

LCMS-8045 测定唾液中苯丙胺等四种苯丙胺类毒品和氯胺酮

LCMSMS-473

摘要：本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪 LC-40 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用测定唾液中苯丙胺等四种苯丙胺类毒品和氯胺酮的方法，该方法可在 6 min 内完成对目标物的检测。四种苯丙胺类毒品和氯胺酮在 2.0 ng/mL~40.0 ng/mL 浓度范围内线性良好，校准曲线线性相关系数 r 在 0.999 以上，且精密度和回收率实验结果均符合标准要求。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于唾液中四种苯丙胺类毒品和氯胺酮的快速检测。

关键词：三重四极杆质谱 唾液 苯丙胺类毒品 氯胺酮

近几年，毒品信息传播多元化，犯罪手段也呈现现代化和高技术化的特点。我国毒品案件数量持续上升，禁毒斗争面临着越来越严峻的形式，新型毒品频现，毒品检测的要求也越来越高。常见的新型毒品有冰毒，氯胺酮等，

吸食毒品会让人变得狂躁不安、具有很强的攻击性，甚至会出现精神恍惚、具有自杀的倾向。

目前，毒品检测生物样本主要有血液、毛发和唾液等。与其他两种检材相比，唾液样品具有易获得、较易净化、可以检测药物及其代谢物的游离态浓度以及通过分析代谢物在唾液中的比率，可以推断药物的摄入时间等特点。当前，检测唾液中四种苯丙胺类毒

品和氯胺酮毒品的前处理方法主要有蛋白沉淀法、液液萃取法等。蛋白沉淀法由于方法可靠、操作简单、成本低，是目前采用最普遍的前处理方法。

本文参照《法庭科学 唾液中苯丙胺等四种苯丙胺类毒品和氯胺酮检验 液相色谱 - 质谱法》标准报批稿，建立了使用岛津超高效液相色谱 LC-40 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用测定唾液中四种苯丙胺类毒品和氯胺酮残留量的方法。唾液样品经乙腈沉淀蛋白后，离心，取上清液上机测试。此方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于唾液中四种苯丙胺类毒品和氯胺酮的快速检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用超高效液相色谱仪 LC-40 X3 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。具体配置为 LC-40B X3 ×2 输液泵，SIL-40C X3 自动进样器，CTO-40S 柱温箱，CBM-40 系统控制器，LCMS-8045 三重四极杆质谱仪，LabSolutions Ver. 5.97 色谱工作站。

1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shim-pack Velox PFPP (100 mm×2.1 mm I.D., 2.7 μ m, SGLC, P/N: 227-32021-03)

流动相：A 相 - 含 20mmol/L 乙酸胺和 0.1% 甲酸的水溶液；B 相 - 乙腈溶液

流速：0.30 mL/min

进样体积：1.0 μ L

洗脱方式：梯度洗脱，初始浓度为 B 相 10%，时间程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

Time	Module	Command	Value
1.00	Pumps	Pump B Conc.	10
1.50	Pumps	Pump B Conc.	50
3.50	Pumps	Pump B Conc.	50
3.60	Pumps	Pump B Conc.	90
4.20	Pumps	Pump B Conc.	90
4.30	Pumps	Pump B Conc.	10
6.00	Controller	Stop	

质谱条件

离子源：ESI，正离子模式

离子源接口电压：3.5 kV

雾化气：氮气 3.0 L/min

干燥气：氮气 10 L/min

加热气：空气 10 L/min

碰撞气：氦气

DL 管温度：250°C

加热模块温度：400°C

接口温度：300°C

扫描模式：多反应监测 (MRM)

MRM 参数：见表 2

驻留时间：27 ms

表 2 MRM 参数

化合物名称	监测离子对	Q1 pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
甲基苯丙胺	150.0>91.0*	-10.0	-20.0	-16.0
	150.0>119.1	-10.0	-13.0	-23.0
苯丙胺	136.1>91.0*	-28.0	-17.0	-16.0
	136.1>119.1	-28.0	-10.0	-18.0
MDA	180.1>105.2*	-13.0	-20.0	-21.0
	180.1>135.1	-13.0	-20.0	-21.0
MDMA	194.2>163.1*	-13.0	-11.0	-29.0
	194.2>105.2	-15.0	-25.0	-20.0
氯胺酮	238.1>125.1*	-16.0	-30.0	-21.0
	238.1>179.1	-11.0	-17.0	-18.0

注：* 表示定量离子对

1.3 标准溶液的配制

根据标准物质纯度和盐型换算后，各称取适量，分别用甲醇配制 1.0 mg/mL MA、AM、MDMA、MDA 和氯胺酮标准物质溶液，置于冰箱中冷藏保存，有效期 12 个月。

