

LCMS-9050 快速筛查中成药中的非法添加物质

LCMS-QTOF-109

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《化妆品风险物质 QTOF 质谱库》和《法医毒物和农药 QTOF 数据库》建立了一种中成药中非法添加物质快速筛查的方法，可对中成药样品中的非法添加物质进行定性分析。对某中成药样本进行了非法添加物质筛查，结果显示，在该样本中共筛查出 2 种非法添加物质，其二级碎片与数据库匹配度高。使用标准物质进一步确证，保留时间一致。该方法可快速完成中成药中非法添加物质的定性筛查，结果准确可靠。

关键词：四极杆飞行时间串联质谱仪 中成药 非法添加

技术特点：

- ❖ 利用商品化 QTOF 质谱库进行搜库筛查，可实现中成药中非法添加物质的快速定性。
- ❖ Insight Discovery 具备 Screening 和 (MSn)Library 功能，可一键实现一级和二级库同时筛查，提升筛查效率。

中药对一些慢性病和疑难杂症具有特殊疗效，但起效慢，服用时间长。因此，不法分子在中成药中非法添加化学物质，既迎合了国人喜欢中成药的用药习惯，又利用了化学药见效快的特点，使有些疗效缓慢的纯中成药，具有了暂时的速效、高效、特效。然而，在中成药中非法添加化学物质，对人的身体危害巨大，本来是用来治疗疾病的中药，在非法添加了这些化学成分后却渐渐变成了致病的毒药。而且添加的成分也越来越隐蔽和复杂，对人民群众的用药安全产生了越来越大的威胁。

我国已形成以药品检验补充检验方法为主的检测标准体系，涵盖多种功效药品。检测技术包括薄

层色谱法、高效液相色谱法、液相色谱-质谱联用等。经过多年严格监管，经国家批准上市的正规中药中非法添加化学药品行为得到了有效控制，检出率大幅降低。但是，监管差距仍然存在，一是新型非法添加物增加，未被检测标准覆盖；二是现有检测方法对多成分、多功效类别的检测效率较低。

本文利用岛津 LCMS-9050 超高效液相色谱四极杆飞行时间质谱联用仪，结合商品化 QTOF 质谱库和 Insight Discovery 数据处理软件，建立了中成药中非法添加物质的筛查方法。该方法高效、可靠，可为相关从业人员提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津 LCMS-9050 四极杆飞行时间液质联用仪系统。具体配置为：

系统控制器：	CBM-40lite	脱气机：	DGU-403
输液泵：	LC-40D XS × 2	柱温箱：	CTO-40S
自动进样器：	SIL-40C XS	质谱仪：	LCMS-9050
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.128 SP1	数据处理软件：	Insight Ver. 4.2 SP1

1.2 分析条件

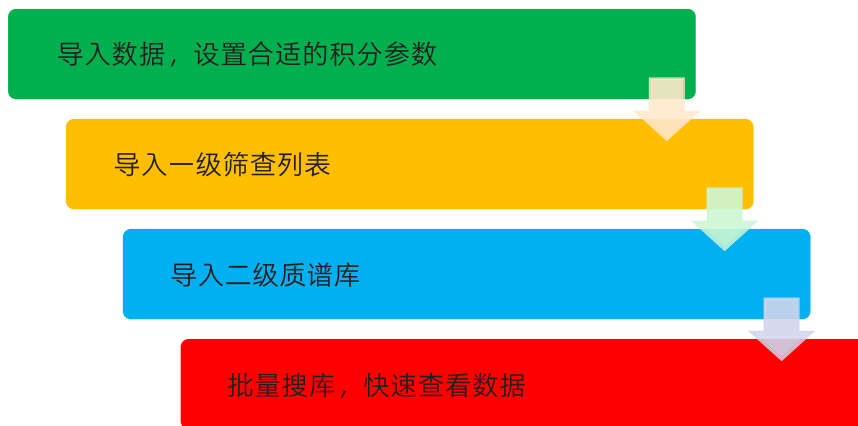
液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120 (100 mm × 2.1 mm I.D., 1.9 μm, 岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 227-31012-05)

