

# LCMSMS 直接进样快速分析生活污水中毒品及代谢物

## LCMSMS-772

**摘要：** 本文利用岛津超高效液相色谱与三重四极杆质谱联用，建立了生活污水中 12 种毒品及代谢与可替宁的分析方法。本方法利用 LCMS-8060NX 超高灵敏度的特性，对目标物进行针对性参数优化后，污水样品无需复杂前处理，直接进样分析，定量限小于 1 ng/L。本方法采用内标法定量，各化合物线性相关性良好，相关系数在 0.999 以上。低、中、高三个浓度水平加标实验考察回收率及重复性，平行测试 6 次，各组分的回收率和相对标准偏差分别 87.57%~124.23% 和 1.38%~11.33% 之间，方法准确可靠。

**关键词：** LCMS-8060NX 生活污水 毒品及代谢物

### 技术特点：

- ❖ LCMS-8060NX 创新设计，保证分析灵敏度，方法中毒品及代谢物的定量限小于 1ng/L, 无明显基质效应。
- ❖ 生活污水仅需简单过滤前处理就能上机分析，时间段，通量高，适合大通量样品分析。

毒品的泛滥直接危害人民的身心健康，给社会发展带来巨大威胁。因此如何预防毒品的使用及滥用成世界性问题，如何监测毒品的滥用情况也成为禁毒的一项重要工作。

通过测定未经处理生活污水中的毒品及其代谢产物的浓度，并应用相应数学模型计算，可将测得的毒品浓度 (ng/L) 推算为该区域内吸毒人员服用的某种类型的毒品数量 (单位：药剂剂量 / 日 / 1000 居民)。

建立测定生活污水中的各类毒品的检测方法用以

监测生活污水中毒品的种类、浓度、应用在禁毒防控工作中，可较大范围宏观掌握该区域的吸毒情况，利用大数据分析了解最新毒情，结合历年变化趋势，会对完善禁毒防控体系作出贡献。

本文利用岛津超高效液相色谱仪 LC-40 X3 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8060NX 联用，建立一种简便、快速、准确的生活污水中 12 种毒品分析和 1 种人口标记物的一次进样分析方法。供相关人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 LCMS-8060NX 超高效液相色谱三重四极杆质谱联用仪，具体配置为：

输液泵：	LC-40B X3	系统控制器：	CBM-40
自动进样器：	SIL-40C X3	三重四极杆质谱仪：	LCMS-8060NX
柱温箱：	CTO-40C		
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.114; LabSolutions Insight Ver. 3.84		

### 1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：	Shim-pack GIST AQ-C18 (100 mm×2.1 mm I.D., 1.9 μm, 岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 227-30807-02)		
流动相：	A 相 -0.1% 甲酸水; B 相 - 乙腈		
流速：	0.4 mL/min		
进样体积：	50 μL	柱温：	40°C
洗脱方式：	梯度洗脱, B 相初始浓度为 5%, 洗脱程序见表 1。		

表1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
4.00	泵	B.Conc	18
9.00	泵	B.Conc	100
11.00	泵	B.Conc	100
11.10	泵	B.Conc	5
14.00	Controller	Stop	

## 质谱条件

离子源：	ESI+/ ESI-	加热模块温度：	400℃
雾化气流速：	3.0 L/min	D L 温度：	150℃
加热气流速：	25.0 L/min	接口温度：	400℃
干燥气流速：	5.0 L/min	喷雾针位置：	+3
聚焦电压：	3.0 kV(+), -3.5 kV(-)	接口电压：	0.25kV(+), -3kV(-)
MRM 参数：	见表 2		

