

使用 DPiMS™-2020 进行杂质分析 (3) - 检测饮料中的安眠药 -

村田匡、胁华菜

对用户的好处

- ◆ 使用 PESI 法进行分析，不需要复杂的试样预处理，可以迅速、轻松地进行分析。
- ◆ 构建了可以轻松判别饮料中是否有安眠药混入的方法。
- ◆ 可灵敏轻松地筛选有无杂质混入。

前言

饮料和食品中混入杂质的事件中报道过很多种案例，有时也会混入身边的化学物质。因此，在检查饮料食物中是否混入杂质时，需要分析数量庞大的化学物质。需要构建能够高效进行此类分析，迅速筛选有无杂质混入的方法。本文中，以安眠药片剂混入饮料作为杂质混入事例之一，采用利用 PESI-MS 法的分析装置 DPiMS-2020，构建以尽可能简单的预处理进行高灵敏度检测的方法。另外，研讨本方法是否可以用作简便的药毒物筛选方法，报告最终结果。

将安眠药溶解于蒸馏水中进行分析

以安眠药片剂制剂 A~D 等 4 种作为分析对象。片剂中不仅含有安眠药组分，还含有赋形剂等添加剂。因此，分析时同样也关注了这些组分。

首先，将该 4 种安眠药片剂用蒸馏水进行溶解、稀释，制作研讨用试样。进行分析的预处理操作，添加、混合试样和等量的 2-丙醇，用以分析。使用探针电喷雾电离质谱仪 DPiMS-2020 (图 1)，将 9 μ L 试样溶液搭载于专用样品板，进行了分析。此时的探针驱动条件及质谱仪的分析条件如表 1、2 所示。

表 1 探针驱动条件

离子化位置	-37 mm
离子化停止时间	200 msec
采样位置	-46.3 mm
采样停止时间	50 msec
探针速度	250 mm/s

表 2 质谱分析条件

DL 温度	250 °C
加热块温度	30 °C
放电电压	± 2.45 kV
扫描速度	5,000 u/sec
数据获取时间	0-1 分: 负离子模式 1-2 分: 正离子模式

经分析，检出的各片剂中所含安眠药组分的离子化分子检出强度分别与每片中的含量成正比 (表 3)。除此之外，添加剂中源于乳糖的离子作为钠附加体 (m/z 365)、钙附加体 (m/z 381)、二聚化钠附加体 (m/z 707) 明显检出 (表 3)。在之后的试验中，决定将这些离子用做监测离子。



图 1 DPiMS™-2020 外观

表 3 分析目标化合物一览

安眠药	目标化合物	检出离子
制剂 A (0.25mg)	A	m/z 343, 345 (pos.)
	乳糖	m/z 365, 381 (pos.)
制剂 B (1mg)	B	m/z 343, 345 (pos.)
	乳糖	m/z 365, 381 (pos.)
制剂 C (2mg)	C	m/z 314 (pos.)
	乳糖	m/z 365, 381 (pos.)
制剂 D (10mg)	D	m/z 308 (pos.)
	乳糖	m/z 365, 381 (pos.)

■ 杂质混入试样的分析

之后对杂质混入试样进行了分析。取4种(α、β、γ、δ)市售饮料各200mL, 分别在其中混入1片安眠药片剂, 制备杂质混入试样。在这些杂质混合试样中添加、混合等量的2-丙醇, 取9μL 搭载至专用样品板, 用于分析。此外, 还获取了未混入安眠药片剂饮料(纯净饮料)的数据, 用于对照。

根据分析所得的质谱图, 着眼于安眠药组分及添加剂的乳糖, 尝试判断是否检出(表3)。

取所得分析结果的一例, 混入制剂C的饮料α的质谱图如图2所示。与同一条件下分析的纯净饮料结果进行比较, 发现源于混入物的离子(正离子模式: m/z 365、381)检出较强。

按照同样方法进行分析, 归纳各饮料中有无安眠药片剂检出的结果如表4所示。饮料α和δ中仅检出片剂中含量较多的组分D, 未检出其他安眠药有效组分。而在饮料β和γ混入安眠药时, 比较灵敏地检出未在饮料α中检出的3种源于安眠药的物质的离子。

此外, 将制剂A、制剂B、制剂C溶解于饮料α时, 虽然没有检出源于安眠药中有效组分的离子, 但是检出了添加剂乳糖, 由此可判断有无杂质混入。

■ 结论

本文中使用了PESI-MS法, 尝试判别饮料中是否有源于安眠药片剂的组分混入。

经分析, 发现不同饮料可否检出源于安眠药片剂的物质存在差异。此外, 还得出不同饮料易于检出源于安眠药中有效组分的离子的情况和易于检出源于添加剂的有效组分的情况。

参考文献

- 1) Nakano, S.; Kamata, H.; Sasaki, N., et al. J. Mass Spectrom. Soc. Jpn., 67(2), 53-63, 2019.
- 2) 和田美咲及其他 (in press) “杂质混入事例中探针电喷雾电离质谱分析的适用”《法医学技术》

DPIIMS 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的商标。

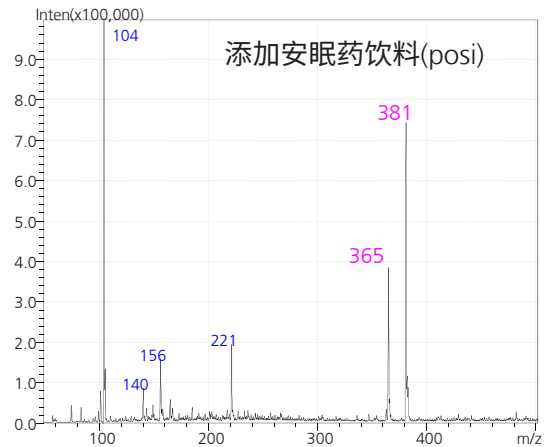
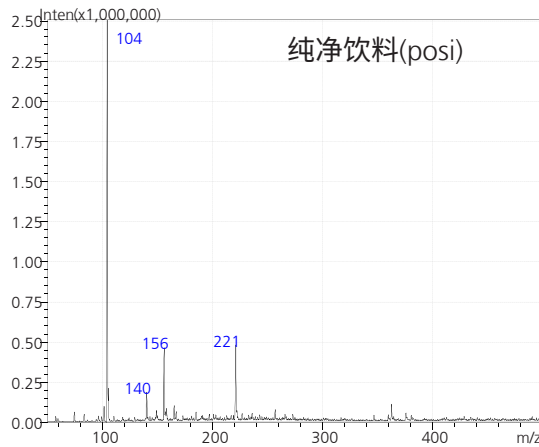


图2 添加安眠药饮料和纯净饮料(未添加安眠药)的质谱图

表4 可否检出各饮料中的安眠药及赋形剂

饮料	安眠药							
	制剂 A		制剂 B		制剂 C		制剂 D	
	组分 A	乳糖	组分 B	乳糖	组分 C	乳糖	组分 D	乳糖
蒸馏水	○	○	○	○	○	○	○	○
α	×	○	×	○	×	○	○	○
β	○	—	○	—	○	—	○	—
γ	○	—	○	—	○	—	○	—
δ	×	—	×	—	×	—	○	—

○: 检出、×: 无法检出、—: 无法判别

岛津应用云



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2020年12月