流动相：A:0.01% 甲酸 +1mM 的乙酸铵水溶液；B: 乙腈

2.2 样品筛查流程

使用 Insight Discovery 打开采集的数据，设置合适的积分参数，导入一级筛查列表、二级质谱库，即可一键进行多样本、正负模式同时筛查。



2.2.1 导入数据，设置积分参数

Insight Discovery 默认打开批处理表，也可以打开单针数据。打开数据后，在“Settings”项下，“Analyze”标签设置合适的积分参数，如图 2 所示。

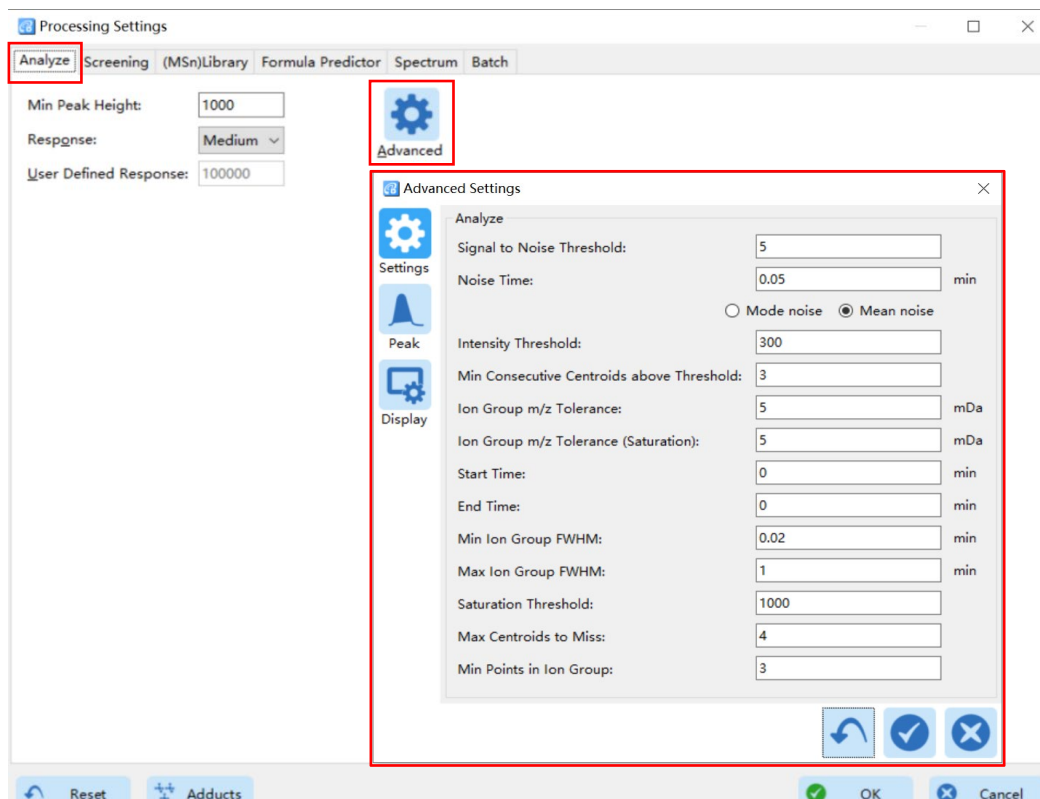


图 2 Insight Discovery 软件积分参数设置界面

2.2.2 导入一级筛查列表

