

LC-MS/MS 检测毛发中二甲基色胺等 11 种色胺类致幻剂含量

LCMSMS-619

摘要： 本文建立了一种使用岛津液相色谱质谱联用仪测定毛发中二甲基色胺等 11 种色胺类致幻剂的定量分析方法。参照中华人民共和国司法行政行业标准 (SF/T 0065-2020)，20 mg 毛发样品加入 1 mL 提取液 (0.1% 甲酸水溶液) 后冷冻研磨，高速离心 5 min，取上清液过 0.22 μm 滤膜后上机分析。分别考察了方法线性相关性、准确度和精密度性能。结果显示各分析物定量限均大于 0.0025 ng/mg，线相关系数 R^2 均大于 0.9932，方法准确度偏差在 -4%~13% 之间，保留时间 RSD 均小于 0.78%，峰面积精密度 RSD 均小于 7.96%，满足“SF/T 0065-2020”检测标准要求。该方法分析速度快，灵敏度高，专属性强，前处理简单，可为相关从业人员提供参考。

关键词： 司法检测 L-CMS/MS 色胺类致幻剂

二甲基色胺是我国精神药品管制目录中的第一类精神药品，属于色胺类新精神活性物质。色胺类致幻剂是一类含有色胺结构框架、具有致幻作用的化合物，服用后能使人产生致幻的作用。吸食后主要表现为躯体症状：眩晕、无力、震颤、恶心、困倦、皮肤感觉异常和视力模糊；感觉症状：物体的形状扭曲、颜色改变、注意力无法集中、自我感觉听力显著提高，少数情况下会出现感觉错乱；精神症状：情绪改变、紧张、时间感扭曲、无法表达自己的想法、人格解体、梦境般的感受和视幻觉。

该类药物最早在北美洲的印第安人在宗教祭祀中使用，后因使其产生欣快感而逐渐被滥用。长期使用这类致幻剂会使人出现精神症状，甚至成瘾而不能自拔。

新精神活性物质作为第三代毒品，每年新出现的物质类型正以稳定的增长速度不断增加，对国家禁毒防控工作带来了新的挑战。

本文参考中华人民共和国司法行政行业标准 (SF/T 0065—2020)，基于岛津 LCMS-8050 平台建立了一种简单高效的液相色谱质谱法同时测定人毛发中 11 种色胺类致幻剂的含量。

20 mg 毛发样品加入 1 mL 提取液 (0.1% 甲酸水溶液) 后冷冻研磨，高速离心 5 min，取上清液过 0.22 μm 滤膜后上机，经 Shim-pack Velox SP-C18 分离，单针分析时间 11 min，实现 11 种色胺类致幻剂的含量测定，方法灵敏度、重现性和准确性均满足行业标准要求，可为相关从业人员提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津临床质谱 LCMS-8050，具体配置如下：

输液泵：LC-30AD 检测器：LCMS-8050
自动进样器：SIL-30AC 柱温箱：CTO-30A
系统控制器：CBM-20A 工作站软件：LabSolutions Version 5.81

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack Velox SP-C18(50mm × 2.1 mm × 1.8 μm)，
货号：227-32001-02

流动相：A 相 -20mM 乙酸铵 +0.1% 甲酸 +0.5% 乙腈
B 相 - 乙腈

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 10%
时间程序见表 1

流速：0.3 mL/min 进样温度：15°C
柱温：40°C 进样量：5 μL

表 1 梯度洗脱程序

时间 (min)	A (%)	B (%)
2.00	90	10
4.00	75	25
6.00	75	25
8.00	10	90
9.00	10	90
9.01	90	10
11.00	90	10

质谱条件

离子化模式: ESI(+)	离子源温度: 300°C
加热气: 空气 10.0 L/min	DL 管温度: 250°C
雾化气氮气 3.0 L/min	加热模块温度: 400°C
干燥气: 氮气 10.0 L/min	扫描模式: 多反应监测 (MRM)
驻留时间: 10 ms	MRM 参数: 见表 2

