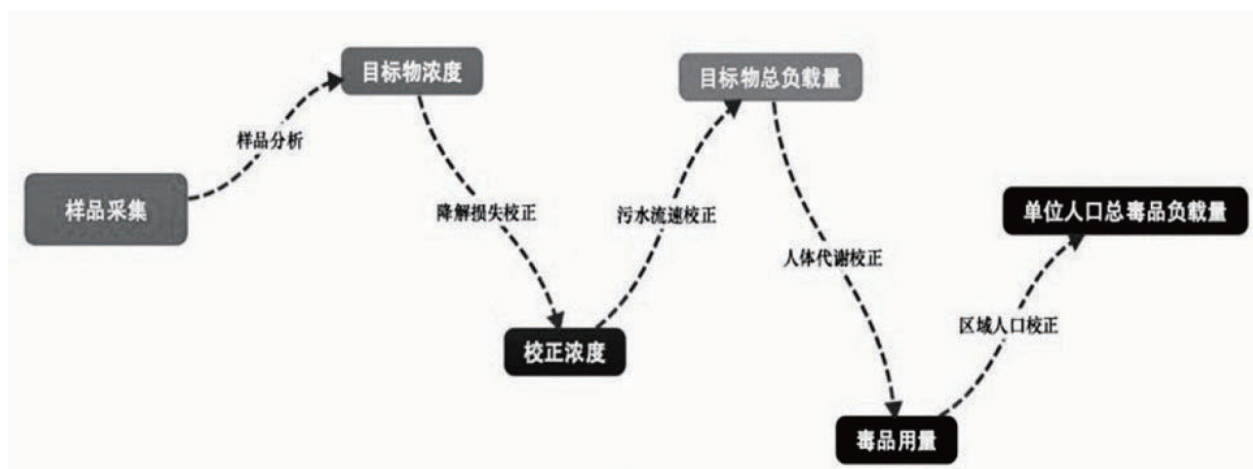




依利特公司EClassical 3200L-MS² Vertical 9100 液相质谱联用系统测定污 水中毒品整体解决方案

背景

基于污水流行病学的现代禁毒情报工作,其实质就是通过标准化的样品采集与样品分析方法,对特定区域内污水中的毒品及其代谢物的浓度进行检测,通过引入降解损失校正、污水流速校正、人体代谢校正以及人口数量校正等方法,反算该地区某种(类)毒品的量,分析流程下图所示。



依利特公司采用EClassical 3200L-MS² Vertical 9100液相质谱联用系统,建立了污水中毒品筛查的整体解决方案。



样品前处理方法

- 1、准确吸取污水样品50mL, 分别置于50mL具塞离心管中；
- 2、用浓盐酸调节pH值至小于2, 加入100μL 25ng/mL 混合内标；
- 3、充分混匀后使用玻璃纤维滤膜过滤, 转移至活化好的HLB小柱；
- 4、控制流速, 用泵抽干固相萃取柱；
- 5、用5%氨化甲醇4 mL洗脱, 收集洗脱液, 氮吹至近干；
- 6、加入0.1%甲酸水溶液 250μL, 混匀, 过0.22μm滤膜后待机。

2.质谱参数：

以下参数以EClassical 3200L-MS² Vertical 9100 三重四极杆液质联用仪为例，目标化合物质谱参数见表2。

离子源: ESI 正离子 雾化气: 200 离子源温度: 280℃ 扫描模式: Time Managed MRM

反吹气: 100 HSID温度: 250℃ 喷雾电压: 5500V(POS)

