

应用指南

通过ASAP[®] 紧凑型质谱法筛查膳食保健品

Jack Henion和Changtong Hao, Advion, Inc.



简介

美国人每年在节食和减肥保健品上花费近40亿美元。尽管食品药品监督管理局（FDA）监管着大部分分销商，但市场上仍充斥着含有各种违禁成分的产品，还有一些已经召回数月却仍在销售的产品。在本应用指南中，我们演示了如何使用配置了大气压固体分析探针（ASAP）离子源的Advion expression⁺ CMS质谱仪，分析含有DMBA的两种保健品（图1）DMBA是一种尚未通过人体新药试验的合成兴奋剂，该物质是药物DBAA的化学同源物质，而目前DBAA已被美国FDA禁用。DMBA的功效和安全性完全未知，但它却出现在许多保健品中。

该技术展示了CMS能够在30秒内快速测试和检测出每个样品中的DMBA以及其他有效成分，比如咖啡因和烟酸。

结果与讨论

使用大气压固体分析探针（ASAP/APCI），从拆解的820mg胶囊中可以很容易检测到未知化学物质（图2）。除了DMBA外（图3），ASAP分析方法还可以快速检测和处理多个样品，并通过全扫描采集或选择性离子检测（SIM）检测其他关键成分（包括咖啡因）的含量。

通过ASAP/APCI分析，将带有样品的ASAP探针插入到离子源中（图4，5），通过全扫描采集模式进行样品测定，能快速产生离子质谱图（图6）。通过这种分析方法，很容易检测出每种产品粉末中的DMBA。检测结果还显示，Decimate产品含有烟酸，而AMPilean产品则不含有烟酸（图7）。

质谱分析结果显示，AMPilean中的DMBA大约是Decimate中的2倍（图8），并且两种样品均含有大量的咖啡因。

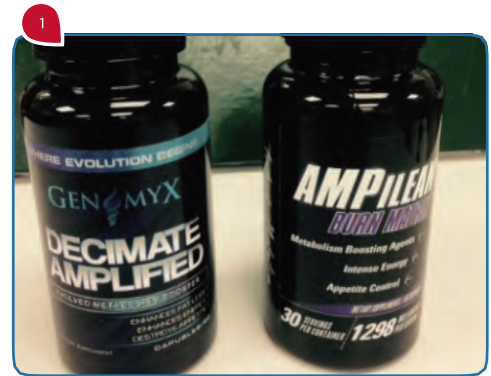


图1：用于分析的两种膳食保健品

DMBA是1, 3-二甲基丁胺，是DMAA的“化学同源物质”二者具有相似功效，但尚未在人体上进行试验。如今，该物质常见于保健品，并被推广用于减肥、增强记忆力及作为提高人体运动能力的保健品。

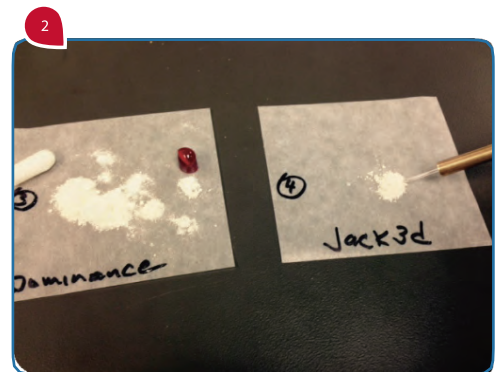


图2：两种胶囊的ASAP/APCI取样方法

拆解Decimate Amplified和AMPilean的非处方样品后，通过ASAP探针的玻璃毛细管进行取样。

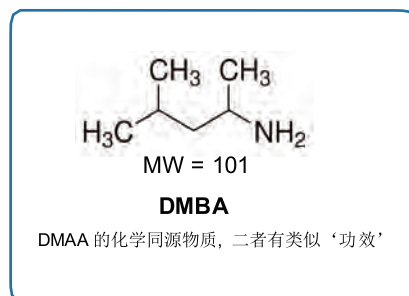
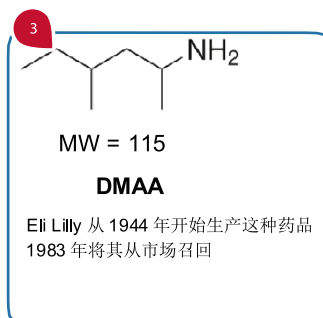