1.4 样品前处理方法

移取唾液检材样品，8000 r/min 离心 30 min，取上清液 100 μL 于具盖离心管中，加入乙腈 400 μL，振荡 15 min，3000 r/min 离心 15 min，用 0.22 μm 的有机系微孔滤膜过滤，作为检材样品提取液供仪器分析。

■ 结果与讨论

2.1 标准样品的 MRM 色谱图

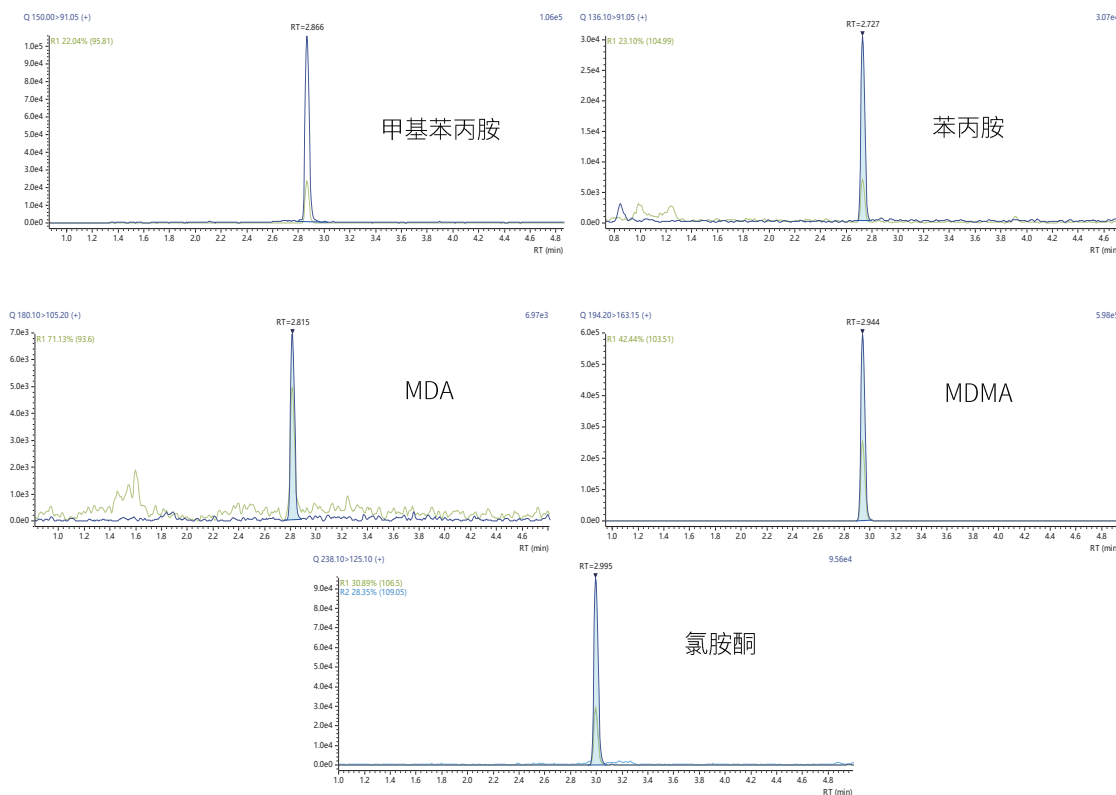
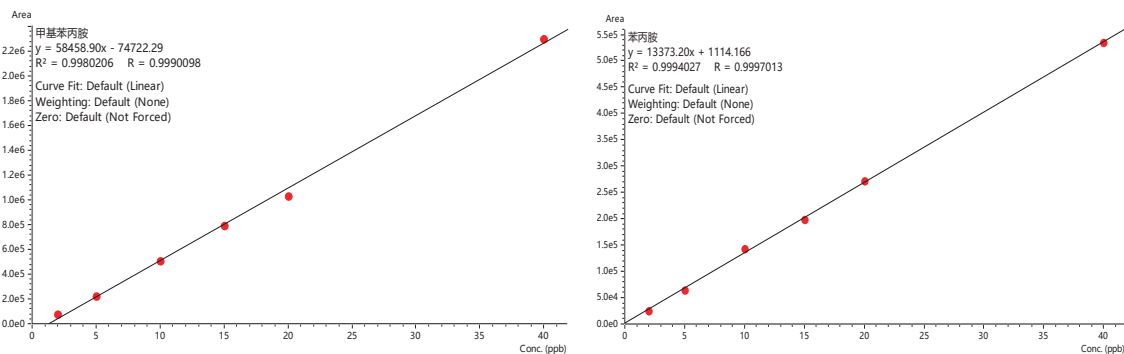


