

LCMS-Q-TOF 快速筛查食品中常见药物和毒物

LCMS-QTOF-070

摘要： 本文利用岛津超高效液相色谱 - 四极杆飞行时间串联质谱仪，结合药物和毒物高分辨质谱库建立了一种对食品中常见药物和毒物的快速筛查方法。向蔬菜样品中添加 30 种正模式电离的化合物和 2 种负模式电离的化合物，经过前处理后进行定性分析。实验结果表明：蔬菜加标样品中添加的目标化合物均可通过一键搜库筛查出来，二级碎片与数据库匹配度高，相似度均在 70 以上，二级质量误差均在 ± 10 ppm 以内，定性结果准确。使用该方法，可通过一针进样，快速完成正负模式目标物的定性筛查，结果准确可靠。

关键词： 四极杆飞行时间串联质谱仪 蔬菜 药物和毒物 高分辨质谱库 筛查

技术特点：

- ❖ 利用药物和毒物高分辨数据库可实现食品中常见药物和毒物快速定性筛查。
- ❖ 通过一针进样，快速完成正负模式目标物的定性筛查，结果准确可靠。

高分辨质谱仪具有在超高分辨率下测定化合物精确分子量的功能，并能借助同位素离子的丰度比来推断化合物的元素组成（分子式），通过一级、二级谱库的匹配也能够对复杂基质中的痕量组分进行确证和筛选，在药物和毒物筛查领域得到越来越多的应用。

本文使用岛津 LCMS-9050 超高效液相色谱 - 四

极杆飞行时间串联质谱仪，建立了一种对蔬菜中常见药物和毒物快速定性的分析方法。对加标样品进行分析，可准确快速筛查出样品中添加的药物和毒物，该方法准确可靠，可为食品中药物和毒物分析工作者提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 LCMS-9050 超高效液相色谱四极杆飞行时间质谱联用仪，具体配置为：

系统控制器：	CBM-40	自动进样器：	SIL-40C XR
脱气机：	DGU-403	柱温箱：	CTO-40S
输液泵：	LC-40B XR	检测器：	LCMS-9050
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.120; LabSolutions Insight Ver. 4.0SP2		

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack Velox Biphenyl (2.1 mm x 100 mm, 2.7 μ m; P/N: 227-32015-03)

流动相：参考高分辨质谱数据库方法包；P/N: S225-45370-91

进样体积：5 μ L

流速：0.3 mL/min 柱温：40 $^{\circ}$ C

洗脱方式：梯度洗脱，参考高分辨质谱数据库方法包

质谱条件

离子化模式：ESI + /ESI-

雾化气流速：2.0 L/min

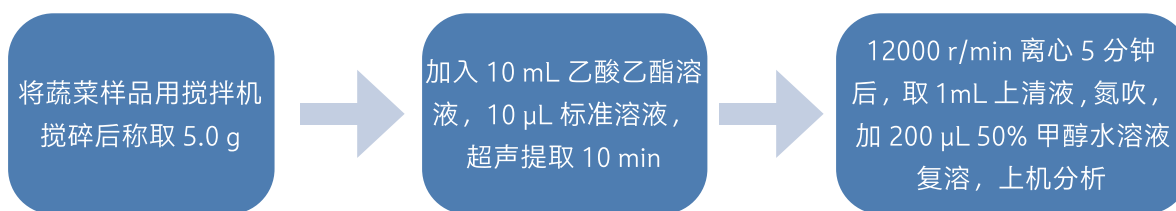
接口电压：1.5 /-3 kV
接口温度：300℃
DL 温度：250℃
加热块温度：400℃

干燥气流速：10.0 L/min
加热气流速：10.0 L/min
碰撞气：氦气
扫描模式：MS1 SCAN (m/z 80-1000)
MS2 DDA (m/z 40-1000)

1.3 标准溶液

用甲醇溶液配制咪达唑仑、单乙酰吗啡、溴敌隆、大隆、美沙酮、氯胺酮、7-氨基氯硝西洋、氯氮平、扎莱普隆、劳拉西洋、异丙嗪、三唑仑、艾司唑仑、地西洋、卡马西平、唑吡坦、阿普唑仑浓度为 1 µg/mL，辛硫磷、甲胺磷、敌敌畏、氧化乐果、灭线磷、久效磷、甲拌磷、乐果、氯唑磷、甲基对硫磷、毒死蜱、三唑磷、呋喃丹浓度为 10 µg/mL，SKF525A、地西洋-D₅ 浓度为 2 µg/mL 的混合标准工作溶液。

1.4 加标样品前处理



■ 结果与讨论

2.1 药物和毒物高分辨数据库介绍

本数据库包含了 1100 种以上化合物的色谱分离条件，保留时间，高分辨 MS/MS 质谱图以及化合物的各类信息（化合物结构、中文名称、CAS 编号、化合物种类、分子量、分子式、前体离子、加合离子和碰撞能量 CE 等），适用于食品中农药、滥用药物和天然毒素等的筛查工作。用户可以根据目标化合物的二级质谱图进行质谱库的检索，依据谱库筛选出的化合物的质谱图匹配度对目标化合物进行定性，同时得到该化合物的各类信息。本质谱库可以使用 LabSolutions 和 LabSolutions Insight Explore 软件进行扩展。

