

# 岛津 ATLAS-USIS 自动前处理装置结合 GCMS-TQ8050 对血液中 9 种毒物快速筛查

## GCMSMS-129

**摘要：**本文建立了一种使用样品自动前处理装置结合岛津三重四极杆气质和刑侦数据库快速筛查血液中 9 种毒品的分析方法。结果表明：经过 ATLAS-USIS 处理的血液加标样品在较低浓度 (10 ng/mL) 下上机分析，仍然具有较好的峰型和响应，自动前处理设备有效的减少了血液基质对样品出峰的干扰；对 ATLAS 处理的血液加标样品重复进样 6 次，10 ng/mL 和 100 ng/mL 的加标样品化合物峰面积相对标准偏差 (RSD) 均小于 8%，精密度良好；在基质加标水平为 10 ng/mL 和 100 ng/mL 的浓度下，平均回收率均在 73.48~116.96%，回收率高。本方法操作简单、方便，可以为血液中毒品快速筛查提供一定的参考。

**关键词：**ATLAS-USIS 三重四极杆气质联用仪 Smart Forensic Database 血液 毒品

近年来，随着世界经济全球化及快速发展，毒品泛滥呈现日益蔓延的趋势，对社会的公共安全、医疗卫生等造成较大威胁，特别是对青少年的身心健康造成极大危害，引起各国政府的高度关注。毒品分析检测技术对此类事件的现场排查与物证提取起着至关重要的作用，可有效地打击犯罪、固定证据和维护社会治安，已成为公共安全领域的研究热点之一。

岛津 ATLAS-USIS 自动前处理装置针对尿液、血液等样品中的毒品、兴奋剂等违禁药物可自动进行液-液萃取等过程完成样品制备，复溶后可以液质联用分

析或气质联用分析，自动化程度高，大量节省人力物力。岛津“Smart Forensic Database”刑侦毒物库包含 200 种常见毒品、滥用药物和精神药物及其衍生物的 MRM 离子对参数，使用保留指数预测数据库中化合物的出峰时间，可以快速创建 MRM 筛查方法应对毒品分析。

本文利用 ATLAS-USIS 结合 GCMS-TQ8050 和岛津“Smart Forensic Database”数据库建立了血液中 9 种毒品快速筛查的方法，该方法灵敏度高，操作简单，可以为血液中毒品筛提供一定的参考。

## 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪：GCMS-TQ8050

### 1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5 Sil MS, (30 m×0.25 mm  
×0.25 μm)

进样口温度：280℃

柱温程序：40℃ (3 min)\_25℃ /min\_180℃ (1 min)  
\_10℃ /min\_300℃ (7.4 min)

载气控制方式：恒线速度 (48.1 cm/sec)

进样方式：不分流进样 (1 min)

离子源温度：200℃

接口温度：300℃

检测器电压：调谐电压 +0.6 kV

采集方式：MRM(离子对采集信息参见表 1)

表1 MRM参数与化合物信息

No	名称	英文名	CAS 号	定量离子对	参考离子对 1	参考离子对 2
1	氯胺酮	Ketamine	6740-88-1	180.0>116.1	209.0>180.1	180.0>151.1
2	利多卡因	Lidocaine	137-58-6	86.0>58.1	234.0>86.1	234.0>72.1
3	美沙酮	Methadone	76-99-3	223.0>105.1	294.00>223.1	223.0>91.1
4	异丙嗪	Promethazine	60-87-7	284.0>72.2	213.0>197.9	284.0>213.2
5	可待因	Codeine	76-57-3	299.0>162.1	229.0>214.1	299.0>214.0
6	氯丙嗪	Chlorpromazine	50-53-3	318.0>86.1	318.0>58.2	272.0>257.0
7	氯氮平	Clozapine	5786-21-0	256.0>192.1	243.0>181.1	243.0>208.0
8	艾司唑仑	Estazolam	29975-16-4	259.0>205.1	293.0>239.1	259.0>203.1
9	阿普唑仑	Alprazolam	28981-97-7	273.0>203.1	273.0>176.1	273.0>245.10