图 1 基质标准曲线中 5 ng/mL 标准品 MRM 色谱图

2.2 线性范围与检出限

取与检材样品等量离心后的空白唾液样品六份，添加苯丙胺类和氯胺酮混合标准物质工作液，使其浓度分别为 10 ng/mL、25 ng/mL、50 ng/mL、75 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL，作为添加样品，与检材样品平行操作。以待测物特征离子峰面积为纵坐标，标准溶液浓度为横坐标，外标法绘制标准曲线，如图 2 所示。根据检出限 MDL = 3.3 S/N，计算检出限，所得校准曲线线性关系良好，线性方程及相关系数见表 3。



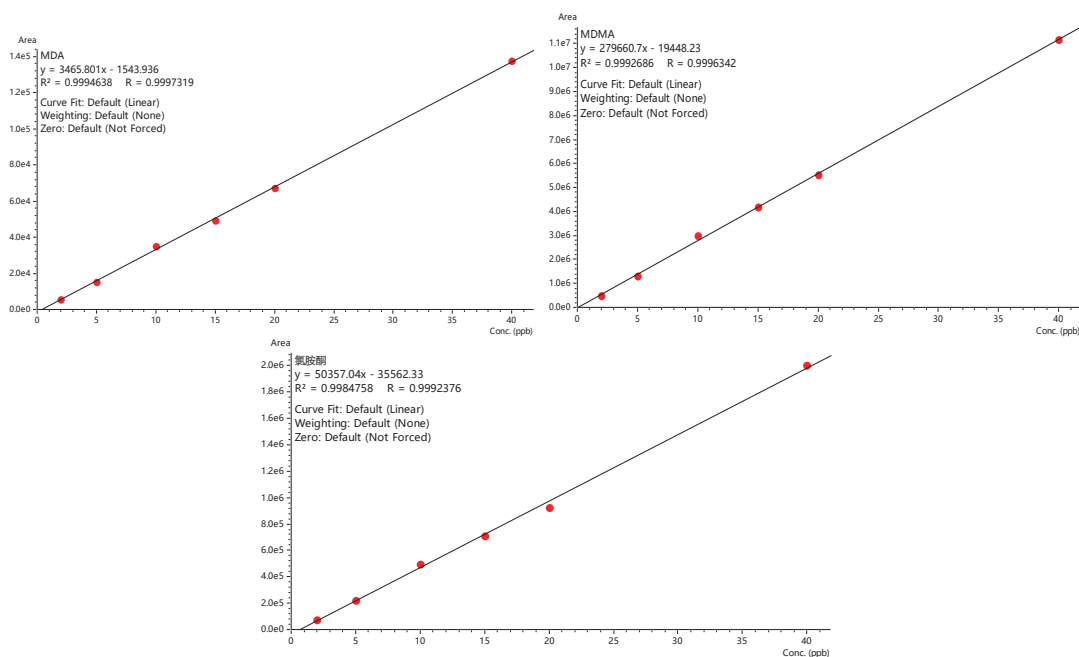


图 2 四种苯丙胺类毒品和氯胺酮校准曲线

表 3 标准曲线与检出限信息

化合物	R	线性范围 (ng/mL)	检出限 (ng/mL)	准确度, %
甲基苯丙胺	0.9990	2.0~40.0	0.075	94.67-101.3
苯丙胺	0.9997	2.0~40.0	0.23	91.31-105.9
MDA	0.9997	2.0~40.0	0.40	97.25-105.4
MDMA	0.9996	2.0~40.0	0.0042	94.96-107.2
氯胺酮	0.9992	2.0~40.0	0.038	95.11-104.82

2.3 精密度

对浓度为 2 ng/mL、10 ng/mL 和 40 ng/mL 的四种苯丙胺类毒品和氯胺酮标准工作液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 4 所示。结果显示：不同浓度样品中待测物保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.03%~0.13% 和 0.95%~4.13% 之间，仪器精密度良好。

表 4 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

	2 ng/mL		10 ng/mL		40 ng/mL	
	RSD% (R.T.)	RSD% (Area)	RSD% (R.T.)	RSD% (Area)	RSD% (R.T.)	RSD% (Area)
甲基苯丙胺	0.04	4.13	0.13	2.02	0.07	1.21
苯丙胺	0.06	2.58	0.12	1.21	0.07	1.80
MDA	0.07	3.79	0.12	4.12	0.09	1.22
MDMA	0.05	1.18	0.13	0.95	0.08	0.95
氯胺酮	0.03	3.44	0.13	1.16	0.07	1.43

