

藥物食品檢驗局調查研究年報10:101-106,1992
Ann. Rept. NLFD Taiwan R.O.C. 10:101-106,1992

Angle

利用氣相層析質譜儀同時分離及鑑別 DIAZEPAM, NORDAZEPAM, FLUNITRAZEPAM, BROMAZEPAM, FLURAZEPAM HCl, ALPRA- ZOLAM 及 TRIAZOLAM 等七種國內濫用藥物

黃錫敏 *林春惠 簡俊生

第一組 *行政院衛生署藥政處

本報告是應用精確、快速的氣相層析質譜儀定性國內被濫用之精神神經安定劑、催眠鎮靜劑：Diazepam, Nordazepam, Flunitrazepam, Bromazepam, Flurazepam HCl, Alprazolam及Triazolam。

目前國內甚多犯案使用之藥物多為上述成分，而對於Benzodiazepine類催眠鎮靜劑之鑑別，一般使用薄層層析法及紫外光光度法做初篩試驗，但有時因雜質干擾或因各成分的化學結構類同，而無法得到鑑別結果，所以必需發展出一可同時分離及鑑別多種Benzodiazepine類催眠鎮靜劑之檢驗方法。利用氣相層析質譜儀以Electron-Impact Mode為電子源，層析管為2% OV-17，得到良好的分析效果，並可迅速提供準確的檢驗結果。

本實驗中標準品溶液及檢液之製備係Cocaine phosphate以甲醇稀釋成0.01%(W/V)濃度當做內部標準品液；精確稱取Diazepam, Nordazepam, Flunitrazepam, Bromazepam, Triazolam各10mg, Flurazepam HCl 1.5mg, Alprazolam 2.5mg混合溶於10ml內部標準品液中當做標準品溶液；如樣品為膠囊、錠劑、粉末時，則取適當量以內部標準品液萃取之；樣品為液劑時，則取適當量於鹼性

(pH 9-10)加氯仿萃取，萃取液濃縮後轉溶於內部標準品液中當做檢液。

本實驗所使用之氣相層析質譜系統如下：
氣相層析質譜儀：Shimadzu GC/MS QP 1000 EX (electron-impact mode); Shimadzu GC-14, ACER 1100, NEC PINWRITER Integrater (附資料系統)

氣相層析管：2.6mm (i.d.)glass columns 1.1 m (long) packed with 2% OV-17

本實驗之氣相層析操作條件如下所述：
氣相層析管溫度：250°C
離子源溫度：250°C
注器溫度：250°C
移動相氣體(He)流量：30ml/min

Ion voltage: 70 eV

鑑別時，將標準品溶液及檢液各別注入氣相層析質譜儀分析，獲得各成份滯留時間，瞭解標準品溶液各成份呈現順序，由質譜斷裂，最強離子，分子離子與檢液比較鑑別之。

本實驗以氣相層析質譜儀對七種Benzodiazepines做鑑別，電子源為Electron-Impact Mode，層析管為2% OV-17，其質譜詳見圖1-7，上述質譜所掃描之質量範圍是50-491 a.m.u.，分析結果所得到之質量範圍

藥物食品檢驗局調查研究年報(Ann. Rept. NLFD)