注：表中所有信息来自岛津“Smart Forensic Database”刑侦数据库

### 1.3 样品前处理

1.3.1 配置一定浓度的毒品混标，作为工作储备液。

1.3.2 取精确体积 1 mg/mL 工作储备液，加至空白血样中，依次配制得到浓度分别为 10 和 100 ng/mL 的基质加标溶液，用 ATLAS-USIS 自动前处理装置的 MainSeq 2 程序进行前处理，将前处理得到的样品用丙酮定容至 0.5 mL，使定容后的基质标液浓度分别为 10 和 100 ng/ml，然后过 0.22 μm 滤膜后上机分析。（注：ATLAS-USIS 的 MainSeq 2 程序处理样品时，取 3 mL 血样，用 4 mL 乙酸乙酯萃取，然后取 3 mL 上清液进行烘干处理，最后手动用丙酮将烘干剩余物定容到 0.5 mL）；

## 结果与讨论

### 2.1 MRM 采集方法建立

使用岛津“Smart Forensic Database”数据库中自带“AART\_Smart\_Forensic\_Database”方法采集 C7~C40 正构烷烃标液 (10 μg/mL)，然后将采集数据导入数据库建立筛查方法。

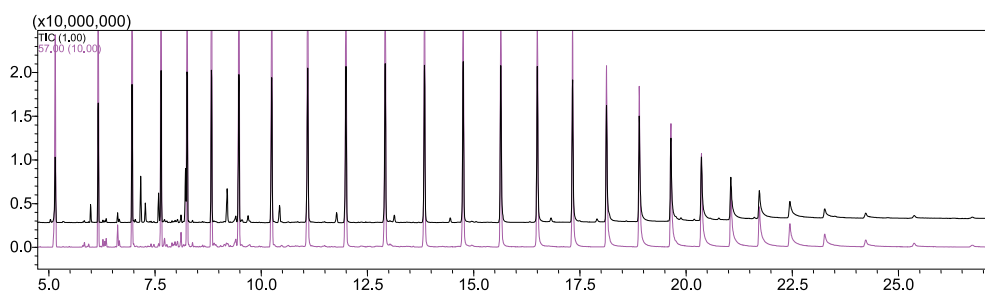


图2 正构烷烃 10 μg/mL SCAN谱图



图3 Smart Forensic Database数据库截图



