

# AOE 系统与 LCMS-8060NX 联用分析水样中 70 种精神活性物质和代谢物及可替宁

## LCMSMS-924

**摘要：** 本文利用岛津大体积全自动在线固相萃取 AOE 系统和三重四极杆质谱仪 LCMS-8060NX 联用，建立了 70 种精神活性物质和代谢物及可替宁的分析方法。该系统将样品富集、净化和分析高度集成，在 20 min 内完成上样、富集、分离和测定。利用大体积进样，大大提高各目标物的检出限，本方法采用内标法定量，正离子模式下 70 种目标物线性相关性良好，相关系数均在 0.99 以上。对浓度为 10 ng/L 的质控样品（其中 Cotinine、Caffeine 浓度为 200 ng/L）重复测定 6 次，回收率在 74.2%~116.9% 之间，RSD 在 1.94%~13.70% 之间，表明仪器有很好的重复性，方法准确可靠。

**关键词：** AOE 系统 在线固相萃取 精神活性物质和代谢物 水样

### 技术特点：

- ❖ 采用大体积进样，70 种目标物的检出限均低于标准检出限。
- ❖ Peakintelligence™ 可以有效解决传统积分模式下色谱峰识别的问题，提高实验室数据质量。

精神活性物质（Psychoactive Substances, PSs）是对人体中枢神经系统产生强烈兴奋或抑制作用的一类化合物。PSs 具有较强的生物活性和成瘾性不仅严重扰乱社会治安，危害人体健康，也因其分布广泛、难以完全降解等特点对生态环境具有潜在风险。

明确 PSs 的消费和滥用情况是制定相应政策和执法策略的基础。PSs 被吸食后，PSs 或其代谢产物会随代谢过程排出，最终进入排污系统，研究者可以通过监测生活污水中的 PSs 及其代谢物来获得目标 PSs 消费的总量及实时情况。与传统方法相比，污水

分析成本低、耗时短、客观性强，可以反映不同类型 PSs 的实际消费量以及短时间内的消费趋势，同时对滥用发展趋势进行预测，对于打击毒品犯罪、服务和保障人民群众的人身安全以及维护社会稳定具有重要的意义。

本文使用岛津大体积全自动在线固相萃取 AOE 系统和三重四极杆质谱联用，建立了一种可以准确测定水样中 70 种精神活性物质和代谢物的方法，该方法操作简便，样品只需过滤即可上机分析，可供相关分析人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AOE 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8060NX 联用系统。具体配置为：

系统控制器：	CBM-20A	脱气机：	DGU-20A <sub>5R</sub> ×2
输液泵：	LC-30AD×2	AOE 进样器：	SIL-16P 自动进样器
柱温箱：	CTO-20AC (内置 FCV-32AH 十通阀)	SPE 输液泵：	LC-20AD <sub>XR</sub> (内置 LPGE 单元)

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.120

### 1.2 分析条件

液相色谱条件：

- 固相萃取柱：Oasis HLB Direct Connect HP (2.1 mm I.D. × 30 mm L., 20 μm)
- SPE 输液泵：萃取液 A- 水溶液，萃取液 B- 甲醇 + 乙腈 + 异丙醇 (v/v/v, 1/1/1)，萃取液 C-50% 甲醇水溶液 (0.1% 甲酸)，在线固相萃取条件见表 1



4	3,4- 亚甲二氧基甲 基苯丙胺	MDMA	194.2	105.1*	-13	-24.0	-17
				163.1	-13	-16	-15
5	可卡因	Cocaine	304.3	150.1*	-22	-27	-29
				182.2	-21	-21	-17
6	苯甲酰爱康宁	Benzoyllecgonine	290.0	105.0*	-19	-30	-17
				168.1	-15	-20	-16
7	吗啡	Morphine	286.1	165.1*	-19	-40	-30
				201.1	-11	-27	-21
8	O <sup>6</sup> - 单乙酰吗啡	O <sup>6</sup> -Morphine	328.2	165.1*	-17	-43	-29
				211.0	-17	-27	-21
9	甲基苯丙胺	Methamphetamine	150.1	91.1	-18	-23	-14
				119.1	-17	-16	-19
10	苯丙胺	Amphetamine	136.1	91.1*	-15	-20	-14
				21	-17	-15	-22
11	氯胺酮	Ketamine	238.2	125.1*	-28	-28	-22
				207.1	-28	-15	-20
12	去甲氯胺酮	Norketamine	224.1	125.1*	-15	-23	-22
				179.1	-26	-15	-29
13	依托咪酯	Etomidate	245.2	105.2*	-16	-25	-17
				141.1	-13	-11	-23
14	依托咪酯酸	Etomidate acid	217.2	95.0	-12	-25	-18
				113.0*	-25	-11	-18
15	咖啡因	Caffeine	195.0	110.0*	-11	-23	-19
				138.1	-11	-21	-24
16	曲马多	Tramadol	264.2	58.2*	-30	-25	-23
				246.2	-14	-12	-24
17	美沙酮	Methadone	310.2	105.0*	-16	-30	-18
				265.2	-16	-16	-27
18	(2E)-2- 亚乙基 -1,5- 二甲 基 -3,3- 二苯基吡咯烷	EDDP	278.2	234.2	-18	-32	-23
				249.2*	-18	-25	-25
19	4- 苯胺基 -N- 苯乙基哌啶	4-ANPP	281.2	105.1*	-14	-32	-17
				188.2	-18	-18	-18
20	芬太尼	Fentanyl	337.2	105.1*	-17	-40	-17
				188.1	-18	-25	-18
21	去苯乙基芬太尼	Norfentanyl	233.2	56.1*	-12	-30	-20
				84.1	-15	-20	-14