表2 MRM 参数

序号	化合物名称	前体离子	产物离子	DL Bias	Qarray DC	Qarray RF	Q1 Pre Bias	Collision Energy	Q3 Pre Bias
1	可替宁	177.10	80.10*	0	40	70	-30	-23	-14
			98.10	0	40	70	-30	-22	-18
2	吗啡	286.00	165.00*	0	40	70	-18	-42	-29
			201.05	0	40	70	-19	-19	-21
3	可待因	300.00	165.00*	0	40	70	-20	-42	-17
			199.05	0	40	70	-19	-29	-21
4	苯丙胺	136.00	91.05*	0	0	50	-24	-19	-16
			119.10	0	0	50	-24	-14	-23
5	MDA	180.00	105.05*	0	0	70	-12	-23	-18
			133.05	0	0	70	-20	-21	-22
6	甲基苯丙胺	150.00	91.00*	0	0	50	-26	-20	-20
			119.05	0	0	50	-10	-14	-20
7	O6-单乙酰吗啡	328.00	165.05*	0	40	90	-22	-37	-17
			211.05	0	40	90	-22	-25	-14
8	MDMA	194.00	163.05*	0	0	70	-13	-13	-16
			105.05	0	0	70	-13	-24	-18
9	去甲氯胺酮	224.00	125.00*	0	0	70	-15	-23	-23
			207.05	0	0	70	-15	-12	-22
10	苯甲酰爱康宁	290.00	168.15*	0	0	70	-19	-19	-17
			105.00	0	0	70	-19	-29	-19
11	氯胺酮	238.00	125.00*	0	0	70	-16	-25	-23
			179.05	0	0	70	-16	-16	-18

12	可卡因	304.00	182.15*	0	0	70	-20	-19	-19
			82.00	0	0	70	-20	-28	-14
13	四氢大麻酸	343.20	299.20*	-80	-80	110	25	20	14
			245.15	-80	-80	110	27	29	27
14	可替宁 -D3	180.00	80.10*	0	40	70	-13	-12	-15
			101.00	0	40	70	-20	-12	-29
15	吗啡 -D3	289.00	165.10*	0	40	70	-11	-39	-30
			201.10	0	40	70	-21	-27	-22
16	可待因 -D6	306.00	202.10	0	40	70	-23	-31	-23
			165.10*	0	40	70	-22	-42	-18
17	苯丙胺 -D5	141.20	93.10*	0	0	50	-10	-19	-18
			124.10	0	0	50	-10	-14	-24
18	MDA-d5	185.00	138.10*	0	0	70	-13	-20	-27
			110.20	0	0	70	-13	-22	-22
19	甲基苯丙胺 -D5	154.90	92.10*	0	0	50	-11	-13	-18
			121.20	0	0	50	-11	-15	-23
20	O6-单乙酰吗啡 -D3	331.10	165.05*	0	40	90	-23	-38	-17
			211.10	0	40	90	-23	-30	-26
21	MDMA-D5	199.15	165.10*	0	0	70	-10	-13	-29
			107.05	0	0	70	-10	-24	-18
22	去甲氯胺酮 -D4	228.00	129.00*	0	0	70	-12	-24	-24
			211.10	0	0	70	-16	-12	-23
23	苯甲酰爱康宁 -D3	293.10	171.15*	0	0	70	-15	-19	-28
			105.05	0	0	70	-15	-29	-10
24	氯胺酮 -D4	242.10	129.05*	0	0	70	-28	-20	-21
			224.05	0	0	70	-28	-17	-21
25	可卡因 -D3	307.10	185.10*	0	0	70	-22	-12	-17
			153.10	0	0	70	-15	-26	-26
26	四氢大麻酸 -D3	346.35	302.25*	-80	-80	110	18	21	16
			248.20	-80	-80	110	18	30	13

注：\* 表示定量离子

### 1.3 标准溶液配制

分别取毒品标准溶液，用甲醇稀释，配制混合工作液，放置于 -20°C 冰箱中保存。分别取毒品内标溶液，用甲醇稀释，配制混合工作液，放置于 -20°C 冰箱中保存。取混合工作液用纯水以逐级稀释方法配制内标法校准曲线工作液。

### 1.4 样品前处理

准确移取未经处理的生活污水样品，按照 1: 1000 的比例加入内标溶液，混合均匀后，过 0.22 μm 滤膜后，装入样品瓶中待测。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 色谱图