图3：DMAA和DMBA的化学结构式

DMAA于1983年从市场上召回，而其化学同源物质DMBA仍在出售，二者有相似功效。

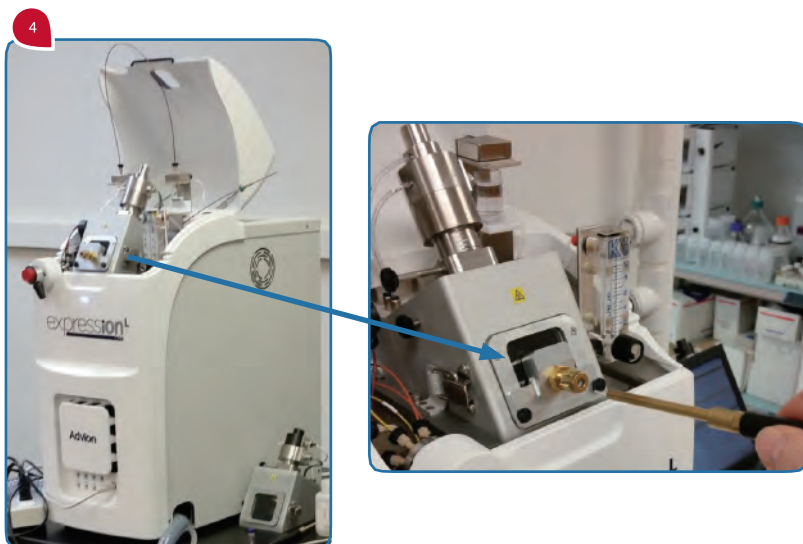


图4: ASAP探针插入expression⁺
将含有样品的玻璃毛细管的探头插入ASAP/APCI离子源中进行分析。

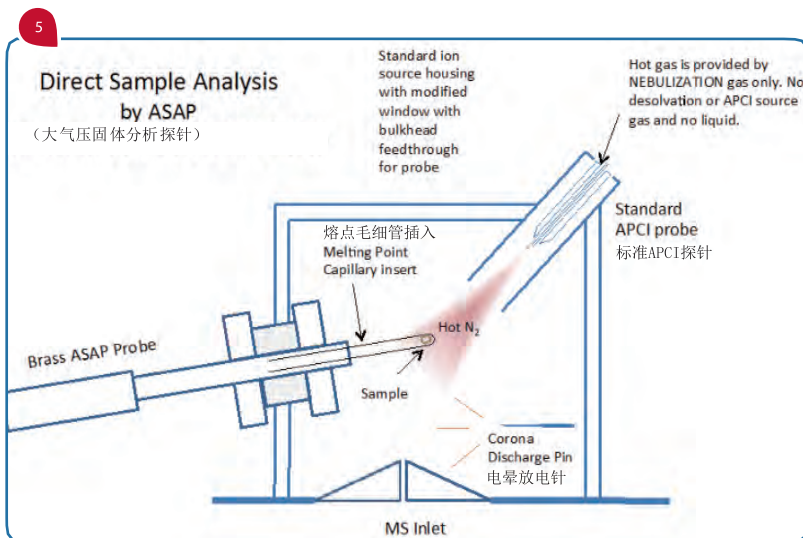


图5: ASAP 直接样品分析示意图
在APCI离子源内部, 样品经热氮气挥发, 并通过电晕针放电进行常压化学电离后, 在玻璃毛细管表面上产生了样品分子的带电离子。

结论

使用配备ASAP离子源的expression⁺ CMS分析两种膳食保健品中的化学成分。通过固体直接进样, 而无需任何额外的样品制备或样品衍生, 就能实现质谱分析。此外, 通过使用全扫描质谱检测, 结果展示了每种成分的质谱信息, 确认Decimate和AMPilean两种保健品中各自含有大量的DMBA和咖啡因, 但DMBA在AMPilean中的含量是其在Decimate中含量的两倍(图8)。同时, 实验结果还显示Decimate含有烟酸, AMPilean则不含烟酸。