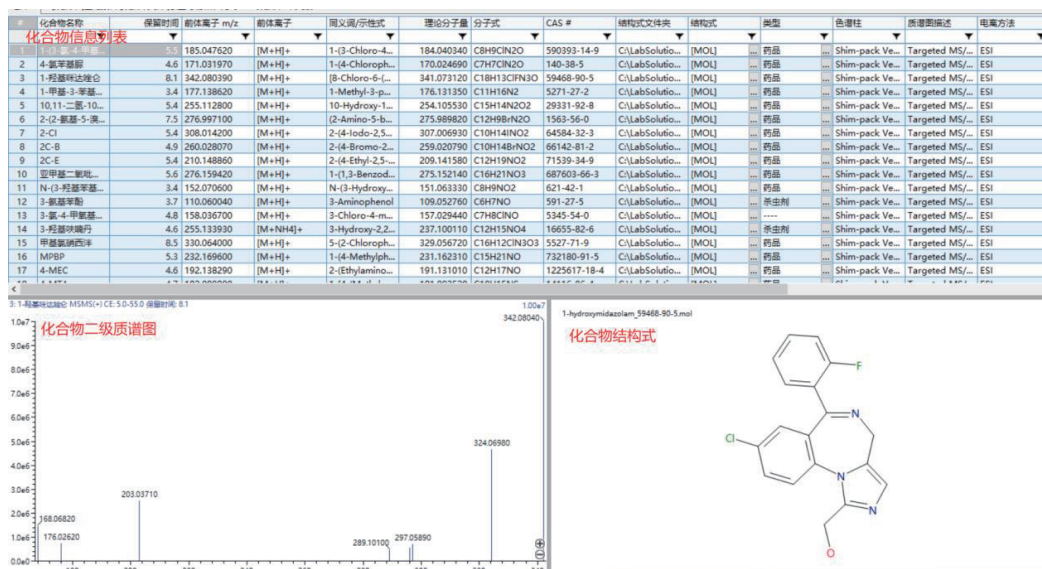
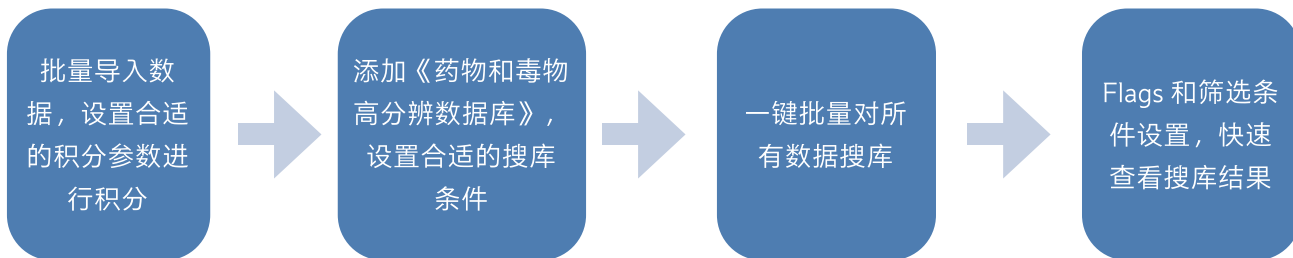


图 1 药物和毒物高分辨数据库中部分化合物信息

2.2 LabSolutions Insight Explore 软件搜库流程及结果展示

采用 DDA 模式采集样品数据，用 LabSolutions Insight Explore 软件批量筛查多个数据，数据处理步骤如下：



LabSolutions Insight Explore 软件中可以实现同时查看搜库匹配结果列表，目标化合物一级、二级色谱图和质谱图，以及目标化合物匹配的数据库信息，轻松识别假阳性结果，提高筛查效率。



图 2 Insight Explore 搜库结果视图

2.3 蔬菜添加样本中药物和毒物筛查结果

本实验采用 DDA(+/-) 模式，用 1.2 分析条件采集样品数据，通过 LabSolutions Insight Explore 软件批量筛查多个样品数据。蔬菜样品中添加氯氮平等 30 种正模式电离化合物，溴敌隆和大隆 2 种负模式电离化合物。实验结果表明，采用正负模式同时采集，各添加目标物均能通过软件一键搜库匹配，且二级质量误差均在 ± 10 ppm 以内，定性结果准确。