12 种毒品及代谢物与可替宁的定量离子色谱图如图 1 所示。

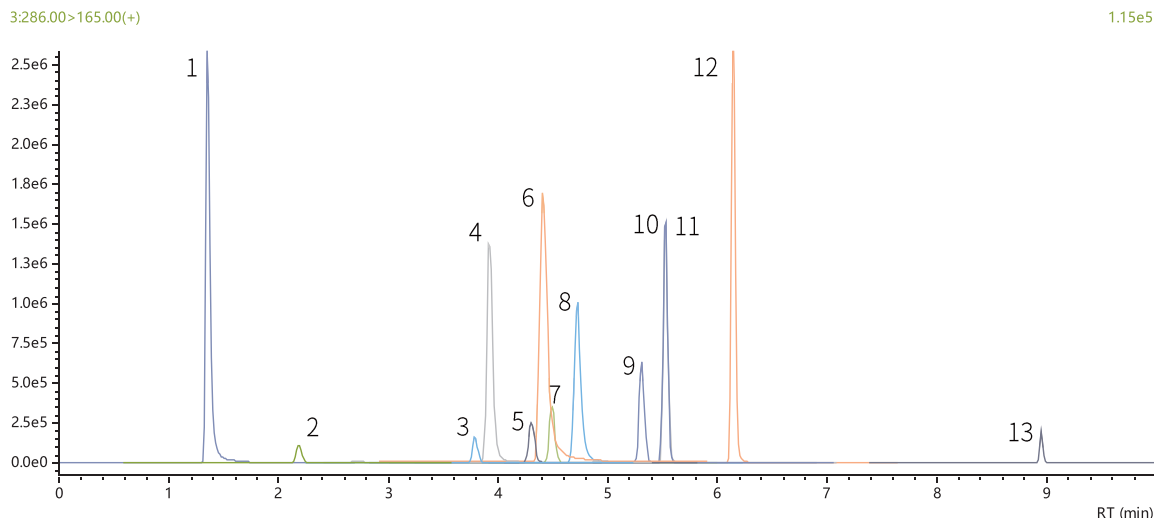


图 1 12 种毒品及代谢物与可替宁的定量离子色谱图（样品 ID 号如表 3）

### 2.2 校准曲线

用纯水将混合工作溶液按逐级稀释的方法，依次稀释，得到一系列不同浓度的标准溶液。上机分析后，以各目标物浓度比为横坐标，目标物峰面积与内标峰面积比为纵坐标，以内标法绘制校准曲线，所得校准曲线线性关系良好，均大于 0.9995，线性方程及相关系数见表 3。

表 3 校准曲线

序号	化合物	保留时间 min	线性范围 ng/L	相关系数 r	精确度 %
1	可替宁	1.356	10-2000	0.9998	94.44-105.28
2	吗啡	2.174	1-200	0.9999	94.23-106.77
3	可待因	3.781	1-200	0.9997	93.27-106.57
4	苯丙胺	3.913	1-200	0.9999	89.12-107.83
5	MDA	4.299	1-200	0.9999	91.74-105.73
6	甲基苯丙胺	4.404	1-200	0.9995	90.43-108.82
7	O6- 单乙酰吗啡	4.486	1-200	0.9999	92.73-108.79
8	MDMA	4.716	1-200	0.9995	89.51-108.52
9	去甲氯胺酮	5.304	1-200	0.9999	90.99-107.06
10	苯甲酰爱康宁	5.519	1-200	0.9995	93.09-105.80
11	氯胺酮	5.504	1-200	0.9998	89.34-109.29
12	可卡因	6.136	1-200	0.9999	92.08-110.65
13	四氢大麻酸	8.943	1-200	0.9998	94.44-105.28

### 2.3 重复性

按照 1.3 步骤配制低、中、高浓度标准溶液，连续进样 6 次，考察该分析方法下待测物峰面积和保留时间的重复性。目标物的峰面积 RSD% 在 1.11~8.98% 间，保留时间 RSD% 在 0.03~0.68% 间，表明方法重复性良好。

