

DPiMS-8060 快速检测尿液中毒品及其代谢物

DPiMS-005

摘要： 本文使用岛津 DPiMS-8060 建立并验证了测定尿液中甲基苯丙胺和氯胺酮及其代谢物的分析方法。本方法基于探针电喷雾离子化的技术手段，样品仅经过稀释，无需复杂前处理，可在 1 min 内完成毒品的准确定量测定。本实验对线性范围、精密度、回收率等项目均进行考察。结果表明该方法满足方法学验证要求，具有分析速度快、灵敏度高、重复性好的特点。

关键词： DPiMS-8060 毒品及其代谢物 尿液

大多数的毒品都经过尿液排泄，尿液是目前在现场筛选吸毒者以及体内毒品确定性试验中最常见的检材。尿液中毒品常见的检测方法有酶联免疫法、胶体金免疫层析法、色谱柱质谱联用法等，其中胶体金免疫层析法应用最为广泛，色谱质谱联用法灵敏度和准确性最高。

岛津 DPiMS-8060 使用超细针头在样品表面取极

少量样品，并在针上施加电压，形成纳米液滴和泰勒锥的射流，样品电离过程于 ESI 模式。DPiMS-8060 具有样品前处理简单、取样量少、分析速度快、准确度高特点，是非常有应用前景的分析技术。

本方法针对尿液中甲基苯丙胺和氯胺酮及其代谢物，使用岛津 DPiMS-8060 建立全新、快速、高效的分析方法，准确定量尿液样品中毒品的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津原位探针离子化质谱仪 DPiMS-8060。具体配置为：

质谱仪：LCMS-8060

离子源：探针电喷雾离子源 (PESI)

色谱工作站：LabSolutions Version 5.97

1.2 仪器分析条件

离子源条件

取样时间：50 msec

放电电压：2.3kV(+)/-3.0kV(-)

取样位置：46.0 mm

探针清洗：0.05 min(+)/0.05 min(-)

离子化时间：160 msec

探针频率：2.78 Hz

质谱条件

离子源：PESI

加热块温度：30°C

DL 温度：250°C

MRM 参数：见表 1

表 1 MRM 优化参数

No.	名称	CAS	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
1	甲基苯丙胺	537-46-2	150.10	91.10*	-11	-18	-18
				119.15	-11	-14	-26
2	苯丙胺	300-62-9	136.05	119.15	-14	-14	-22
				93.05*	-14	-17	-18
3	氯胺酮	6740-88-1	238.10	125.05*	-12	-25	-22
				220.10	-12	-14	-15

4	去甲氯胺酮 (NK)	79499-59-5	224.05	207.10	-11	-11	-24
				125.00*	-11	-22	-25
5	甲基苯丙胺-d5		155.00	92.10*	-11	-18	-18
				121.00	-11	-14	-26
6	苯丙胺-d5		141.20	93.10*	-10	-24	-27
				124.00	-10	-12	-18
7	氯胺酮-d4		242.00	129.00*	-12	-25	-22
				224.00	-12	-14	-15
8	去甲氯胺酮-d4 (NK-d4)		228.00	129.00*	-11	-11	-24
				211.00	-11	-22	-25

注：* 为定量离子对

1.3 标准配制

分别取毒品标准溶液，用 50% 异丙醇水溶液稀释，配制混合工作液，放置于 4°C 冰箱中保存。分别取毒品内标溶液，用 50% 异丙醇水溶液稀释，配制混合工作液，放置于 4°C 冰箱中保存。取毒品标准溶液，逐级稀释成浓度为 1、2、5、10、50、100、200 ng/mL 的标准曲线工作溶液，其中内标浓度为 50 ng/mL。