表 2 MRM 参数

#	名称	前体离子 > 产物离子	Q1 Pre	CE	Q3 Pre
1	5-Meo-AMT	205.10>130.10	-15	-36	-25
2	5-Meo-MIPT	247.15>86.10	-17	-19	-17
3	5-OH-DIPT	261.20>160.30	-18	-22	-20
4	5-MEO-DIPT	275.20>174.00	-21	-20	-22
5	5-MEO-DMT	219.10>58.10	-23	-15	-10
6	5-MEO-DALT	271.15>159.05	-13	-31	-27
7	4-OH-MET	219.10>115.00	-10	-38	-30
8	4-OH-DIPT	261.10>160.00	-20	-25	-24
9	4-Acetoxy-DIPT	303.15>160.00	-14	-25	-24
10	DMT	189.10>58.00	-13	-15	-20
11	Psilocin	205.05>58.00	-14	-16	-24

1.3 样品制备和前处理

1.3.1 标准品信息

表 3 标准品信息

序号	化合物	线性范围 (µg/mL)	校准曲线
1	5- 甲氧基 -2- 甲基色胺	5-Meo-AMT	1137-04-8
2	5- 甲氧基 -N- 甲基 -N- 异丙基色胺	5-Meo-MIPT	96096-55-8
3	5- 羟基 -N,N- 二异丙基色胺	5-OH-DIPT	36288-76-3
4	5- 甲氧基 -N,N- 二异丙基色胺	5-MEO-DIPT	4021-34-5
5	5- 甲氧基 -N,N- 二甲基色胺	5-MEO-DMT	1019-45-0
6	5- 甲氧基 -N,N- 二烯丙基色胺	5-MEO-DALT	928822-98-4
7	4- 羟基 -N- 甲基 -N- 乙基色胺	4-OH-MET	77872-41-4
8	4- 羟基 -N,N- 二异丙基色胺	4-OH-DIPT	132328-45-1
9	4- 乙酰氧基 -N,N- 二异丙基色胺	4-Acetoxy-DIPT	936015-60-0
10	N,N- 二甲基色胺	DMT	61-50-7
11	赛洛新	Psilocin	520-53-6

1.3.2 样本制备

(1) 校准品: 使用 20% 乙腈水溶液稀释 11 种色胺类新精神活性物质混标工作液, 制得 0.01~2 ng/mL 浓度的校准品溶液。

(2) 质控品: 称取空白毛发样品 20 mg 两份, 1 份作为阴性质控品, 1 份作为阳性质控品, 阳性质控品中加入 10 µL 10 ng/mL 的 11 种色胺类新精神活性物质的混标工作液, 得到 0.005 ng/mg 添加浓度。

表 4 校准品 & 质控品浓度信息)

#	名称	校准品 (ng/mL)						质控品 (ng/mg)	
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	Negative	Positive
1	5-Meo-AMT	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00	0.000	0.005
2	5-Meo-MIPT	0.01	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	0.000	0.005
3	5-OH-DIPT	0.01	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	0.000	0.005
4	5-MEO-DIPT	0.01	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	0.000	0.005
5	5-MEO-DMT	0.01	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	0.000	0.005
6	5-MEO-DALT	0.01	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	0.000	0.005
7	4-OH-MET	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00	0.000	0.005
8	4-OH-DIPT	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00	0.000	0.005
9	4-Acetoxy-DIPT	0.01	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	0.000	0.005
10	DMT	0.01	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	0.000	0.005
11	Psilocin	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00	0.000	0.005

1.3.3 样本前处理

(1) 质控品前处理：取上述阴性和阳性质控品 20 mg 于 2 mL 研磨管中，加研磨珠适量，再加入 0.1% 甲酸水提取溶液 1 mL，液氮冷冻研磨，14000×g 离心 5 min，取上清液，过 0.22 μm 滤膜，5 μL 进样分析。

■ 实验结果

2.1 线性关系

使用 6 个标准浓度的校准品分析测定质控品，外标法定量，得到校准曲线相关系数、线性范围和校准品准确度见表 5。

表 5 标准曲线参数 (1/C 加权)