在“Settings”项下，如图3所示，“Screening”标签打开一级筛查列表，并设置筛查参数。

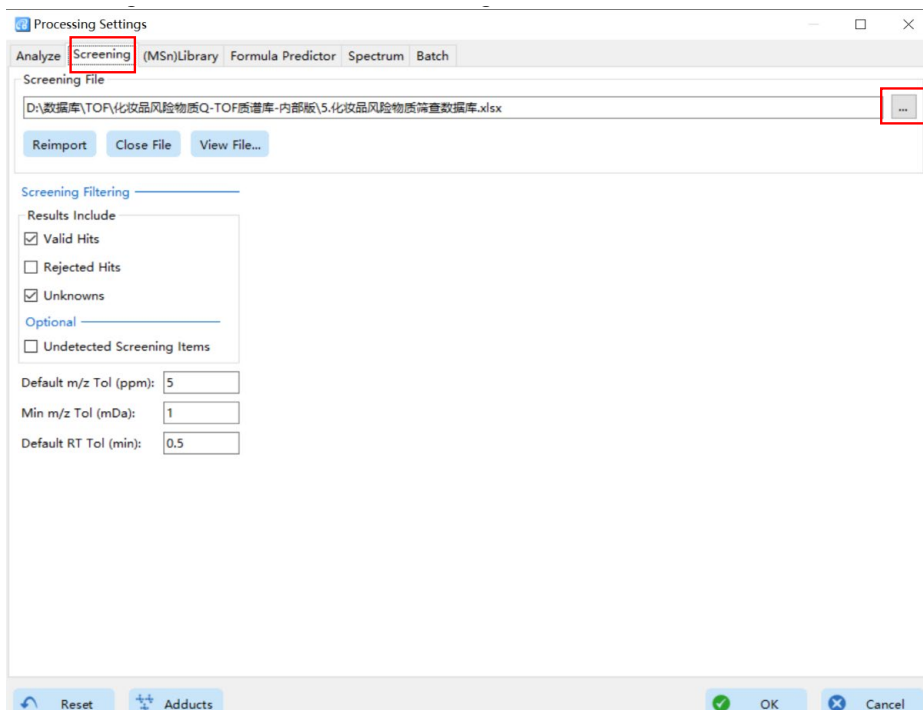


图3 一级筛查参数设置界面

2.2.3 导入二级质谱库

在“Settings”项下，如图4所示，“(MSn) Library”标签添加二级质谱库，并设置谱库搜索参数。

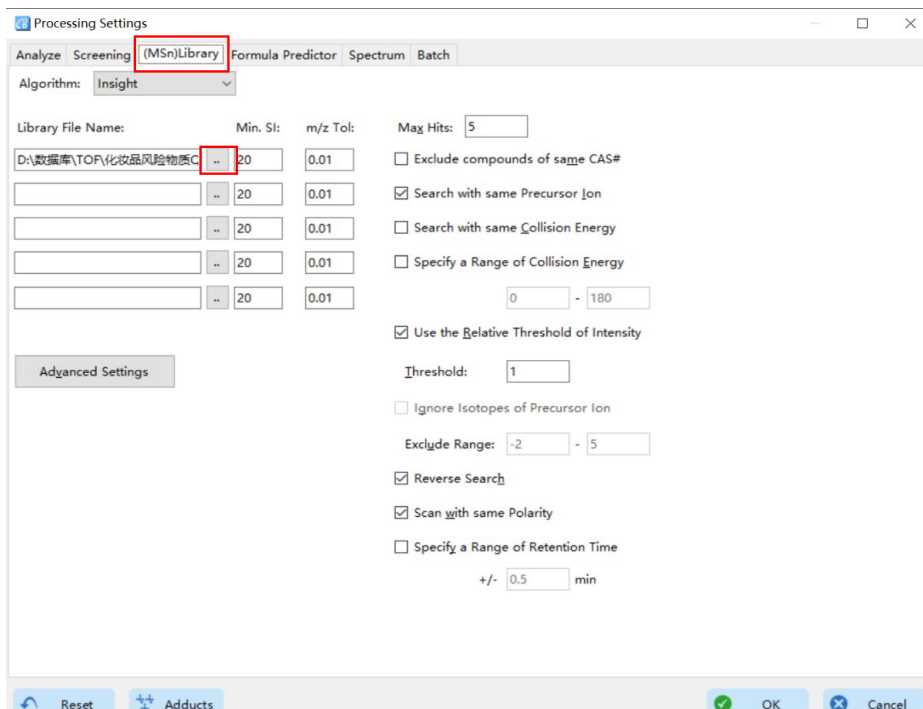


图4 二级质谱库搜库参数设置界面

2.2.4 其他说明

在“Settings”项下，“Formula Predictor”标签可设置分子式预测参数，“Batch”标签可选择希望进行的项目，如仅进行一级、二级筛查等，如图5、图6所示。