样品列表			定量结果(化合物) - DWTJ_毒物筛查-DDA-正负0.04按强度允差10ppm_2023728_002											
#	标记	数据文件名	样品名	#	化合物名称	谱库化合物	保留时...	保留时间(实测)	m/z	实测m/z	事件	面积	质量误差 (ppm)	谱库相似度
1		DWTJ_毒物筛...	DWTJ	265	氟氯平	氟氯平	6.5	6.8	327.1371	327.13646	1	4729725	-1.956	82
2		DWTJ_毒物筛...	DWTJ	271	氟灭鼠灵	氟灭鼠灵	8.4	8.6	343.0732	343.07362	1	1261986	1.341	90
3		DWTJ_毒物筛...	DWTJ	275	杀鼠胺	杀鼠胺	7.6	7.9	293.1172	293.11746	1	2159149	0.819	98
				308	避蚊胺	避蚊胺	7.4	7.5	192.1383	192.13822	1	46039	-0.364	99
				340	地西洋	地西洋	9.1	9.3	285.0789	285.07924	1	2307203	1.122	95
				344	敌敌畏	敌敌畏	5.6	5.8	220.9532	220.95295	1	2323913	-1.041	99
				365	乐果	乐果	4.8	5.0	230.0069	230.00715	1	2844485	1.087	88
				389	多虑平	多虑平	6.6	6.8	280.1696	280.17018	1	25094	2.106	87
				412	艾司唑仑	艾司唑仑	8.4	8.6	295.0745	295.07473	1	1107893	0.779	98
				427	灭蝇胺	灭蝇胺	8.4	8.5	243.0637	243.06221	1	5885003	-6.089	86
				459	仲丁威	仲丁威	7.1	7.2	208.1332	208.13336	1	525723	0.721	96
				576	(2,4-二叔丁基...	(2,4-二叔丁基...	9.9	10.2	528.0780	528.07896	1	1972773	1.837	100
				580	氟唑磷	氟唑磷	7.5	8.9	314.0490	314.04633	1	9556091	-8.343	86
				583	异丙威	异丙威	6.5	6.6	194.1176	194.11770	1	112785	0.721	92
				604	氟胺酮	氟胺酮	5.2	5.5	238.0993	238.09918	1	492281	-0.588	96
				633	劳拉西洋	劳拉西洋	7.3	7.4	321.0192	321.01915	1	154600	-0.187	95
				677	美沙酮	美沙酮	8.0	8.5	310.2165	310.21644	1	5049884	-0.322	88
				678	甲胺磷	甲胺磷	1.9	2.1	142.0086	142.00834	1	122815	-1.901	87
				684	甲硫威	甲硫威	7.7	7.8	226.0896	226.08993	1	116942	1.327	95
				715	咪达唑仑	咪达唑仑	9.0	9.2	326.0855	326.08590	1	4286220	1.288	91
				724	久效磷	久效磷	3.9	4.3	224.0682	224.06839	1	695919	0.669	89
				790	氟化乐果	氟化乐果	3.4	3.7	214.0297	214.02943	1	3684465	-1.448	85
				814	乙基对硫磷	乙基对硫磷	9.1	9.3	292.0403	292.04036	1	299169	0.171	99
				846	甲拌磷亚砷	甲拌磷亚砷	6.0	7.5	277.0150	277.01663	1	38807	5.812	93
				850	辛硫磷	辛硫磷	8.5	9.7	299.0614	299.06148	1	3465978	0.334	91
				867	抗蚜威	抗蚜威	7.3	7.4	239.1503	239.14923	1	6763678	-4.265	91
				892	异丙磷	异丙磷	7.2	7.5	285.1420	285.14214	1	1560505	0.491	98
				926	毗啶磷	毗啶磷	10.3	10.6	374.0934	374.09384	1	23222	1.149	87
				1081	三唑仑	三唑仑	8.4	8.6	343.0512	343.05157	1	3631420	1.137	95
				1125	华法林	华法林	7.9	8.1	309.1121	309.11262	1	1999836	1.553	75
				1129	唑吡坦	唑吡坦	7.4	7.6	308.1757	308.17447	1	6056291	-4.121	91
				1135	扎来普隆	扎来普隆	8.4	8.3	306.1369	306.13377	1	5888440	-3.822	93
				1136	7-氨基氯磺西洋	7-氨基氯磺...	5.8	5.7	286.0759	286.07436	1	484404	0.664	75
				1137	地西洋-D5	地西洋-D5	9.4	9.2	290.1121	290.11045	1	3252044	0.517	95
				1138	SKF525	SKF525	8.5	8.7	354.2448	354.24054	1	6867022	-6.267	98
				1141	治螟磷	治螟磷	9.2	9.2	323.0313	323.03041	1	640010	1.207	99
				1153	澳敌隆	澳敌隆	9.6	9.7	525.0698	525.07189	22	5086827	2.266	99
				1154	大隆	大隆	10.8	10.8	521.0747	521.07674	22	2084043	1.842	94

图3 蔬菜加标样品部分搜库结果

结论

本文利用岛津公司 LCMS-9050 超高效液相色谱四极杆飞行时间质谱联用仪建立了一种对食品中常见药物和毒物的快速筛查方法。向蔬菜样品中添加 30 种正模式电离的化合物和 2 种负模式电离的化合物，对加标样品进行定性分析，实验结果表明：采用正负模式同时采集，各添加目标物均能通过软件一键搜库匹配，且二级质量误差均在 ± 10 ppm 以内，定性结果准确，可为食品安全分析工作者提供参考。

岛津应用云