ASAP/APCI可以轻松筛查出每种膳食保健品粉末中的DMBA, 每个样品检测时间均少于30秒。

6

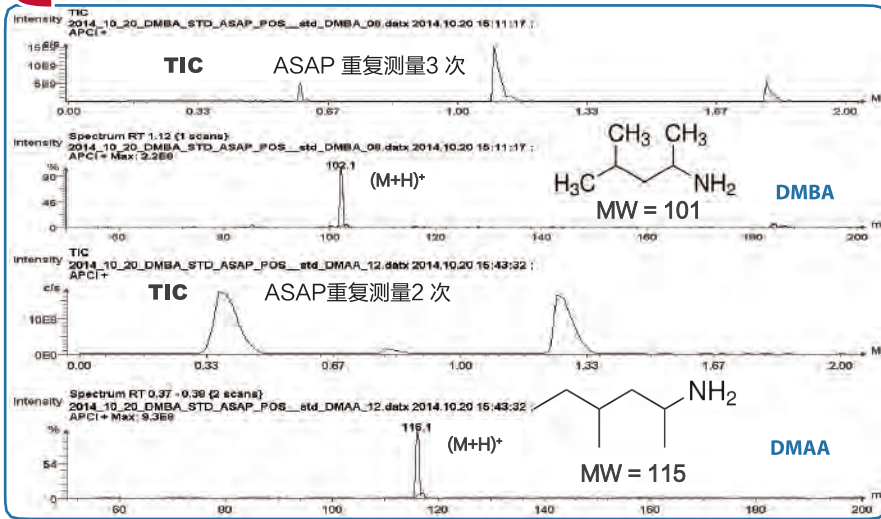


图6: DMBA和DMAA标准品的ASAP正离子检测总离子流图和质谱图, 确定DMBA和DMAA的二者分子离子峰, 从而比较分析膳食保健品产品中二者的存在状况。

7

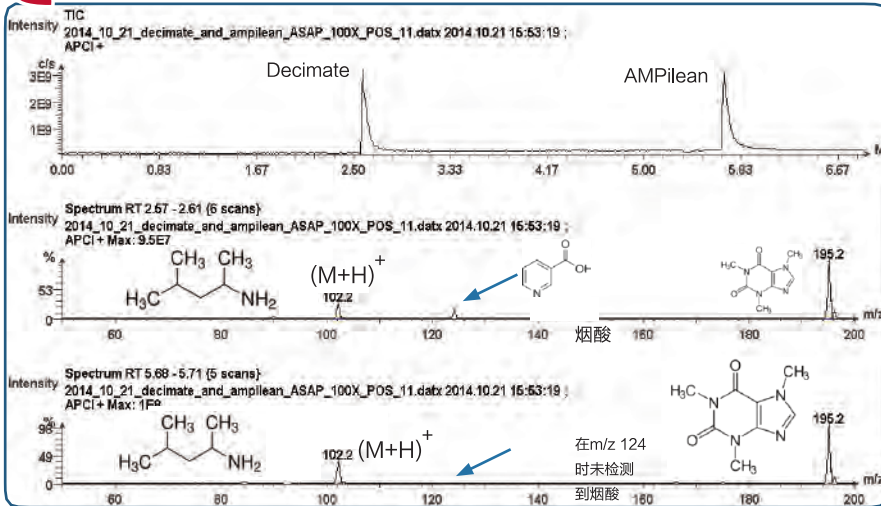


图7: Decimate 和 AMPi lean的ASAP正离子检测总离子流图和质谱图在两种样品中均检测到DMBA分子离子峰m/z 102.2, 但仅在Decimate样品中检测到烟酸m/z 124。

8

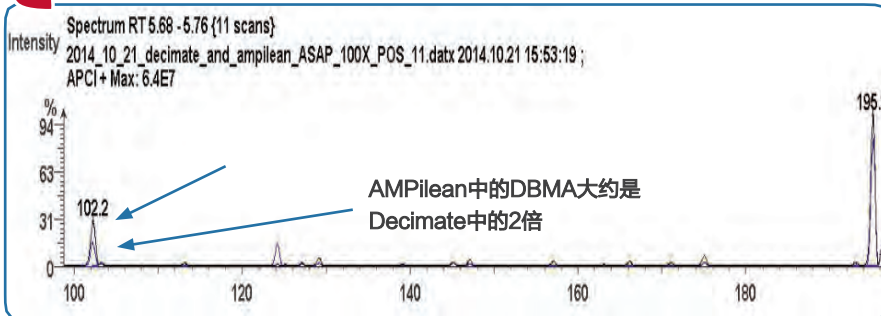


图8: 在Decimate和AMPi lean中, DMBA的m/z 102的光谱重叠图
如质谱分析所示, AMPi lean中的强度表明其中含有的DMBA量约为Decimate中的两倍。

Advion

www.expressioncms.com
info@advion.com

Advion是质谱与合成解决方案的领导者。expression CMS是一种高性能、紧凑、价格合理的单四极质谱仪。其大小紧凑, 适用于空间有限的实验室, 可供化学家直接获取质量确认、反应监测、质量控制和纯度分析所需的结果。