表 4 重复性测试 (n=6)

序号	化合物	浓度 ng/mL	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%	浓度 ng/mL	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%	浓度 ng/mL	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%
1	可替宁	10.0	0.68	3.31	50	0.35	0.97	200	0.57	0.94
2	吗啡	1.0	0.15	7.28	5	0.28	3.98	20	0.21	1.35
3	可待因	1.0	0.09	6.99	5	0.10	6.45	20	0.04	1.48
4	苯丙胺	1.0	0.04	2.71	5	0.09	2.67	20	0.03	1.72
5	MDA	1.0	0.08	7.50	5	0.09	4.24	20	0.03	2.60
6	甲基苯丙胺	1.0	0.11	5.62	5	0.08	2.91	20	0.04	2.36
7	O6- 单乙酰吗啡	1.0	0.12	8.71	5	0.08	4.45	20	0.04	1.50
8	MDMA	1.0	0.10	5.94	5	0.08	3.09	20	0.03	1.67
9	去甲氯胺酮	1.0	0.08	6.79	5	0.08	2.30	20	0.05	1.80
10	苯甲酰爱康宁	1.0	0.06	6.49	5	0.08	1.77	20	0.04	1.34
11	氯胺酮	1.0	0.07	4.14	5	0.08	1.85	20	0.05	1.11
12	可卡因	1.0	0.05	8.98	5	0.08	4.92	20	0.05	3.17
13	四氢大麻酸	1.0	0.05	8.55	5	0.05	4.42	20	0.03	2.04

## 2.4 加标回收

取生活污水样品, 按照 1.4 步骤中制备样品和加标样品, 低中高 3 个水平加标浓度如下表 5 所示, 各浓度平行处理 6 份。测试结果显示: 各水平的平均加标回收率在 87.57%~124.23% 之间, 相对标准偏差在 1.38%~11.33% 之间。

表 5 基质加标实验结果 (n=6)

序号	化合物	样品浓度 ng/L	加标浓度 1 ng/L	回收率 %	RSD %	加标浓度 2 ng/L	回收率 %	RSD %	加标浓度 3 ng/L	回收率 %	RSD %
1	可替宁	462.48	50	96.08	1.96	200	91.17	2.75	1000	91.55	2.34
2	吗啡	3.83	5	92.45	1.75	20	95.61	4.28	100	114.90	3.60
3	可待因	2.32	5	115.49	6.77	20	95.79	1.99	100	98.50	1.93
4	苯丙胺	23.32	5	96.28	2.41	20	89.67	5.63	100	96.95	3.95
5	MDA	-	5	108.82	6.12	20	103.57	3.46	100	101.26	4.71
6	甲基苯丙胺	2.41	5	94.49	2.42	20	100.59	1.83	100	102.83	2.39
7	O6- 单乙酰吗啡	-	5	102.61	11.33	20	96.02	3.84	100	93.88	4.31
8	MDMA	-	5	96.82	4.01	20	95.19	4.72	100	111.25	6.34
9	去甲氯胺酮	-	5	110.43	4.97	20	95.69	4.91	100	92.00	3.44
10	苯甲酰爱康宁	-	5	124.23	2.32	20	104.42	3.24	100	100.48	2.29
11	氯胺酮	-	5	97.20	3.67	20	94.02	1.38	100	96.38	6.47
12	可卡因	-	5	94.40	8.13	20	87.57	2.75	100	109.47	5.81
13	四氢大麻酸	-	5	102.49	9.78	20	92.97	6.85	100	113.01	4.47

