

DPiMS™-2020による異物分析 その(3) -飲料中の睡眠薬の検出-

村田 匡、脇 華菜

ユーザーベネフィット

- ◆ PESI法による分析は、試料の煩雑な前処理が不要で、迅速・簡便に分析が可能です。
- ◆ 飲料中の睡眠薬混入の有無が簡単に判別できる手法を構築しました。
- ◆ 異物混入の有無が感度良く簡便にスクリーニング可能です。

■はじめに

飲料や食品への異物混入事件では多種多様な事案が報告されており、身近にある化学物質が混入されることがあります。そのため、異物混入が疑われる飲食物の検査においては、膨大な数の化学物質を分析対象とする必要があります。このような分析を効率的に進めるうえで、異物混入の有無を迅速にスクリーニングする手法の構築が必要です。

本稿では、異物混入事例の1つとして、睡眠薬錠剤が飲料に混入した場合を想定し、できる限り簡便な前処理で高感度な検出を行うための手法をPESI-MS法を利用した分析装置DPiMS-2020を用いて構築しました。さらに、本手法が簡便な薬毒物スクリーニング法として応用可能か検討した結果を報告します。

■睡眠薬を蒸留水に溶解した場合の分析

睡眠薬錠剤である製剤A~Dの4種を分析対象としました。錠剤には睡眠薬成分だけではなく、賦形剤などの添加物も含有されています。そのため、それらの成分にも着目して分析を実施しました。

まず、これらの4種の睡眠薬錠剤を、蒸留水で溶解・希釈して検用試料を作成しました。分析の前処理操作として、試料と等量の2-プロパノールを添加・混合して分析に供しました。分析には探針エレクトロスプレーイオン化質量分析計DPiMS-2020(図1)を用い、試料溶液9 µLを専用サンプルプレートに搭載して分析を行いました。その際の探針駆動条件および質量分析計の分析条件を表1、2に示します。

表1 探針駆動条件

イオン化位置	-37 mm
イオン化停止時間	200 msec
サンプル採取位置	-46.3 mm
サンプル採取停止時間	50 msec
探針速度	250 mm/s
探針加速度	0.63 G

表2 質量分析条件

DL温度	250 °C
ヒートブロック温度	30 °C
インターフェイス電圧	±2.45 kV
スキャンスピード	5,000 u/sec
データ取得時間	0-1分: ネガティブモード 1-2分: ポジティブモード

分析の結果、各錠剤に含まれる睡眠薬成分のプロトン化分子が、それぞれ1錠中の含有量に相応した検出強度で検出されました(表3)。それに加え、添加剤の中でも乳糖由来のイオンがナトリウム付加体(m/z 365)、カリウム付加体(m/z 381)、二量体のナトリウム付加体(m/z 707)として顕著に検出されました(表3)。以降の実験では、これらのイオンをモニターイオンとして用いることにしました。



図1 DPiMS™-2020 外観

表3 分析対象化合物リスト

睡眠薬	対象化合物	検出イオン
製剤A (0.25 mg)	A	m/z 343, 345 (pos.)
	ラクトース	m/z 365, 381 (pos.)
製剤B (1 mg)	B	m/z 343, 345 (pos.)
	ラクトース	m/z 365, 381 (pos.)
製剤C (2 mg)	C	m/z 314 (pos.)
	ラクトース	m/z 365, 381 (pos.)
製剤D (10 mg)	D	m/z 308 (pos.)
	ラクトース	m/z 365, 381 (pos.)