图4 Smart Forensic Database生成MRM方法截图

## 2.2 MRM 谱图

经过 ATLAS-USIS 处理的血液加标 10 ng/mL 样品的 MRM 谱图如图 5 所示。

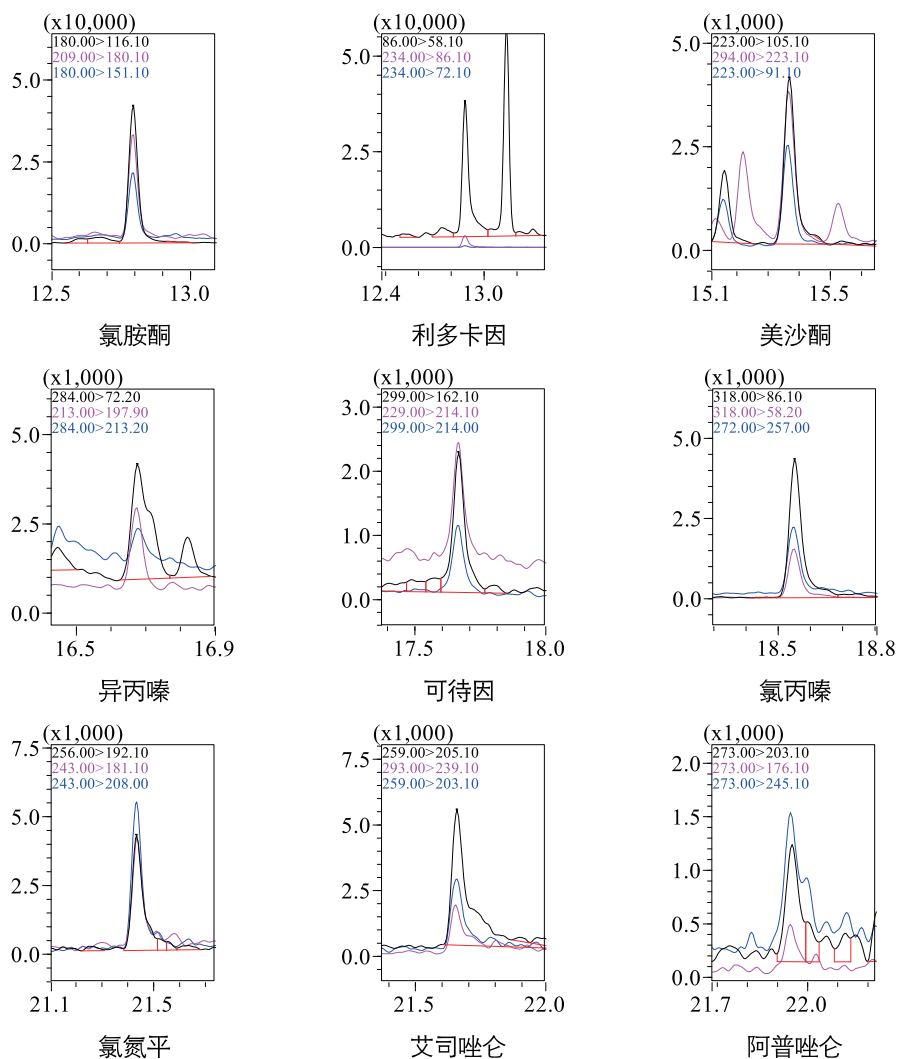


图5 10 ng/mL 血液样品MRM谱图

## 2.3 重复性测试

ATLAS-USIS 处理的 10 ng/mL 和 100 ng/mL 的血液样品重复进样 6 次，峰面积 RSD% 见表 3。

表2 重复性测试(n=6)

No	名称	英文名	峰面积 RSD%	
			10 ng/mL	100 ng/mL
1	氯胺酮	Ketamine	4.88	3.30
2	利多卡因	Lidocaine	3.44	5.06
3	美沙酮	Methadone	6.45	2.93
4	异丙嗪	Promethazine	6.70	5.12
5	可待因	Codeine	7.04	6.70
6	氯丙嗪	Chlorpromazine	5.94	3.69
7	氯氮平	Clozapine	4.21	3.28
8	艾司唑仑	Estazolam	7.63	3.98
9	阿普唑仑	Alprazolam	8.00	4.00

## 2.4 标准曲线与检出限

配置 9 种毒品溶剂混标考查线性，浓度分别为 1、10、50、100 和 250 ng/mL，以目标组分浓度为横坐标，目标组分峰面积纵坐标，绘制标准曲线，线性相关系数和检出限见表 3。