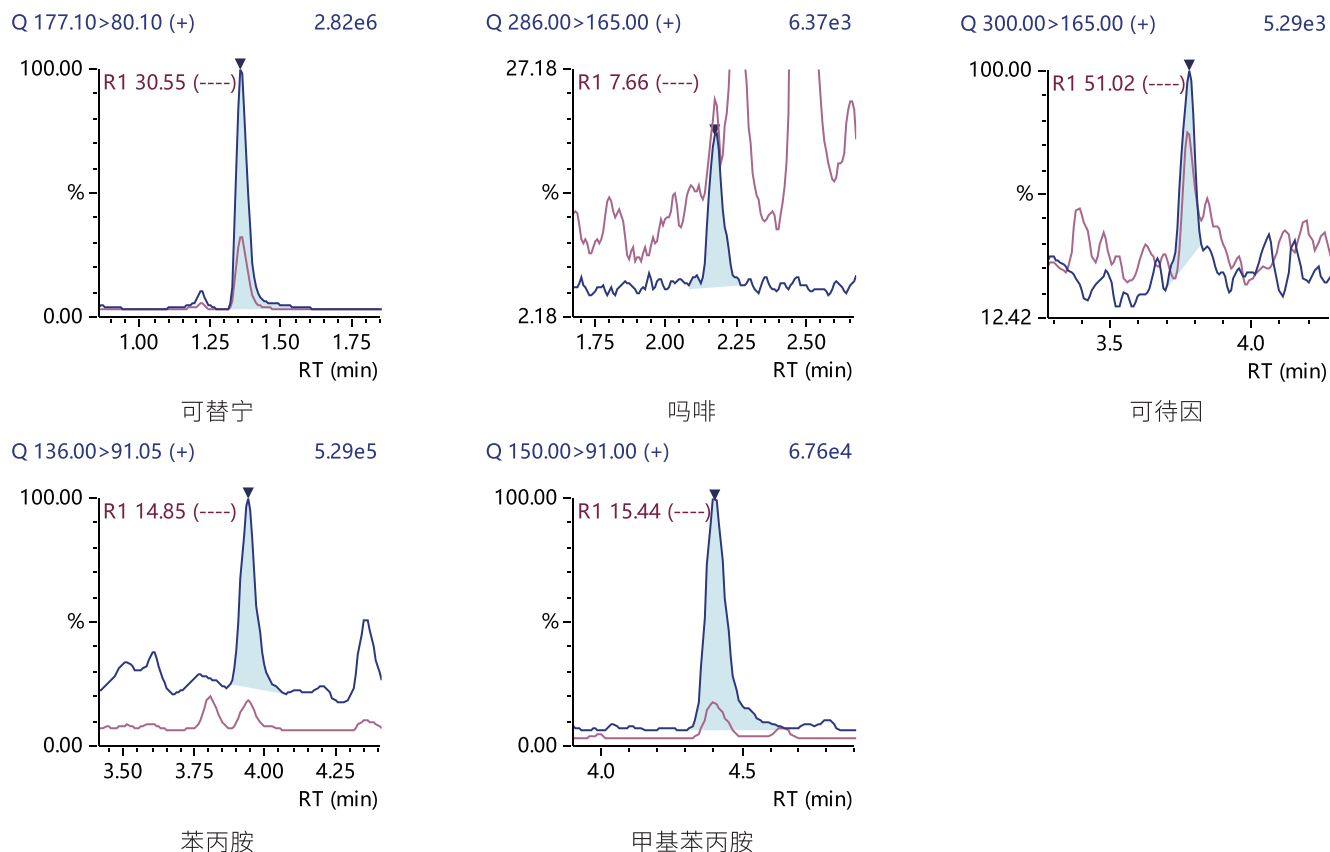


图 2 样品中检出化合物色谱图

## ■ 结论

本文利用岛津超高效液相色谱仪 LC-40 X3 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8060NX 联用，建立一种简便、快速、准确的生活污水中 12 种毒品分析和 1 种人口标记物的一次进样分析方法。本方法中仪器分析部分时间短、灵敏度高、线性相关性好、重复性好、回收率稳定，检测结果可靠。另外该方法前处理简单快速，适合高通量分，供公安理化检测人员参考。

岛津应用云

