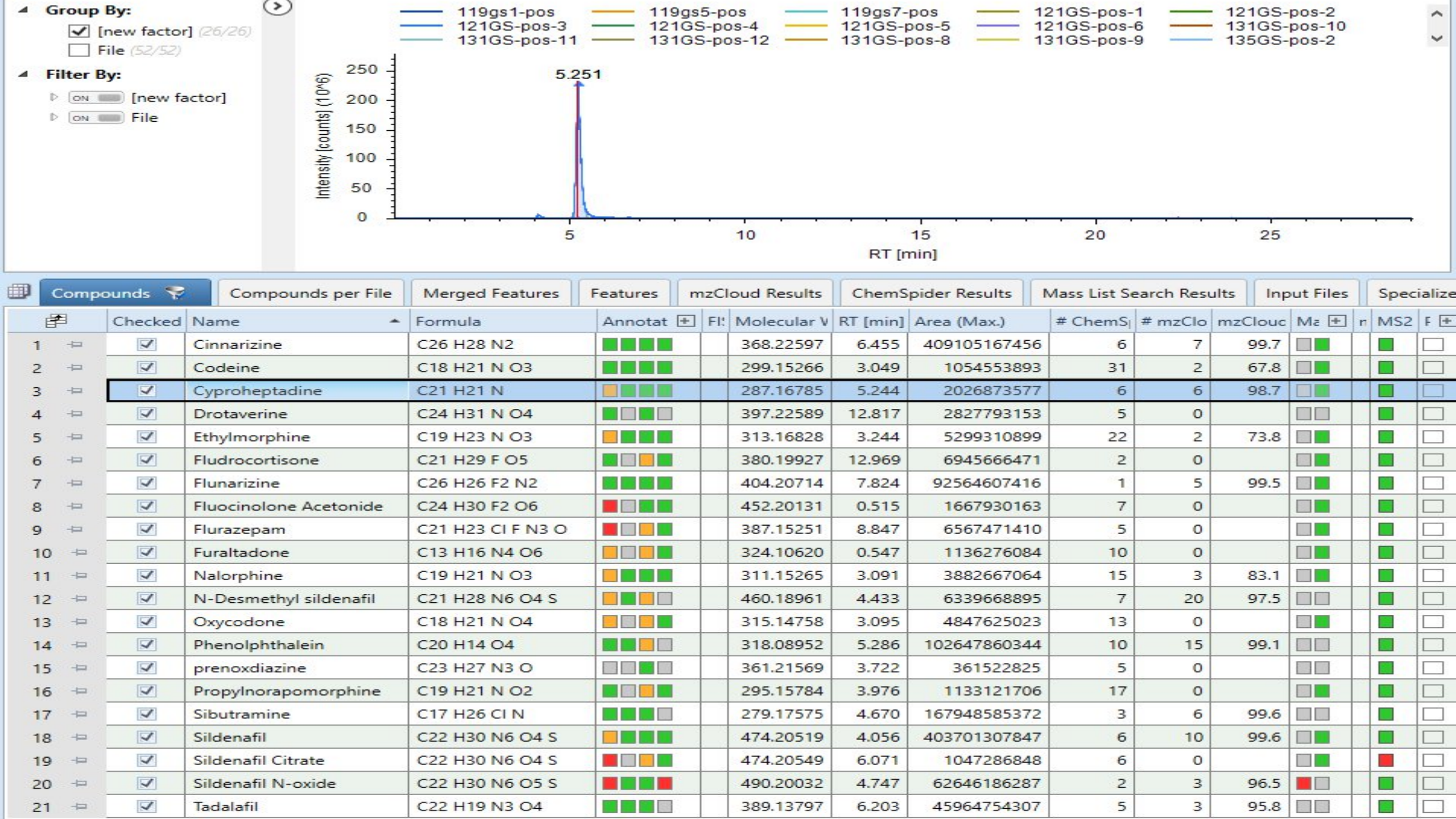


- Phần mềm

- ❖ Compound Discoverer 3.3

- ❖ Trace Finder 4.1







Xin trân trọng cảm ơn!