#	名称	相关系数 R2	线性范围 (ng/mL)	准确度 (%)
1	5-Meo-AMT	0.9932	0.05~2	88.4~109.9
2	5-Meo-MIPT	0.9981	0.01~1	93.5~111.3
3	5-OH-DIPT	0.9974	0.01~1	92.7~110.7
4	5-MEO-DIPT	0.9993	0.01~1	90.0~106.0
5	5-MEO-DMT	0.9992	0.01~1	87.7~106.8
6	5-MEO-DALT	0.9992	0.01~1	92.9~109.0
7	4-OH-MET	0.9965	0.05~2	88.4~108.4
8	4-OH-DIPT	0.9983	0.05~2	89.5~111.8
9	4-Acetoxy-DIPT	0.9967	0.01~1	91.8~104.9
10	DMT	0.9984	0.01~1	94.9~104.9
11	Psilocin	0.9988	0.05~2	94.5~105.9

2.2 精密度实验

分别对低浓度和高浓度的校准品进行 6 次重复测定，保留时间精密度相对标准偏差范围分别为 0.28%~0.78% (STD2) 和 0.25%~0.70% (STD6)，峰面积精密度相对标准偏差范围分别为 2.57%~7.96% (STD2) 和 3.28%~7.78% (STD6)，满足方法要求，数据结果见附录表 6。

表 6 精密度测试结果

#	名称	STD2 保留时间 %RSD	STD2 峰面积 %RSD	STD6 保留时间 %RSD	STD6 峰面积 %RSD
1	5-Meo-AMT	0.78	6.55	0.52	4.33
2	5-Meo-MIPT	0.39	2.69	0.35	3.28
3	5-OH-DIPT	0.69	7.96	0.45	4.54
4	5-MEO-DIPT	0.64	7.09	0.61	4.14
5	5-MEO-DMT	0.31	3.53	0.25	4.80
6	5-MEO-DALT	0.57	2.57	0.62	5.62
7	4-OH-MET	0.73	5.60	0.70	5.90
8	4-OH-DIPT	0.36	6.22	0.25	5.38
9	4-Acetoxy-DIPT	0.28	7.74	0.44	3.41
10	DMT	0.66	3.19	0.56	6.76
11	Psilocin	0.74	6.23	0.53	7.78

2.3 准确度实验

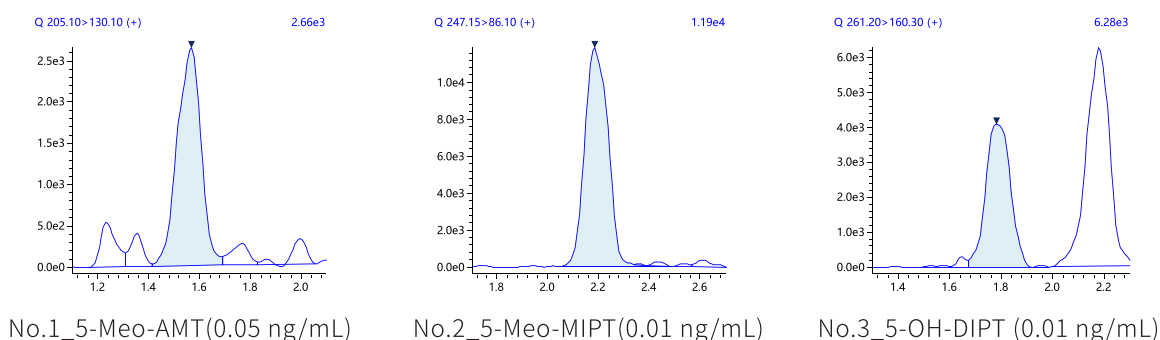
分别检测阴性和阳性质控品，计算准确度偏差，结果表明 11 种色胺类新精神活性物质准确度偏差为 -5%~13%，满足检测要求，数据结果见附录表 7。

