

# 全自动样品前处理仪 ATLAS-USIS 结合 LCMS-8045 快速检测涉毒毛发样品

## LCMSMS-354

**摘要：**本文参考司法鉴定技术规范(SF/Z JD0107004-2014)，尝试使用全自动样品前处理仪 ATLAS-USIS 快速、高重复性批量处理涉毒毛发样品。用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统以检测涉毒人员毛发中氯胺酮为例验证了上述方法的可行性。ATLAS-USIS 分别平行处理两个浓度共 12 个氯胺酮加标空白毛发样品，并平行处理两份实际吸食氯胺酮人员的毛发样品。实验结果显示低、高两个浓度加标样品的峰面积 RSD% 值分别在 2.13~2.21% 之间，表明 ATLAS-USIS 精密度良好；回收率在 67.91%~72.00% 之间，两份实际涉毒毛发样品的双样相对相差在 20% 以内。同时，对浓度 0.1 ng/mL 样品重复进样 6 次，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.10% 和 2.12%，表明 LCMS-8045 仪器精密度良好；在 0.005~200.0 ng/mL 线性范围内，校准曲线相关系数为 0.9997，仪器检出限和定量限分别为 0.001 ng/mL 和 0.004 ng/mL，满足鉴定技术规程要求。

**关键词：**ATLAS-USIS 自动前处理装置 液质联用 涉毒毛发

毛发作为一个特殊载体，在吸毒检验方面具有其他检材不可比拟的优势。如相对于尿液检材，毛发分析可避免暂时性药物切断或掺假的干扰，采样容易，检材稳定，结果可信，且检测期限宽，可反映吸毒的时间范围、吸毒的程度及吸毒的变化。因此毛发分析比尿液分析等更为实用和方便，在甄别吸毒者方面也更加有效。

毛发检材在检测之前需要水解，水解后通过液-液萃取方式将毛发中目标物转移到有机相，然后将有机相挥发，复溶后上机分析。手动萃取操作繁琐费时费力，尤其是同时大量样品处理时。转移有机相易造成污染，

同时萃取试剂不可避免会对操作人员身体造成伤害，且手动操作平行性差。岛津推出的全自动样品前处理仪 ATLAS-USIS，可自动进行液-液萃取，实现涉毒检材样品制备自动化，大量减少人力物力消耗，避免有机试剂等对操作人员的身体伤害，提高工作效率。

本文参考司法鉴定技术规范(SF/Z JD0107004-2014)，采用 ATLAS-USIS 批量处理涉毒毛发，用 LCMS-8045 对处理得到的样品进行分析，并和手动处理结果对比。结果表明，ATLAS-USIS 处理样品平行好，回收率可观，特别适合处理大量样品的情形。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用岛津全自动样品前处理仪 ATLAS-USIS 和超高效液相色谱仪 LC-30A 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。具体配置为 LC-30AD×2 输液泵，DGU-20A<sub>5</sub> 在线脱气机，SIL-30AC 自动进样器，CTO-30A 柱温箱，CBM-20A 系统控制器，LCMS-8045 三重四极杆质谱仪，LabSolutions Ver. 5.86 色谱工作站。

### 1.2 分析条件

#### 液相条件

色谱柱：Shim-pack XR-ODS III(2.0 mm I.D. ×75 mm L., 1.6 μm)

流动相：A 相 - 水 +0.1% 甲酸 +5 mM 乙酸铵，  
B 相 - 甲醇 +0.1% 甲酸 +5 mM 乙酸铵

流速：0.3 mL/min

柱温：40°C

进样量：2 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 20%，时间程序见表 1。

表1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
0.50	Pumps	Pump B Conc.	20
3.00	Pumps	Pump B Conc.	95
4.50	Pumps	Pump B Conc.	95
4.51	Pumps	Pump B Conc.	20
6.00	Controller	Stop	

## 质谱条件

离子化模式: ESI(+)

D L 温度: 250°C

加热气: 空气 10.0 L/min

加热模块温度: 400°C

雾化气: 氮气 3.0 L/min

碰撞气: 氦气

干燥气: 氮气 10.0 L/min

接口温度: 300°C

扫描模式: 多反应监测 (MRM)

MRM 参数: 见表 2

表2 MRM参数

中文名称	英文名称	CAS.No.	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
氯胺酮	Ketamine	6740-88-1	238.00	125.00*	-11	-27	-23
				179.10	-11	-17	-18

