

GCMS 法测定电子烟中依托咪酯的含量

GCMS-534

摘要： 本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了电子烟中依托咪酯的测定方法。方法验证结果表明：在 0.05~5 mg/L 浓度范围内，依托咪酯线性相关系数为 0.9998，检出限为 0.001 mg/L。取标准溶液连续进样 6 次，依托咪酯峰面积的相对标准偏差小于 1.80%。在实际样品加标回收实验中，回收率为 90.6-114.0%。本方法定量数据准确可靠，可为电子烟中依托咪酯含量的测定提供参考。

关键词： 气质联用仪 电子烟 依托咪酯

技术特点：

- ❖ 实现依托咪酯检测，为依托咪酯滥用监管提供参考。
- ❖ 采用 SIM 方式采集以及选择合适内标物，提高了定量的灵敏度和准确性。

依托咪酯系非巴比妥类静脉短效催眠药，通过静脉注射对中枢神经有较强的抑制作用，适用于全麻诱导，也可用于短时手术麻醉。前期由于暂不属于管制类精神药品，不法分子将依托咪酯用作毒品替代品进行销售，甚至是将依托咪酯添加到电子烟售卖，造成部分地区出现依托咪酯滥用问题。

依托咪酯吸食后致人上头，呈现头晕站立不稳，东倒西歪等类似醉酒后的状态。长期大量吸食会出现脾气暴躁，生活懒散等影响人的情绪、思维和意志行

为的精神障碍，依托咪酯滥用会造成严重的社会问题。2月13日，国家药监局、公安部、国家邮政局三部门联合发布《关于进一步加强复方地芬诺酯片等药品管理的通知》，该通知首次将依托咪酯注射剂放到“严管”药品之中。

本文基于岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了电子烟中依托咪酯的测定方法，该方法简单、快速、准确，可为依托咪酯滥用管控提供有效依据，具有重要的现实意义。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：	SH-Rxi-35Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm	离子化方式：	EI
柱温程序：	120°C_10°C/min_300°C (5 min)	离子源温度：	230°C
进样口温度：	300°C	接口温度：	300°C
载气控制方式：	恒线速度	检测器电压：	调谐电压 +0.1 kV
线速度：	46.0 cm/s	采集模式：	SIM, 离子信息见表 1
进样方式：	不分流进样		
进样量：	1 μL		

■ 样品前处理

称取 10 mg 电子烟油，加入 0.5 mg/L 的美托咪脂内标，定容到 1 mL 过滤后上机分析。

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

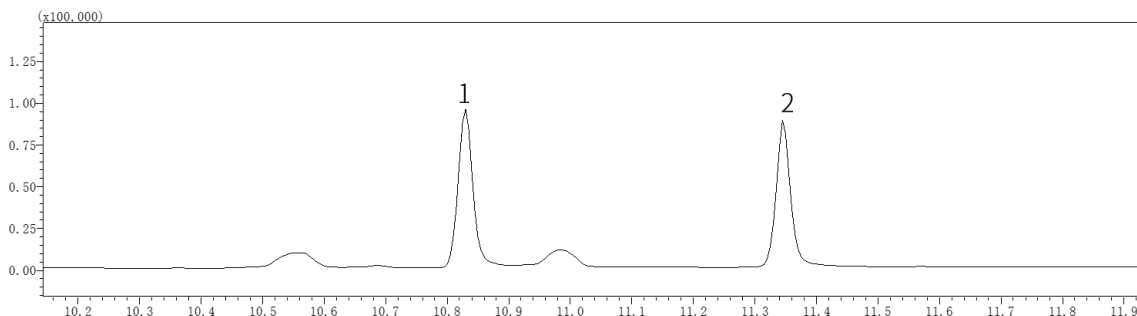


图 1 依托咪酯及内标标准溶液色谱图 (0.5 mg/L)

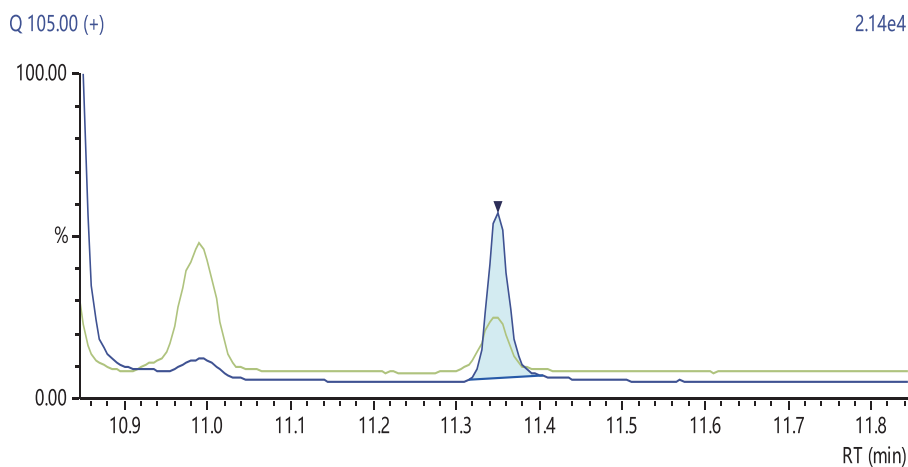


图 2 依托咪酯质量色谱图 (0.1 mg/L)