1.4 样品及指控样品制备

取尿液样品，用 10% 异丙醇水溶液稀释 10 倍，再加入内标溶液，混合均匀后，取稀释液 10 μL 至液体样品板，进样分析。

取空白尿液样品，用 10% 异丙醇水溶液稀释 10 倍，再分别加入一定体积的标准溶液和内标溶液，混合均匀后，取稀释液 10 μL 至液体样品板，进样分析。

■ 结果与讨论

2.1 基质样品典型色谱图

移取 10 μL 毒品工作溶液至液体样品板，进样分析得到 4 种目标物（50 ng/mL）的 MRM 色谱图，见图 1。

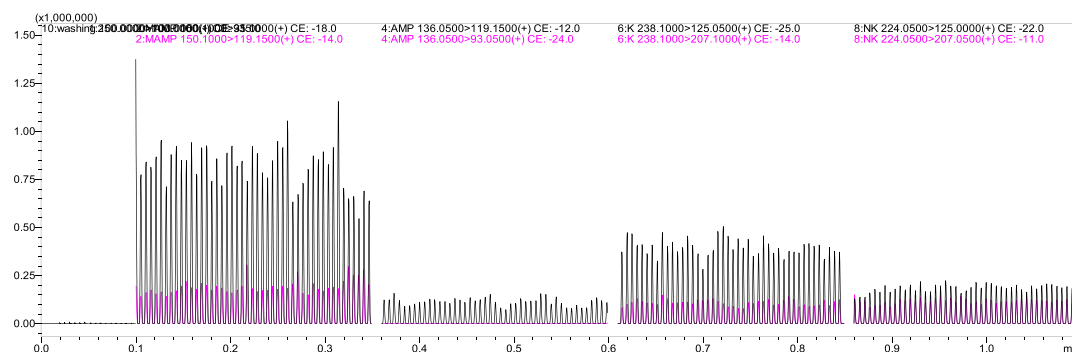


图 1 4 种目标分析物的 MRM 色谱图 (50 ng/mL)

2.2 线性范围

取毒品标准溶液，用 50% 异丙醇，逐级稀释成浓度为 1、2、5、10、50、100、200 ng/mL 的标准曲线工作溶液，其中内标浓度为 50 ng/mL。采用内标法建立校准曲线，四种目标分析物的线性回归方程及相关系数见表 2。结果表明四种毒品在线性范围内线性相关性良好。

表 2 毒品及代谢物标准曲线参数 (线性回归, 权重系数为 $Y=1/C$)

化合物	校准曲线	线性范围 (ng/mL)	准确度 (%)	相关系数 r
甲基苯丙胺	$Y = (0.132002)X + (0.0309454)$	1-200	94.8-107.2	0.9995
苯丙胺	$Y = (0.168855)X + (0.316889)$	2-200	92.7-108.9	0.9997
氯胺酮	$Y = (0.0619112)X + (0.000108545)$	1-200	90.4-110.1	0.9992
去甲氯胺酮	$Y = (0.0301515)X + (0.000826675)$	1-200	93.8-104.9	0.9988

2.3 方法精密度

分别移取浓度为 5 ng/mL、50 ng/mL、200 ng/mL 的标准溶液于液体样品板中, 连续测量 6 次, 计算峰面积的相对标准偏差 (RSD)。结果表明, 各浓度水平峰面积的重复性在 4.87-11.85% 之间, 说明本方法精密度良好。

表 3 精密度 (n=6)

化合物	峰面积重复性 (RSD%)		
	5 ng/mL	50 ng/mL	200 ng/mL
甲基苯丙胺	6.60	4.87	6.92
苯丙胺	11.85	7.72	5.99
氯胺酮	8.39	5.74	8.43
去甲氯胺酮	8.93	8.21	7.86

2.4 加标回收

取空白尿液用 50% 异丙醇水溶液稀释 10 倍, 添加低、中、高浓度的标准溶液和一定浓度的内标溶液, 每个浓度平行测试 3 次。四种目标分析物的加标回收率见表 4, 结果显示四种目标分析物的回收率在 101.00%-123.78% 之间, RSD 在 0.90%-6.44% 之间。

表 4 加标回收率 (n=3)

化合物	5 ng/mL		10 ng/mL		50 ng/mL	
	回收率 /%	RDS/%	回收率 /%	RDS/%	回收率 /%	RDS/%
甲基苯丙胺	123.78	0.99	121.12	0.90	116.93	1.54
苯丙胺	101.00	3.82	117.47	6.44	120.93	2.54
氯胺酮	113.70	1.90	105.74	0.73	102.09	1.11
去甲氯胺酮	111.40	3.71	108.40	3.33	107.46	2.59

■ 结论

实验使用岛津 DPiMS-8060 建立尿液中毒品及其代谢物的快速定量分析方法。所建方法无需复杂前处理、不依赖液相分离、质谱检测无需消耗雾化气和脱溶剂气。本方法在 1 min 内完成毒品及代谢物定量分析。方法采用内标法定量, 线性范围内线性关系良好。精密度实验中, 目标物各浓度水平峰面积的重复性在 4.87-11.85% 之间。四种目标分析物的回收率在 101.00%-123.78% 之间, RSD 在 0.90%-6.44% 之间。本方法具有方法简便、分析速度快、灵敏度高、重复性好的特点, 为尿液中毒品快速筛查打开了一个新的窗口。

岛津应用云