\*表示定量离子

## 1.3 样品制备

样品前处理参考依据: 参考中华人民共和国司法部司法鉴定管理局发布司法鉴定技术规范: 生物检材中苯丙胺类兴奋剂、度冷丁和氯胺酮的测定 (SF/Z JD0107004-2014)

## 1.3.1 空白毛发样品处理

取健康人员毛发 (发根到 3 cm 处) 样品依次用 0.1% 十二烷基磺酸钠溶液、0.1% 清洁剂溶液、水和丙酮振荡洗涤一次, 晾干, 剪成约 1 mm 段。准确称取约 50 mg 毛发碎屑 30 份放置于 ATLAS-USIS 专用试管中, 其中: 6 份分别加入 1 µg/mL 氯胺酮标准液 10 µL, 6 份分别加入 1 µg/mL 氯胺酮标准液 50 µL。上述 12 份空白加标及余下 18 份空白样品分别加 1 mL 10% 氢氧化钠溶液, 80°C 水解 10 分钟后取出, 用 ATLAS-USIS 的 MainSeq 2 处理 (注: ATLAS-USIS 的 MainSeq 2 程序处理样品时, 向 1 mL 毛发水解液中加入 3 mL 乙醚萃取, 然后取 2.4 mL 上清液进行干燥处理)。每个试管内残留物分别用 1 mL 初始流动相溶解, 0.22 µm 滤膜过滤, 其中 12 份加标样用于考察 ATLAS-USIS 精密度及回收率, 余下若干份制成空白基质。

## 1.3.2 实际样品处理

取吸食氯胺酮人员的毛发, 取贴发根到 3 cm 处, 按和空白毛发样品同样洗涤程序处理、剪碎后, 准确称取约 50 mg 毛发样品两份置于 ATLAS-USIS 专用试管中, 水解、ATLAS-USIS 处理, 取 1 mL 初始流动相复溶, 过滤后用空白基质稀释 100 倍后上机分析。

## 1.3.3 标准溶液配制取

1.0 mg/mL 氯胺酮对照品溶液, 以空白基质作为稀释溶剂, 配制成 0.005、0.01、0.05、0.2、1.0、5.0、20.0、50.0、100.0 及 200.0 ng/mL 的系列浓度。