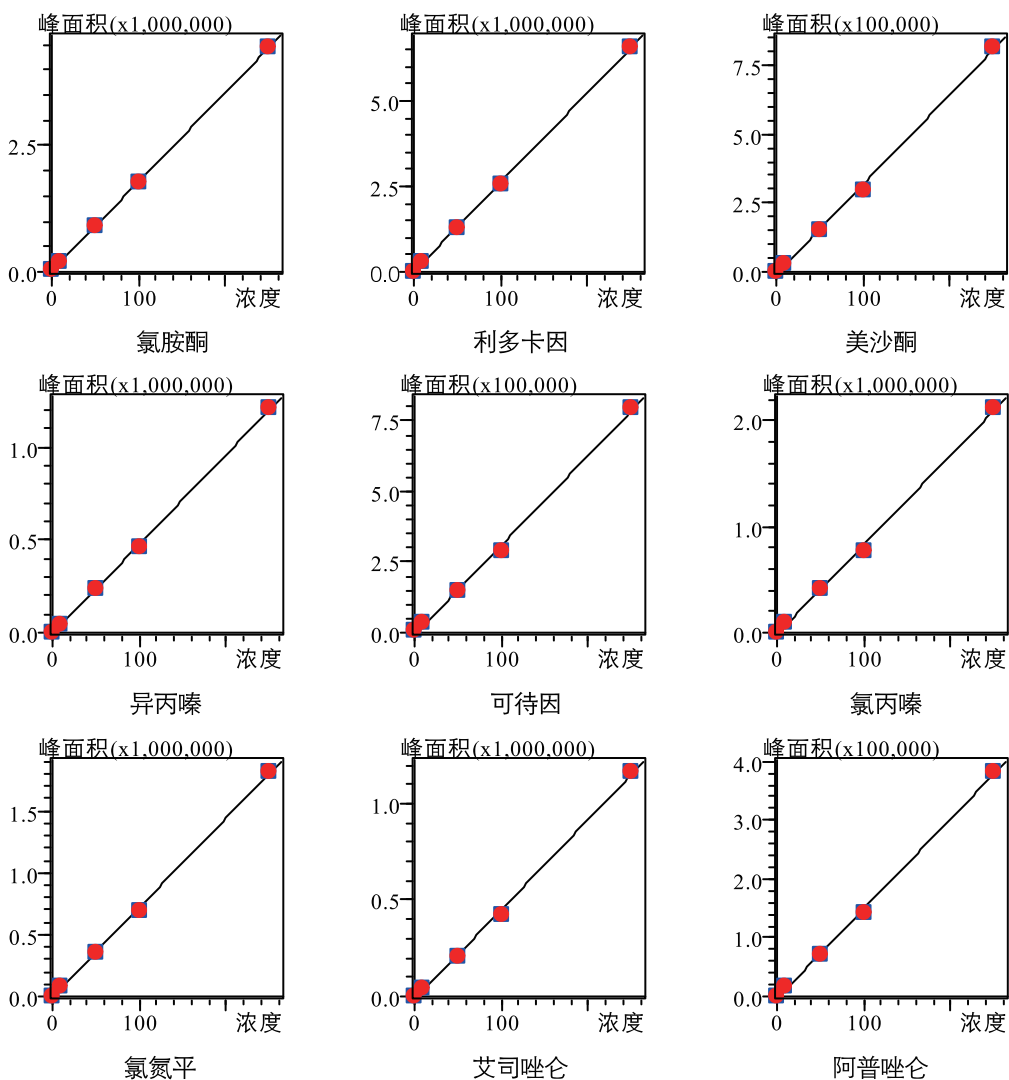


图6 9种毒品标准曲线

表3 9种毒品线性相关系数和检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (μg/L)
1	氯胺酮	0.9999	0.05
2	利多卡因	0.9998	0.42
3	美沙酮	0.9992	0.57
4	异丙嗪	0.9995	1.09
5	可待因	0.9992	0.60
6	氯丙嗪	0.9992	0.18
7	氯氮平	0.9998	0.35
8	艾司唑仑	0.9994	0.19
9	阿普唑仑	0.9997	3.38

## 2.5 回收率测试

对 ATLAS-USIS 处理的血液加标样品 10 ng/mL 和 100 ng/mL 进行进样，并结合溶剂标样响应结果，计算加标回收率，结果见表 4。

表4 加标回收率结果

No.	化合物	添加浓度 100 ng/mL			平均回收率 R (%)	添加浓度 10 ng/mL			平均回收率 R (%)
		R1 (%)	R2 (%)	R3 (%)		R1 (%)	R2 (%)	R3 (%)	
1	氯胺酮	83.67	83.27	86.75	84.56	73.27	79.70	79.07	77.35
2	利多卡因	115.36	119.35	115.03	116.58	118.75	118.92	112.82	116.83
3	美沙酮	94.73	94.11	95.13	94.66	85.81	81.58	85.81	84.40
4	异丙嗪	82.72	79.33	83.19	81.75	81.15	75.58	81.15	79.29
5	可待因	113.09	112.26	115.94	113.76	120.64	109.61	120.64	116.96
6	氯丙嗪	74.28	74.36	74.18	74.27	73.89	75.59	76.04	75.17
7	氯氮平	74.51	71.98	73.94	73.48	91.22	94.83	91.22	92.43
8	艾司唑仑	90.97	85.73	91.01	89.24	100.81	108.43	101.29	103.51
9	阿普唑仑	105.21	103.01	98.48	102.23	76.89	75.75	79.24	77.29

## 结论

经过 ATLAS-USIS 处理的血液加标样品，在 10 ng/mL 的浓度下峰型、响应、重现性 (RSD% $<$ 8) 均较好。在基质加标水平为 10 ng/mL 和 100 ng/mL 的浓度下，平均回收率均在 73.48~116.96%，回收率高。ATLAS-USIS 自动前处理设备包含萃取、移液、离心、乳化检测和浓缩功能，可以有效减少手工处理产生的误差，提高样品萃取效率，增加实验室的生产力。岛津“Smart Forensic Database”收录了 200 种常见毒品、滥用药物、精神药物及其代谢物的 MRM 离子对参数以及保留指数，数据库采用正构烷烃预测化合物出峰时间，从而提升检测的灵敏度。本方法操作简单、方便，灵敏度高，可以为血液中毒品快速筛查提供一定的参考。