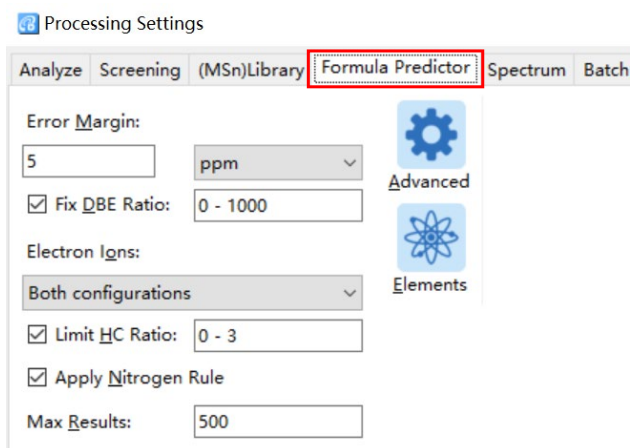


图5 分子式预测参数设置界面

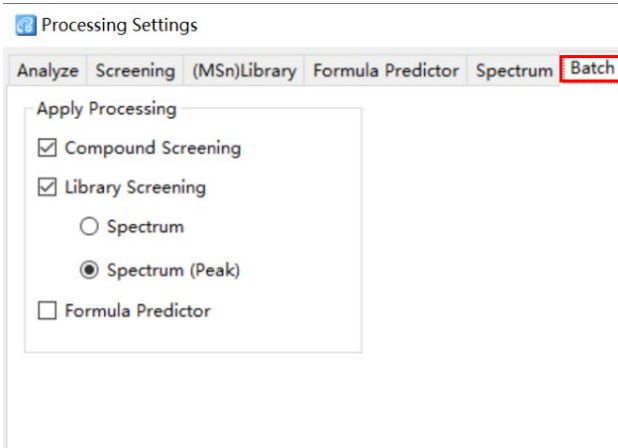


图6 批处理运行选项设置界面

2.3 批量搜库及结果展示

点击“Calculate”，即可对所选数据进行峰提取、一级筛查、二级谱库检索和分子式预测。筛查结果如图7所示，“Results”界面展示了峰提取、一级筛查、二级质谱库匹配和分子式预测结果，包括质荷比、保留时间、一级筛查列表匹配的化合物名称、分子式、质荷比偏差、二级质谱库匹配的化合物名称、得分及分子式预测结果等。“Chromatogram”界面为“Results”列表选中的质荷比的提取离子流色谱图，“Library Hits”为该化合物二级质谱库匹配结果。按照以上步骤，使用《化妆品风险物质 QTOF 质谱库》和《法医毒物和农药 QTOF 数据库》，对该中成药样本进行了一级和二级质谱库筛查，共筛查出两种非法添加物质，分别为泼尼松醋酸酯和双氯芬酸，对应质荷比为 401.1959 和 296.0240。