■ 分析结果

2.1 标准样品及空白基质的 MRM 色谱图

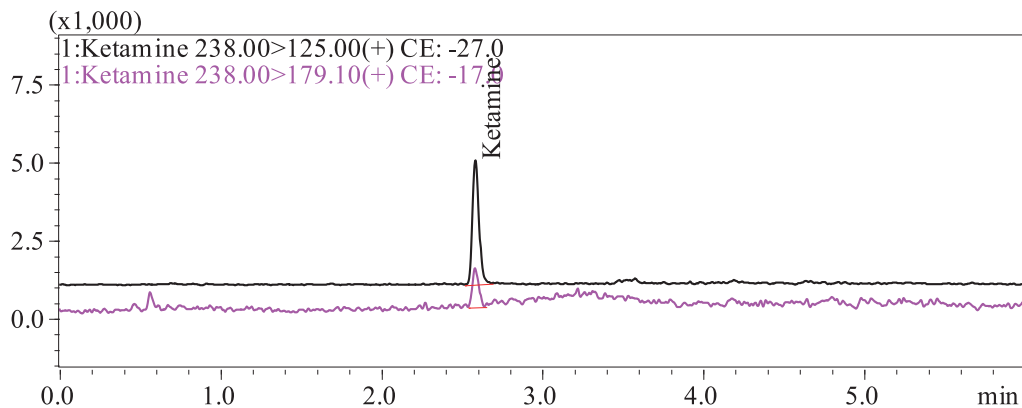


图1 0.1 ng/mL氯胺酮对照品MRM色谱图

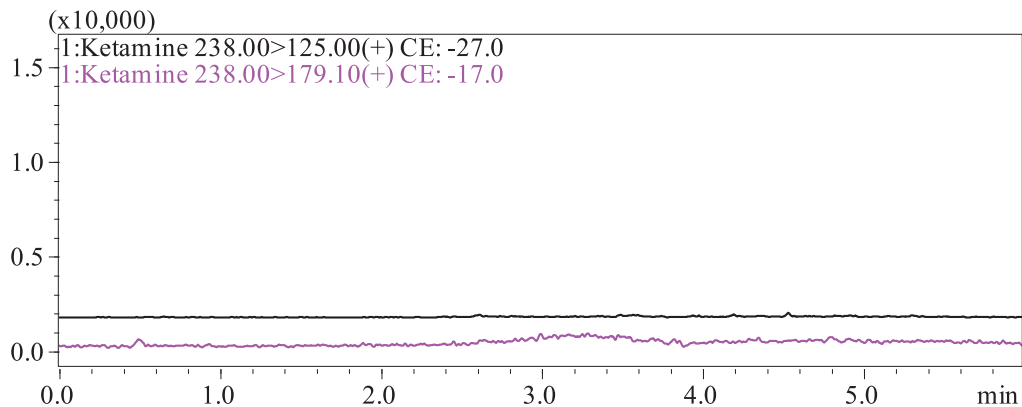


图2 空白基质MRM色谱图

2.2 线性范围

将配制的 0.005、0.01、0.05、0.2、1.0、5.0、20.0、50.0、100.0 及 200.0 ng/mL 系列浓度标准溶液按上述分析条件进样分析，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线。结果如图 3 及表 3 所示：

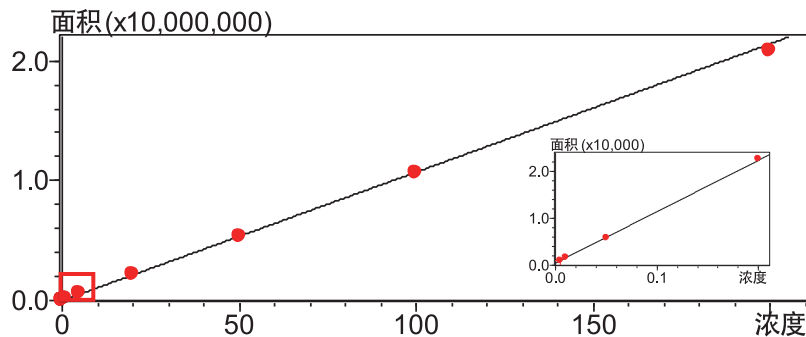


图3 标准工作曲线

表3 工作曲线参数(权重1/C)

名称	校准曲线	线性范围 (ng/mL)	相关系数 r	准确度 (%)
氯胺酮	$Y = (107199)X + (505.000)$	0.005~200	0.9997	95.9~105.3

### 2.3 LCMS-8045 精密度实验

对浓度为 0.1 ng/mL 标准工作溶液连续测定 6 次，考察 LCMS-8045 的精密度，结果如表 4 所示，表明仪器精密度良好。

表4 保留时间和峰面积重复性结果(n=6)

名称	保留时间 RSD(%)	峰面积 RSD(%)
氯胺酮	0.10	2.12

### 2.4 灵敏度实验

对浓度为 0.005 ng/mL 溶液进样分析，以 ASTM 法计算噪声，以噪声的 3 倍作为检出限 (即 S/N=3)，以噪声的 10 倍作为定量限 (即 S/N=10)，则仪器对氯胺酮的检出限、定量限分别为 0.001 ng/mL、0.004 ng/mL。

### 2.5 ATLAS-USIS 重复性及回收率考察

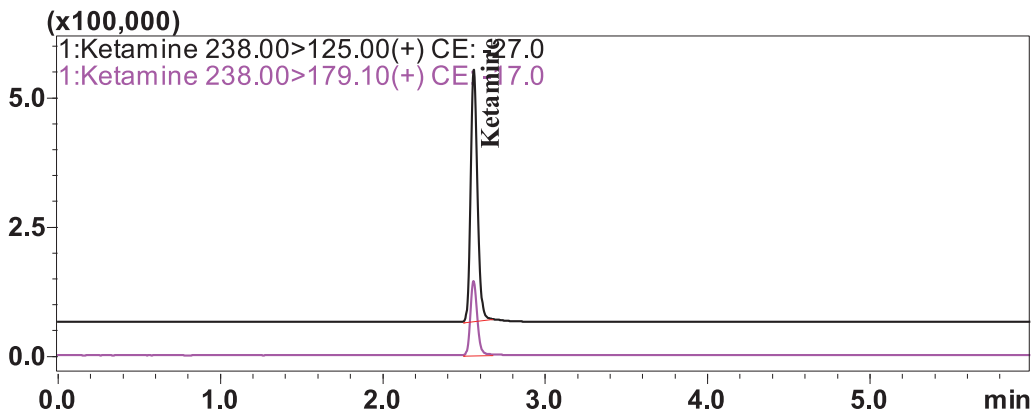
将 1.3 制备的 12 份空白毛发加标样进样分析，考察 ATLAS-USIS 的精密度及处理毛发样品的回收率。由表 5 可知，ATLAS-USIS 处理毛发样品的精密度良好，高、低浓度回收率在 67.91%~72.00% 之间。