22	舒芬太尼	Sufentanil	387.2	111.0*	-20	-40	-18
				238.1	-20	-22	-23
23	去苯乙基乙酰芬太尼	Noracetylfentanyl	219.2	84.0*	-15	-19	-29
				136.0	-11	-18	-23
24	乙酰芬太尼	Acetylfentanyl	323.3	105.1*	-17	-37	-17
				188.2	-17	-23	-18
25	瑞芬太尼	Remifentanil	377.2	113.1*	-19	-30	-18
				317.3	-19	-18	-20
26	4- 甲氧基甲基苯丙胺	PMMA	180.1	121.1*	-21	-22	-21
				149.1	-22	-15	-26
27	伪麻黄碱	Pseudoephedrine	166.2	133.1*	-27	-23	-24
				148.2	-19	-15	-26
28	甲卡西酮	Methcathinone	164.2	131.2*	-19	-22	-23
				146.2	-19	-17	-27
29	/	N-sec-Butyl pentylone	234.2	118.1	-27	-25	-20
				160.1*	-28	-18	-26
30	地芬诺酯	Dipentylone	250.2	100.2*	-16	-23	-18
				205.2	-16	-16	-20
31	甲氧麻黄酮	Mephedrone	178.2	145.2*	-21	-22	-27
				160.2	-21	-15	-30
32	氯胺酮	Fluoroketamine	222.2	191.1*	-11	-14	-18
				109.0	-12	-30	-17
33	去甲氟胺酮	Norfluoroketamine	208.1	109.1*	-24	-27	-18
				191.1	-27	-14	-18
34	甲基胺酮	2-MDCK	218.2	105.2*	-25	-27	-18
				187.2	-15	-14	-19
35	溴胺酮	Bromoketamine	282.1	169.0*	-18	-32	-29
				172.1	-19	-20	-16
36	乙基氟胺酮	2-FXE	236.3	109.1*	-16	-28	-18
				163.1	-16	-17	-30
37	替来他明	Tiletamine	224.1	179.1	-11	-13	-30
				151.1*	-11	-19	-26
38	去氧甲氧基乙胺	DMXE	232.2	105.1*	-12	-31	-17
				187.2	-12	-15	-18
39	2-( 乙氨基 )-2- 苯基环己 - 1- 酮	2-oxo-PCE	218.2	91.1	-26	-31	-14
				173.2*	-15	-14	-16

40	3-[1-( 哌啶 -1- 基 ) 环己基 ] 苯酚	3-OH-PCP	260.3	86.2*	-30	-13	-29
				107.1	-30	-32	-17
41	地西洋	Diazepam	285.2	154.1*	-19	-27	-14
				193.2	-18	-31	-19
42	溴唑仑	Bromazolam	353.1	205.1*	-24	-44	-19
				325.1	-18	-30	-20
43	依替唑仑	Etizolam	343.1	259.1	-22	-25	-16
				314.1*	-18	-27	-20
44	艾司唑仑	Estazolam	295.1	205.2*	-15	-39	-20
				267.1	-16	-26	-27
45	尼美西洋	Nimetazepam	296.2	221.2*	-20	-35	-22
				250.2	-19	-25	-25
46	托帕利酯	Troparil	260.2	82.1*	-14	-31	-30
				84.1	-17	-28	-30
47	地佐辛	Dezocine	246.2	147.1	-14	-19	-27
				97.1*	-14.0	-17	-15
48	哌替啶	Pethidine	248.2	70.1	-13	-29	-27
				220.2*	-13	-22	-21
49	安眠酮	Methaqualone	251.2	91.1*	-29	-43	-15
				132.1	-13	-27	-22
50	4- 羟基 -N- 甲基 -N- 异丙基色胺	4-OH-MiPT	233.2	86.1*	-12	-16	-15
				160.1	-16	-19	-27
51	利多卡因	Lidocaine	235.2	58.2*	-15	-37	-22
				86.2	-12	-23	-14
52	甲苯噻嗪	Xylazine	221.1	90.1*	-26	-24	-15
				164.1	-27	-27	-28
53	N-(1- 氨基 -3,3- 二甲基 -1 - 氧代丁 -2- 基 )-1- 丁基 - 1H- 吡唑 -3- 甲酰胺	SC-109	331.1	201.2*	-12	-25	-19
				286.3	-19	-17	-30
54	/	SC-0818	344.2	213.2	-18	-24	-21
				298.3*	-23	-15	-19
55	3,3- 二甲基 -2-[1-(4- 戊 烯 -1- 基 )-1H- 吡唑 -3- 甲酰胺基 ] 丁酸	SC-104	358.2	213.2*	-23	-26	-21
				298.3	-23	-16	-30
56	3,3- 二甲基 -2-[1-(4- 丁醇 ) 吡唑 -3- 甲酰胺基 ] 丁酸甲酯	SC-0905	361.2	144.1*	-24	-34	-28
				216.2	-24	-19	-21