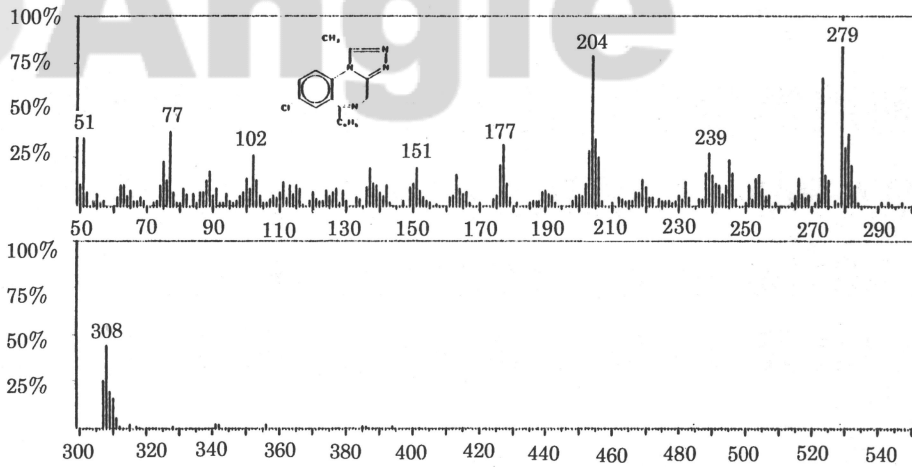


Fig 1 Mass spectrum of Alprazolam

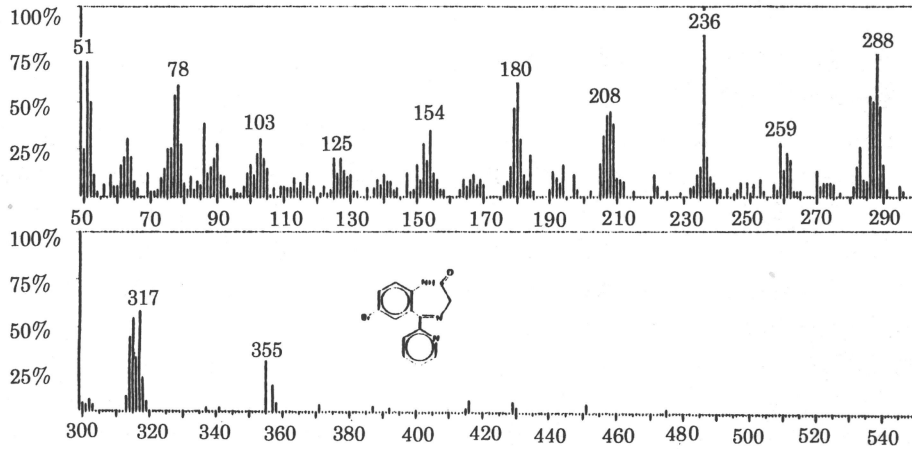


Fig 2 Mass spectrum of Bromazepam

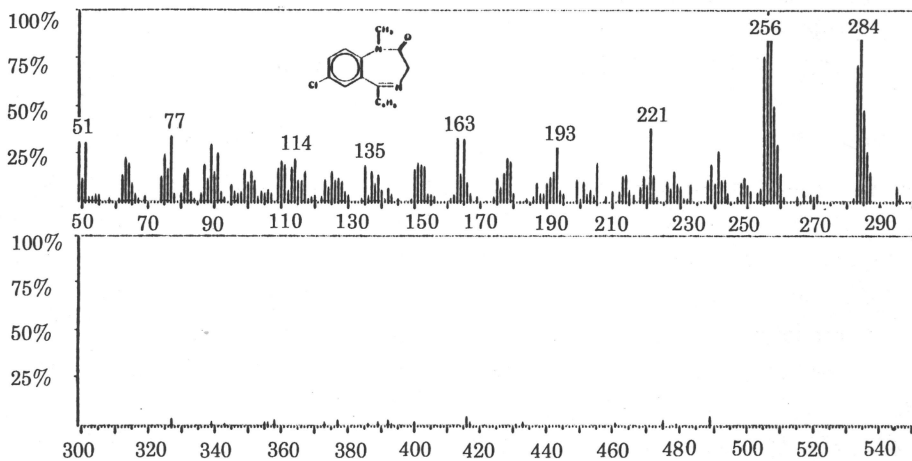


Fig 3 Mass spectrum of Diazepam

利用氣相層析質譜儀同時分離及鑑別七種國內濫用藥物

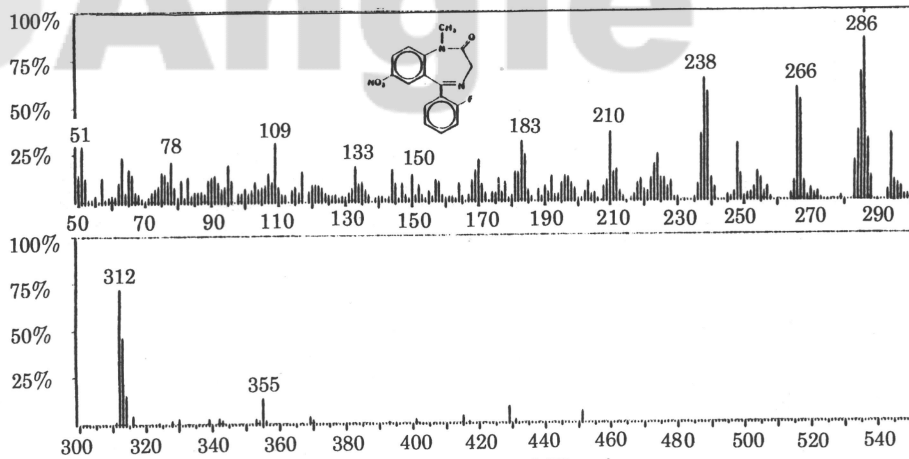


Fig 4 Mass spectrum of Flunitrazepam

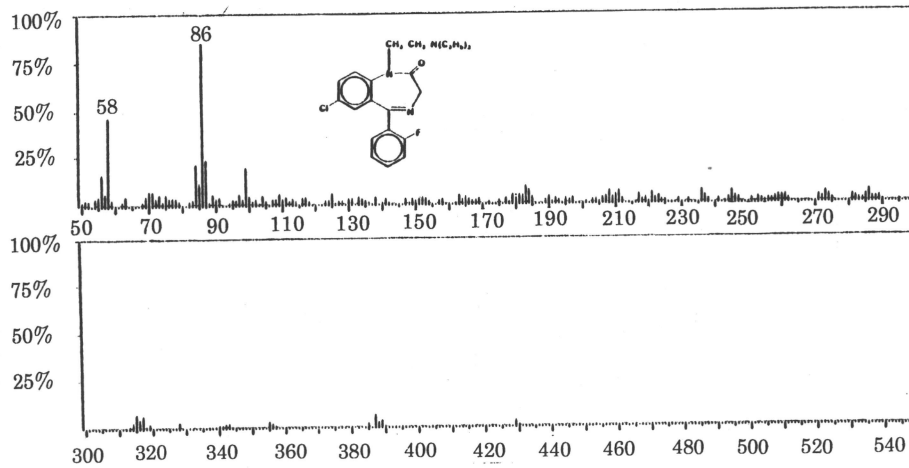


Fig 5 Mass spectrum of Flurazepam

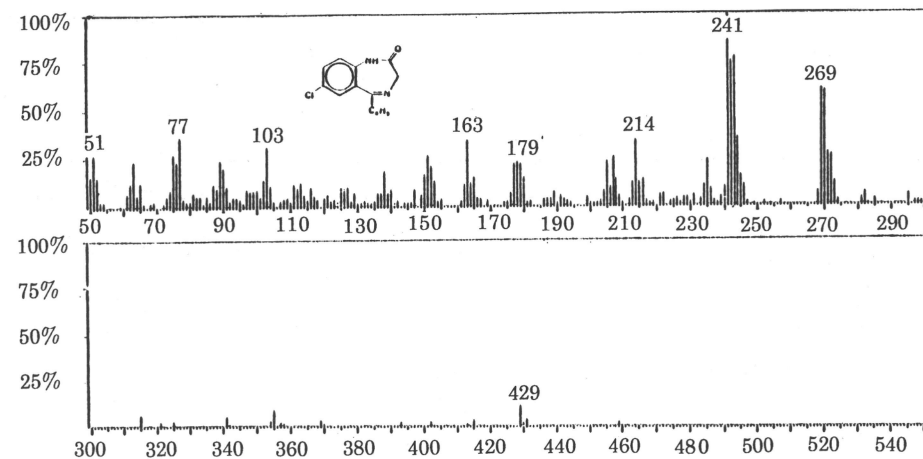


Fig 6 Mass spectrum of Nordazepam

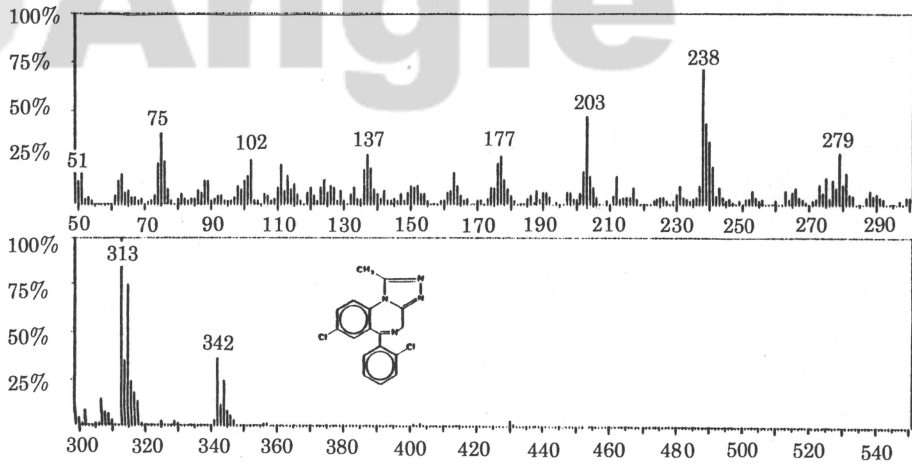


Fig 7 Mass spectrum of Triazolam

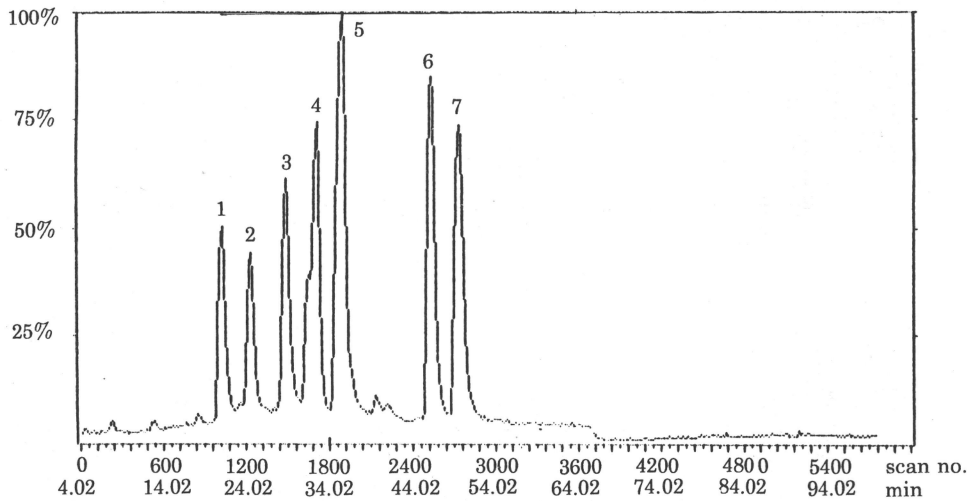


Fig 8 GC/MS recording of a standard solution containing 1, Codeine phosphate (internal standard) 2, Diazepam 3, Nordazepam 4, Flunitrazepam 5, Bromazepam and Flurazepam 6, Alprazolam 7, Triazolam

表一 七種Benzodiazepines的質譜

化合物	分子離子	最強離子
	m/z	m/z
Alprazolam	308	279
Bromazepam	317	288
Diazepam	284	256