表2 12种毒品化合物质谱参数表

化合物	母离子	子离子	保留时间	CC	EV	CCL2
安非他命	136.1	91.1	1.788	-26	10	-28
		119.1		-13	10	-24
安非他命-D5	141.1	124.1	1.776	-13	10	-24
甲基苯丙胺	150.2	91.1	1.956	-26	10	-32
		119.1		-15	10	-28
甲基苯丙胺-D5	155.2	92.1	1.944	-26	10	-32
亚甲二氧基甲基苯丙胺	194.1	135	2.04	-28	10	-40
		163.1		-17	10	-36
亚甲二氧基甲基苯丙胺-D5	199.1	165.1	2.028	-17	10	-36
亚甲基二氧苯丙胺	180.1	133.1	1.896	-24	10	-40
		105.1		-31	10	-40
亚甲基二氧苯丙胺-D5	185.1	110.1	1.884	-31	10	-40
去甲氯胺酮	224.1	125	2.268	-34	10	-52
		207.1		-16	10	-45

LC-MS/MS仪器方法

1.EClassical 3200L UHPLC参数：

流动相A: 0.1%甲酸溶液含 5mM/L 甲酸铵

流动相B: 乙腈

色谱柱: Brownlee SPP C18 50x2.1mm, 2.7μm

进样量: 5 μL

柱温: 40℃

流速:0.2 mL/min

表1 12种毒品液相色谱梯度洗脱表

Time/min	A/%	B/%
	0.1%甲酸水5mM/L 甲酸铵	乙腈
0	95	5
0.5	70	30
3.0	70	30
3.5	10	90
4.5	10	90
4.6	95	5
8.0	95	5

化合物	母离子	子离子	保留时间	CC	EV	CCL2
去甲氯胺酮-D4	228.1	129	2.268	-34	10	-52
氯胺酮	238.1	129	2.352	-37	10	-48
		207.1		-18	10	-48
氯胺酮-D4	242.1	211.1	2.34	-18	10	-48
吗啡	286.1	165.1	0.96	-57	10	-60
		201.1		-36	10	-60
吗啡-D3	289.2	201.1	0.96	-36	10	-60
苯甲酰爱康宁	290.1	105	2.424	-33	10	-60
		168.1		-32	10	-48
苯甲酰爱康宁-D3	293.1	171.1	2.424	-32	10	-48
可待因	300.2	165.1	1.632	-56	10	-60
		199.1		-42	10	-60
可待因-D6	306.2	202.1	1.608	-42	10	-60
可卡因	304.2	150.1	2.977	-24	10	-68
		182.1		-37	10	-68
可卡因-D3	307.2	185.1	2.977	-37	10	-68
美沙酮	310.2	105.1	3.685	-38	10	-68
		265.2		-19	10	-68
美沙酮-D3	313.2	268.2	3.685	-19	10	-68
乙酰吗啡	328.2	165.1	1.908	-49	10	-72
		211.1		-34	10	-72
乙酰吗啡-D3	331.2	211.1	1.908	-34	10	-72

结果与讨论

图1中展示了采用12种毒品的提取离子流色谱图，经色谱条件优化，各个化合物的峰形对称，获得优异的色谱分离效果，图2是12种毒品标准曲线，表3为相关系数和检出下限及重复性。

表3 方法学考察数据

Compound	Range (ng/mL)	LOQ (µg/kg)	0.01ng/mL RSD/% n=6
安非他命	1.0~500.0	0.5	3.21
甲基苯丙胺	1.0~500.0	0.5	4.33
亚甲二氧基甲基苯丙胺	1.0~500.0	0.5	4.47
亚甲基二氧苯丙胺	1.0~500.0	0.5	4.01
去甲氯胺酮	1.0~500.0	0.5	4.11
氯胺酮	1.0~500.0	0.5	3.99
吗啡	1.0~500.0	0.5	3.87
苯甲酰爱康宁	1.0~500.0	0.5	4.43
可待因	1.0~500.0	0.5	3.83
可卡因	1.0~500.0	0.5	4.19
美沙酮	1.0~500.0	0.5	4.23
乙酰吗啡	1.0~500.0	0.5	4.29