表 1 依托咪酯及其内标物信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	美托咪酯 (内标)	Metomidate	5377-20-8	10.830	105	77
2	依托咪酯	Etomidate	33125-97-2	11.346	105	77

3.2 标准曲线和检出限

用丙酮做溶剂，配置依托咪酯浓度为 0.05、0.1、0.2、0.5、1、2、5 mg/L 标准系列，内标浓度为 0.5 mg/L，以浓度比为横坐标，定量离子峰面积比为纵坐标进行线性拟合，依托咪酯标准曲线如下所示，根据最低点标样数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限。依托咪酯标准曲线相关系数及检出限如下表 2 所示：

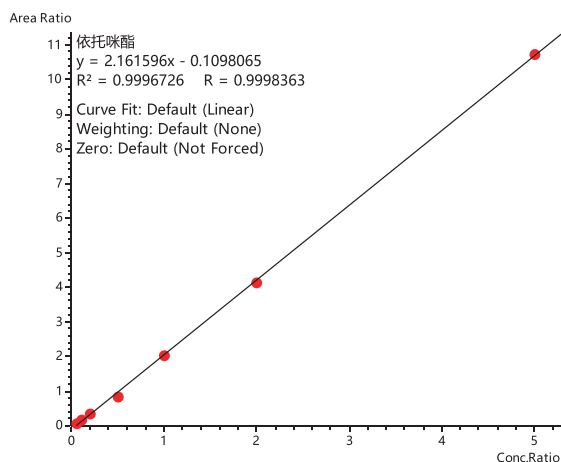


图3 依托咪酯标准曲线

表2 标准曲线相关系数及检出限

No.	化合物名称	线性相关系数	检出限 (mg/L)
1	依托咪酯	0.9998	0.001

3.3 重复性实验

对高中低3个浓度的依托咪酯标准工作溶液连续测定6次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表3所示。结果显示：依托咪酯保留时间和峰面积的相对标准偏差不高于0.01%和1.80%，显示仪器精密度良好。

表3 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	0.1 mg/L		0.5 mg/L		2 mg/L	
		保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)
1	依托咪酯	0.01	1.42	0.01	1.80	0.01	1.48

3.4 实际样品与加标回收率

取电子烟油样品，在样品中添加目标组分标准溶液，添加浓度为10、50、200 μg/g，平行处理3份，该样品色谱图见图4，样品加标测定结果及加标回收率结果见表4。

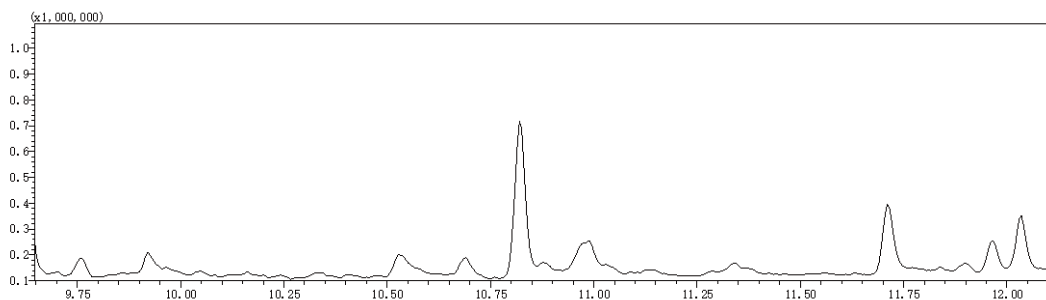


图4 样品色谱图

表 4 加标回收率结果 (n=3)

No	化合物名称	样品浓度 (ug/g)	10 µg/g		50 µg/g		200 µg/g	
			回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)
1	依托咪酯	N.D.	114.0	3.00	90.6	0.69	100.6	0.67

注: N.D. 表示未检出

■ 结论

本方法采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪检测电子烟中依托咪酯的含量。在 0.05~5 mg/L 浓度范围内, 依托咪酯的标准曲线线性良好, 相关系数 R 为 0.9998, 检出限为 0.001 mg/L。高中低浓度标准溶液连续进样 6 针, 依托咪酯峰面积 RSD 不大于 1.80%, 精密度良好。在实际样品加标水平下, 回收率 90.6-114.0%。该方法可为依托咪酯滥用检测提供参考。

岛津应用云