表5 ATLAS-USIS重复性及回收率考察(n=6)

名称	加标浓度 (ng/mL)	峰面积 RSD%	回收率
氯胺酮	10.00	2.13	67.91
	50.00	2.21	72.00

### 2.6 实际样品分析结果

将 1.3 处理得到的实际吸食氯胺酮人员的毛发样品上机分析，得到色谱图如下图 4 所示。试验中两份检材测定结果按两份检材的平均值计算，经计算两份检材测定值分别为 26.73 ng/mg、26.17 ng/mg，均值为 26.45 ng/mg，双样相对相差为 2.1%。作为对比，按照 SF/Z JD0107004-2014 规定步骤，手动处理两份样品，用空白基质稀释 100 倍后上机分析，得到两份检材测定结果分别为 28.00 ng/mg、30.91 ng/mg，均值为 29.46 ng/mg，双样相对相差为 9.9%。从以上对比结果可以看出，两种处理方式的双样相对相差均满足鉴定规程要求的双样相对相差小于 20%。相较于手动处理结果，ATLAS-USIS 处理样品回收率略低 (对于本例中氯胺酮，回收率约为手动处理的 89.8%)，但平行性更好，自动化程度更高。



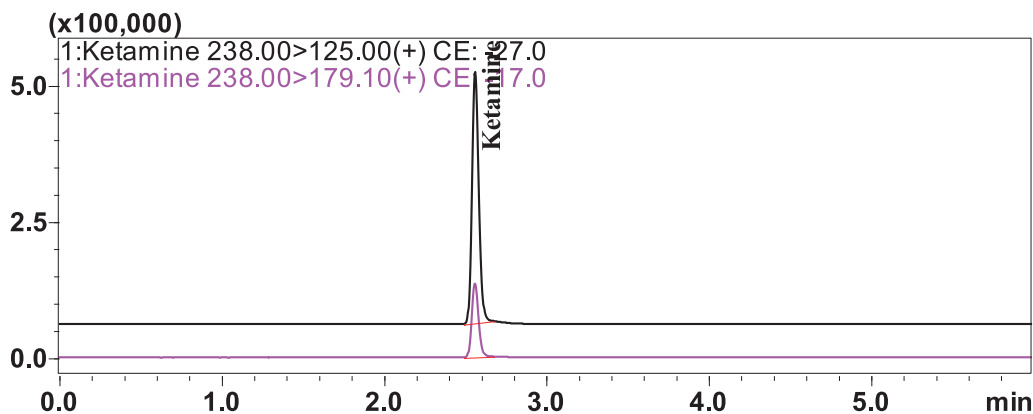


图4 两份吸毒人员毛发样品色谱图(实际样品中目标组分含量过大, 将处理得到的样品溶液用空白基质稀释100倍后上机分析得到以上色谱图)

## 结论

本文参考司法鉴定技术规范 (SF/Z JD0107004-2014), 将全自动样品处理仪 ATLAS-USIS 成功用于涉毒毛发样品的快速、高重复性批量处理。用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统以检测涉毒人员毛发中氯胺酮为例验证了上述方法的可行性。结果表明: 30 个毛发样品从水解到萃取液干燥完成共需约 180 分钟时间。ATLAS-USIS 处理低、高浓度氯胺酮加标毛发样品的峰面积 RSD% 值分别在 2.13~2.21 之间, 表明 ATLAS-USIS 精密度良好, 回收率在 67.91%~72.00% 之间, 两份实际涉毒毛发样品的双样相对相差为 2.1%, 平行性优于手动处理结果。以上结果说明 ATLAS-USIS 自动前处理装置精密度及回收率良好, 可应用于涉毒毛发样品的快速、高重复性批量处理。

此外对浓度 0.1 ng/mL 样品在 LCMS-8045 上重复进样 6 次分析, 保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.10% 和 2.12%, 表明 LCMS-8045 仪器精密度良好; 在 0.005~200.0 ng/mL 线性范围内, 校准曲线相关系数为 0.9997, 仪器检出限和定量限分别为 0.001 ng/mL 和 0.004 ng/mL, 满足鉴定技术规范要求。