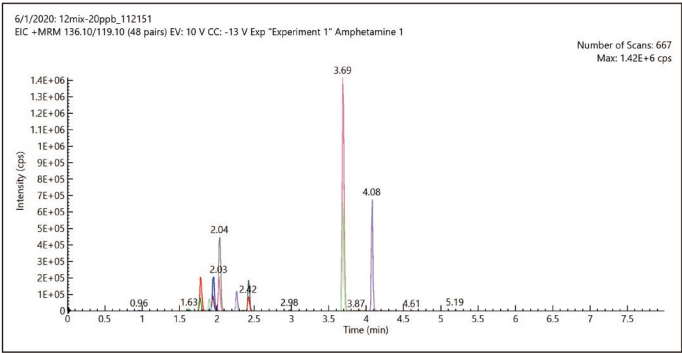
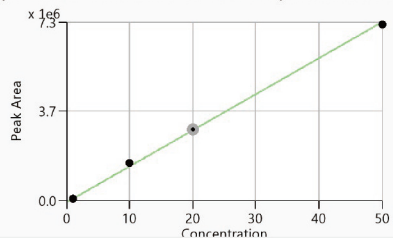
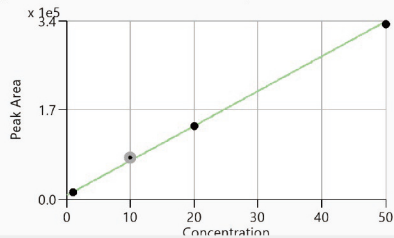


图1 12种毒品提取离子色谱图

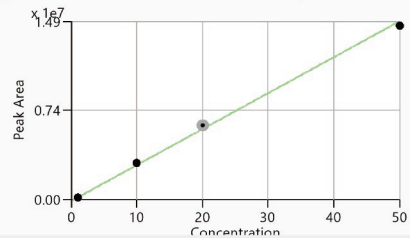
Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "Amphetamine 2 (136.1/91.1)"
 $y = 148.341x - 82,728.96382 \quad R^2 = 0.9988$ (ByArea, Linear, 1/X)



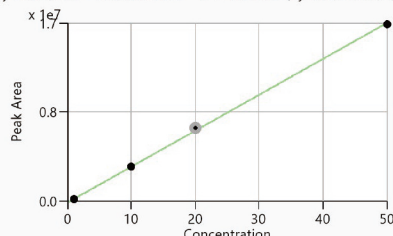
Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "Codeine 3 (300.4/215)"
 $y = 6,635.0x + 6,863.3 \quad R^2 = 0.9987$ (ByArea, Linear, 1/X)



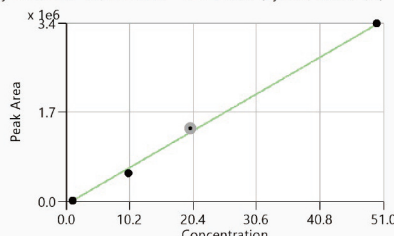
Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "Benzoylcegonine 1 (290/168)"
 $y = 300,652x - 151,244.94605 \quad R^2 = 0.9984$ (ByArea, Linear, 1/X)



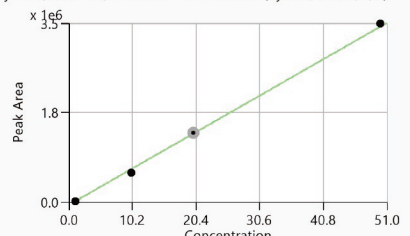
Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "Cocaine 2 (304.1/182.1)"
 $y = 341,720x - 170,309.45779 \quad R^2 = 0.99963$ (ByArea, Linear, 1/X)



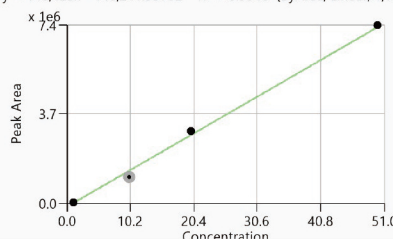
Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "CBD 1 (315.1/193.1)"
 $y = 69,392x - 58,003.25936 \quad R^2 = 0.9969$ (ByArea, Linear, 1/X)