Flunitrazepam	312	286
Flurazepam	387	355
Nordazepam	269	241
Triazolam	342	313

利用氣相層析質譜儀同時分離及鑑別七種國內濫用藥物

表二 七種Benzodiazepines的滯留時間比

化 合 物	滯留時間比
Alprazolam	2.18
Bromazepam	1.70
Diazepam	1.16
Flunitrazepam	1.54
Flurazepam	1.65
Nordazepam	1.36
Triazolam	2.34

是51-429 a.m.u.，而分子離子(M⁺)和最強的離子列於表1，而每一種Benzodiazepines的最強離子及特異離子可用來做定性及定量。

上述七種Benzodiazepines利用本實驗建立之氣相層析條件分析，所得之層析圖見圖8，其分析之滯留時間比見表2，

本研究之完成承蒙第四組程俊龍同仁之支援，第三組林技正哲輝不吝斧正，在此謹致最誠摯之謝意。

參考文獻

- 1.Seno H., O. Suzuki, T. Kumazawa and H. Hattori, 1991, Journal of Analytical Toxicology, 15(1):21-24
- 2.Mule S.J. and G.A. Casella, 1989, Journal of Analytical Toxicology, 13(3): 179-184
- 3.Lillsunde P. and T. Sepp, 1990, Journal of Chromatography, 533:97-110
- 4.Drouet-Coassolo C., C. Aubert, P. Coassolo and J.P. Cano, 1989, Journal of Chromatography, 487:295-311
- 5.Japp M., K. Garthwaite, A.V. Geeson and M.D. Osselton, 1988, Journal of Chromatography, 439:317-339
- 6.Moffat A.C., J.V. Jackson, M.S. Moss and B. Widdop, 1986, Clarke's Isolation and Identification of Drugs, Second Edition, p.331, 400, 526-527, 623-624, 630-631, 821-822, 1038-1039



**SEPARATION AND IDENTIFICATION OF DIAZEPAM,
NORDAZEPAM, FLUNITRAZEPAM, BROMAZEPAM,
FLURAZEPAM HCl, ALPRAZOLAM AND TRIAZOLAM
BY GC/MS**

SHYI-MIIN HWANG, *CHUNG-HWEI LIN AND CHUN-SHENG CUIEN

DIVISION OF DRUG CHEMISTRY *BUREAU OF DRUGS

ABSTRACT

A rapid GC/EIMS procedure was developed for the separation and identification of diazepam, nordazepam, flunitrazepam, bromazepam, flurazepam HCl, alprazolam and triazolam. Codeine phosphate was used as the internal standard and OV-17 was chosen as an

analytical column in this experiment.

The seven benzodiazepines are commonly abused as criminal drugs in our society. This gas chromatographic analytical condition can give good resolutions and precise results rapidly.