■異物混入試料の分析

次に、異物混入試料の分析を行うことにしました。4種類（ α 、 β 、 γ 、 δ ）の市販飲料200 mLに各睡眠薬錠剤1錠を混入した異物混入試料を調製しました。これらの異物混合試料に等量の2-プロパノールを添加・混合して、9 μ Lを専用サンプルプレートに搭載して分析に供しました。また、対照として睡眠薬錠剤非混入飲料（ブランク飲料）のデータも取得しました。

分析によって得たマススペクトルから、睡眠薬成分および添加剤である乳糖に着目して検出の有無を判断することを試みました（表3）。

得られた分析結果の一例として、製剤Cが混入した飲料 α のマススペクトルを図2に示します。同一条件で分析したブランク飲料の結果と比較すると、混入物由来のイオン（ポジティブモード： m/z 365、381）が強く検出されていることがわかります。

同様に分析を行い、各飲料中の睡眠薬錠剤の検出の有無をまとめたものが表4です。飲料 α と δ では錠剤中の含有量が多い成分Dのみ検出され、他の睡眠薬有効成分は検出されませんでした。一方で、飲料 β や γ に睡眠薬が混入した場合は、飲料 α で検出されなかった3種類の睡眠薬由来物質のイオンが比較的感度よく検出されていました。

また、製剤A、製剤B、製剤Cを飲料 α に溶解した場合は、睡眠薬中の有効成分に由来するイオンは検出されなかったものの、添加剤である乳糖は検出されたことで、異物混入の有無の判断が可能でした。

■まとめ

本稿ではPESI-MS法を用いて、飲料に睡眠薬錠剤由来の成分が混入しているかの判別を試みました。

その結果、飲料により睡眠薬錠剤由来の物質の検出可否に差があることが明らかになりました。また、飲料により睡眠薬中の有効成分に由来するイオンが検出されやすい場合と、添加材由来の有効成分が検出されやすい場合に分かれることが示されました。

参考文献

- 1) Nakano, S.; Kamata, H.; Sasaki, N., et al. J. Mass Spectrom. Soc. Jpn., 67(2), 53-63, 2019.
- 2) 和田美暁ほか (in press) 「探針エレクトロスプレーイオン化質量分析の異物混入事案の適用」『法医学技術』

DPiMSは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

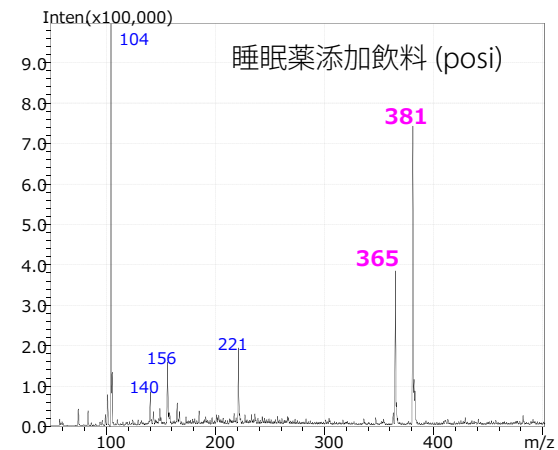
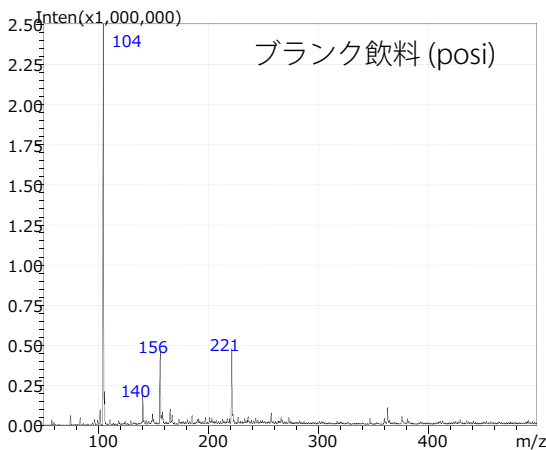


図2 睡眠薬添加飲料とブランク溶液(睡眠薬未添加)のマススペクトル

表4 各飲料中の睡眠薬および賦形剤の検出可否

飲料	睡眠薬							
	製剤A		製剤B		製剤C		製剤D	
	成分A	ラクトース	成分B	ラクトース	成分C	ラクトース	成分D	ラクトース
蒸留水	○	○	○	○	○	○	○	○
α	×	○	×	○	×	○	○	○
β	○	—	○	—	○	—	○	—
γ	○	—	○	—	○	—	○	—
δ	×	—	×	—	×	—	○	—

○：検出、×：検出不可、—：判別不可