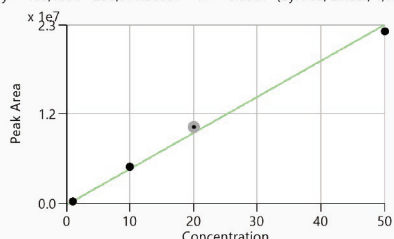
Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "THC 1 (315.3/193.1)"
 $y = 70,541x - 57,011.26952 \quad R^2 = 0.9985$ (ByArea, Linear, 1/X)



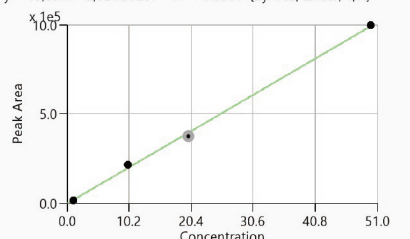
Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "CBN 1 (311.2/223.1)"
 $y = 148,425x - 146,241.33782 \quad R^2 = 0.9946$ (ByArea, Linear, 1/X)



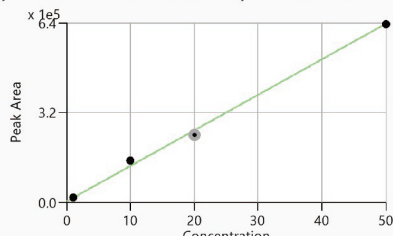
Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "MDMA 1 (194.1/163)"
 $y = 466,139x - 238,370.36537 \quad R^2 = 0.9967$ (ByArea, Linear, 1/X)



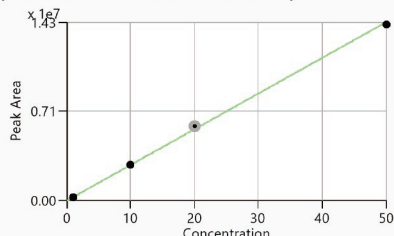
Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "6-Acetylmorphine 1 (328.2/165)"
 $y = 19,831x - 2,521.35267 \quad R^2 = 0.9981$ (ByArea, Linear, 1/X)



Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "Morphine 2 (286.1/201)"
 $y = 12,668x + 3,140.7 \quad R^2 = 0.9961$ (ByArea, Linear, 1/X)



Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "Ketamine 1 (238.2/125)"
 $y = 286,423x - 50,753.14003 \quad R^2 = 0.99932$ (ByArea, Linear, 1/X)



Standard Curve: "Concentration vs Area"
Source "ESI1" Component "Methamphetamine 2 (150.2/91.1)"
 $y = 400,800x - 241,053.72451 \quad R^2 = 0.99971$ (ByArea, Linear, 1/X)

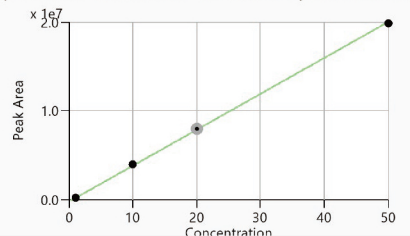


图2 12种毒品线性相关系数

结论

本方法通过简单、方便、可靠的固相萃取前处理方法,对样品进行提取和净化;采用软件已设置的毒品多残留筛查方法,一键式实现毒品筛查和定量分析;经实验表明,本方法具有良好的线性关系,灵敏度高,重现性好等特点完全满足污水中毒品的筛查和定量定性分析要求;Elite EClassical 3200L-MS² Vertical 9100液相质谱联用系统:采用创新的离子源,保证最大的离子化,从而保证仪器的灵敏度。结合离子源主动排废气设计、专利的HSID质谱接口以及反吹气设计,确保仪器处于洁净状态,大大提高仪器的抗污染能力,从而获得高灵敏度,重现性好的实验数据。

大连依利特分析仪器有限公司

地址:中国·辽宁·大连市高新技术产业园区七贤岭学子街2号

依利特(苏州)分析仪器有限公司

地址:中国·江苏·苏州工业园区金鸡湖大道99号苏州纳米城西北区14栋501