2.4 回收率

称取空白唾液样品，加入五种化合物标准溶液，使加标浓度为 10 ng/mL。按照 1.4 样品前处理方法提取净化后，测定四种苯丙胺类毒品和氯胺酮的加标回收率。空白唾液样品和加标浓度为 10 ng/mL 唾液样品 MRM 色谱图如图 4 所示，加标回收率结果见表 5。

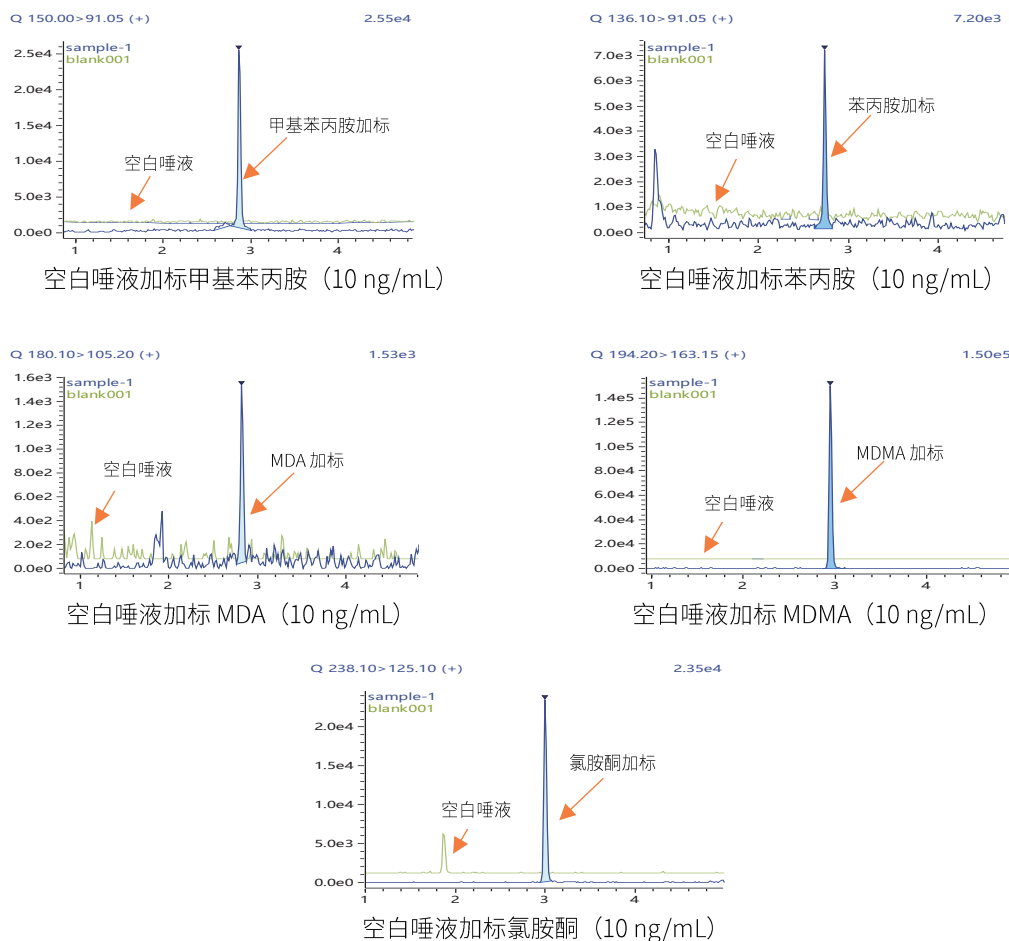


图3 空白唾液及加标浓度为 10 ng/mL 唾液样品 MRM 图谱

表5 四种苯丙胺类毒品和氯胺酮的加标回收率结果 (n=3)

化合物名称	平均回收率 % (10 ng/mL)	回收率 RSD,%
甲基苯丙胺	109.2	1.51
苯丙胺	61.8	8.84
MDA	70.1	4.33
MDMA	60.2	7.42
氯胺酮	84.9	5.84

结论

本文参照《法庭科学 唾液中苯丙胺等四种苯丙胺类毒品和氯胺酮检验 液相色谱 - 质谱法》标准报批稿，建立了使用岛津超高效液相色谱 LC-40 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用测定唾液中四种苯丙胺类毒品和氯胺酮的方法。该方法使用 Shim-pack Velox PFPP 色谱柱，可在 6 min 内完成对待测目标物的分析。四种苯丙胺类毒品和氯胺酮在 2.0 ~40 ng/mL 浓度范围内线性良好，校准曲线线性相关系数 r 在 0.999 以上，且精密度和回收率实验结果良好。该方法灵敏度高，分析时间短，结果准确，可用于唾液中四种苯丙胺类毒品和氯胺酮残留量的快速分析。

岛津应用云