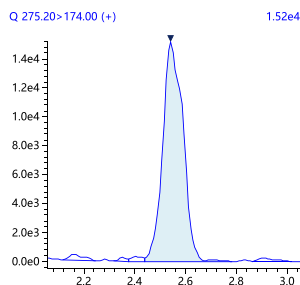
表 7 准确度测试结果

#	名称	阴性质控实测浓度 (ng/mg)	阳性质控理论浓度 (ng/mg)	阳性质控实测浓度 (ng/mg)	阳性质控准确度偏差 (%)
1	5-Meo-AMT	N.D.	0.005	0.0053	6
2	5-Meo-MIPT	N.D.	0.005	0.0048	-4
3	5-OH-DIPT	N.D.	0.005	0.0055	9
4	5-MEO-DIPT	N.D.	0.005	0.0054	7
5	5-MEO-DMT	N.D.	0.005	0.0054	8
6	5-MEO-DALT	N.D.	0.005	0.0050	-1
7	4-OH-MET	N.D.	0.005	0.0057	13
8	4-OH-DIPT	N.D.	0.005	0.0057	13
9	4-Acetoxy-DIPT	N.D.	0.005	0.0048	-5
10	DMT	N.D.	0.005	0.0052	3
11	Psilocin	N.D.	0.005	0.0051	2

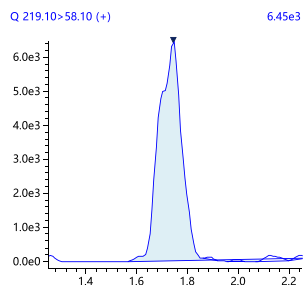
*N.D. 表示低于定量限

2.4 定量下限色谱图

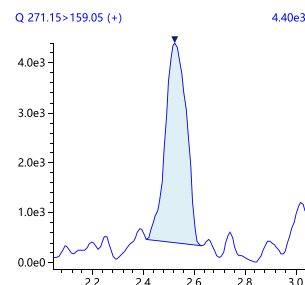




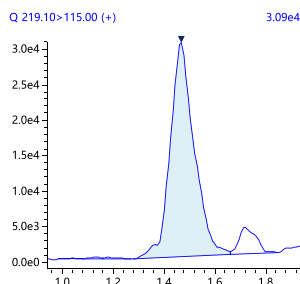
No.4_5-MEO-DIPT(0.01 ng/mL)



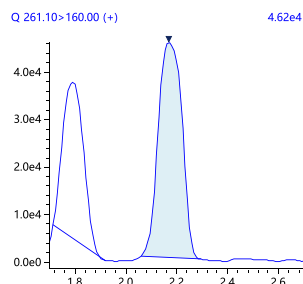
No.5_5-MEO-DMT(0.01 ng/mL)



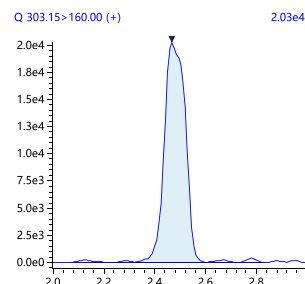
No.6_5-MEO-DALT(0.01 ng/mL)



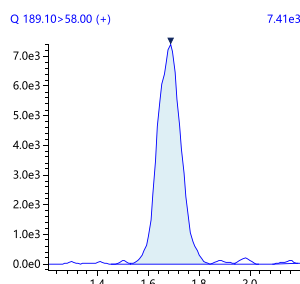
No.7_4-OH-MET (0.05 ng/mL)



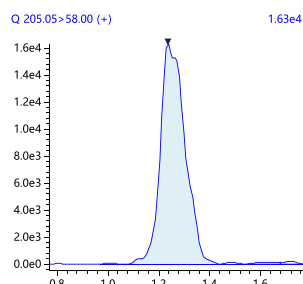
No.8_4-OH-DIPT(0.05 ng/mL)



No.9_4-Acetoxy-DIPT(0.01 ng/mL)



No.10_DMT (0.01 ng/mL)



No.11_Psilocin(0.05 ng/mL)

■ 结论

建立了一种使用岛津质谱 LCMS-8045 测定毛发中 11 种色胺类致幻剂的定量分析方法。利用蛋白沉淀的前处理方法，外标法建立标准曲线，线性范围涵盖“SF/T 0065—2020”标准要求，分别考察了方法的线性、准确度和精密度性能。结果显示各分析物线性相关系数 R² 均大于 0.9932，方法准确度偏差在 -4%~13% 之间，保留时间 RSD 均小于 0.78%，峰面积精密度 RSD 均小于 7.96%，满足“SF/T 0065—2020”检测标准要求。

岛津应用云