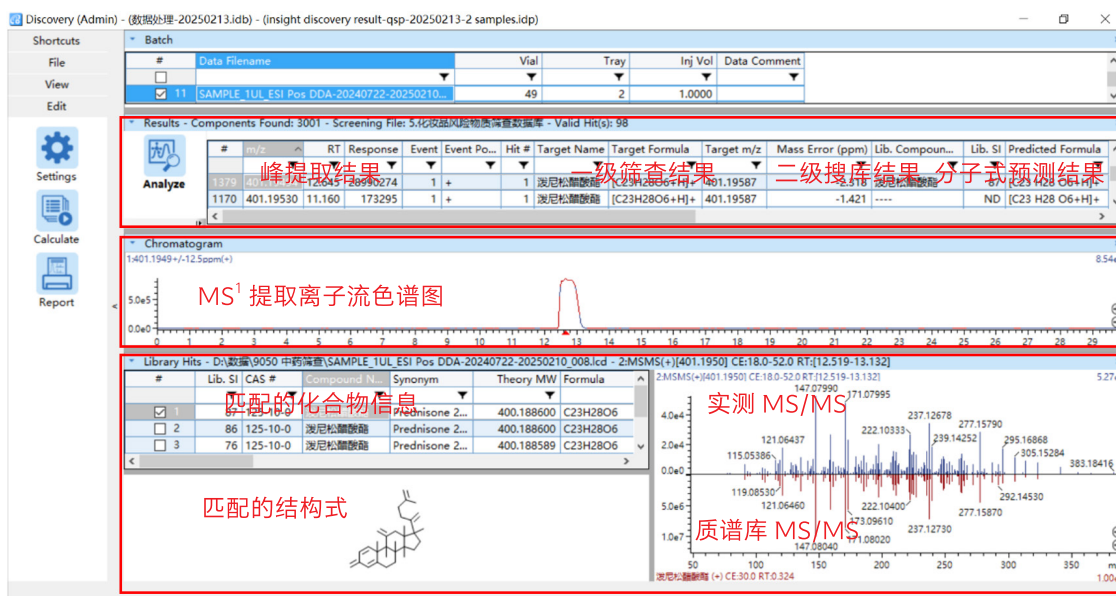


图7 筛查结果

2.4 标准品确认

使用标准品进一步确证，如图 8 所示，泼尼松醋酸酯和双氯芬酸标准品溶液的保留时间分别为 RT=12.7 min 和 RT=14.9 min，该中成药样本前体离子色谱峰保留时间与标准品一致，筛查结果可靠。

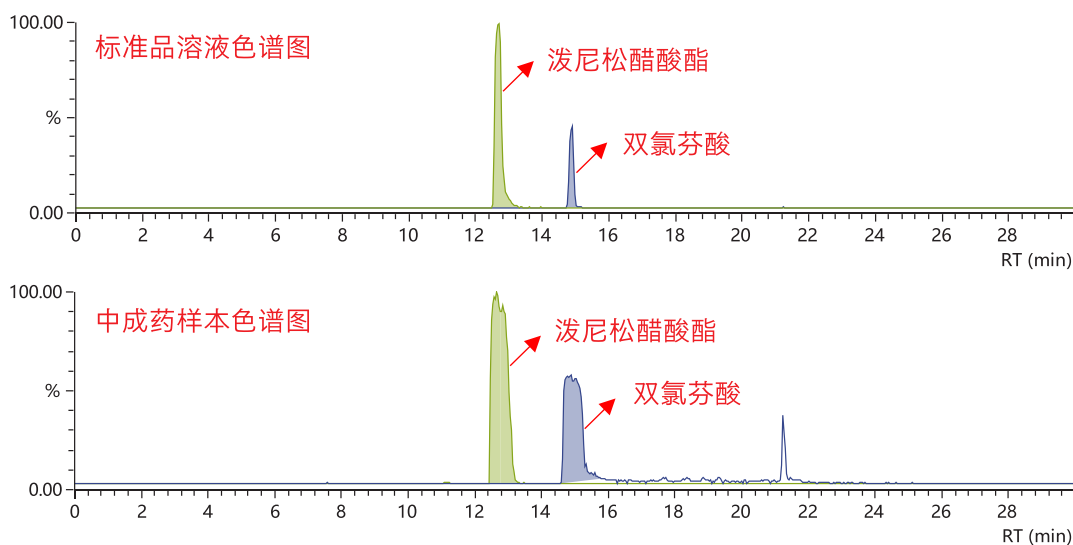


图 8 标准品保留时间确认

■ 结论

本文利用岛津 LCMS-9050 超高效液相色谱四极杆飞行时间质谱联用仪，结合商品化 QTOF 质谱库和 Insight Discovery 数据处理软件，建立了中成药中非法添加物质的筛查方法。对某中成药样本进行筛查，共筛查出 2 种非法添加物质，并使用标准物质进一步验证。结果表明，该方案可以快速批量完成中成药中非法添加物质的定性筛查，结果准确可靠，可供相关人员参考。

岛津应用云