57	2-[1-(4-氟丁基)-1H-吡啶-3-甲酰氨基]-3,3-二甲基丁酸甲酯	SC-105	363.2	144.0*	-24	-42	-25
				218.1	-23	-23	-21
58	2-[1-(5-氟戊基)-1H-吡啶-3-甲酰氨基]-3,3-二甲基丁酸甲酯	5F-MDMB-PICA	377.2	144.1*	-25	-40	-25
				232.1	-19	-22	-23
59	3,3-二甲基-2-[1-(5-氟戊基)吡啶-3-甲酰氨基]丁酸乙酯	5F-EDMB-PICA	391.2	144.1*	-20	-41	-27
				232.1	-25	-21	-23
60	麦角乙二胺	LSD	324.2	208.1*	-17	-31	-21
				223.2	-17	-25	-22
61	3-氟苯甲嗪	3-FPM	196.1	135.1*	-24	-24	-23
				115.1	-25	-29	-18
62	地芬诺酯	Diphenoxylate	453.2	187.1*	-24	-35	-18
				379.3	-23	-26	-25
63	芬特明	Phentermine	150.1	91.1	-17	-23	-15
				133.1*	-18	-15	-23
64	丁丙诺啡	Buprenorphine	468.4	101.2	-15	-41	-19
				396.3*	-18	-41	-24
65	哌醋甲酯	Methylphenidate	234.1	56.1	-29	-50	-20
				84.1*	-28	-23	-30
66	安非拉酮	Amfepramone	206.2	100.2*	-24	-25	-16
				105.0	-11	-23	-18
67	那可汀	Noscapine	414.2	205.1*	-27	-49	-19
				220.1	-22	-23	-21
68	蒂巴因	Thebaine	312.2	58.1*	-16	-24	-23
				266.0	-20	-18	-26
69	罂粟碱	Papaverine	340.2	202.1*	-18	-28	-20
				324.2	-23	-33	-21
70	羟考酮	Oxycodone	316.2	241.2*	-16	-29	-24
				298.2	-21	-20	-30
71	可替宁-D <sub>3</sub>	Cotinine-D <sub>3</sub>	180.1	80.0	-20	-25	-30
				100.9*	-21	-23	-16
72	吗啡-D <sub>3</sub>	Morphine-D <sub>3</sub>	289.2	165.1*	-19	-39	-30
				201.1	-17	-27	-20
73	甲卡西酮-D <sub>3</sub>	Methcathinone-D <sub>3</sub>	167.2	131.2*	-20	-23	-22.0
				146.2	-27	-21	-26.0

74	伪麻黄碱 -D <sub>5</sub>	Pseudoephedrine-D <sub>5</sub>	169.2	136.2* 151.2	-10 -10	-22 -16	-22 -26
75	可待因 -D <sub>3</sub>	Codeine-D <sub>3</sub>	303.1	215.2* 165.0	-15 -15	-28 -47	-21 -29
76	苯丙胺 -D <sub>5</sub>	Amphetamine-D <sub>5</sub>	141.2	93.1* 124.1	-17 -17	-23 -15	-16 -20
77	去苯乙基乙酰芬太尼 <sup>13</sup> C <sub>6</sub>	Noracetylfentanyl- <sup>13</sup> C <sub>6</sub>	225.2	84.0* 142.0	-25 -15	-19 -12	-30 -22
78	3,4- 亚甲二氧基苯丙胺 -D <sub>5</sub>	MDA-D <sub>5</sub>	185.1	110.1* 168.2	-22 -22	-24 -12	-20 -30
79	O <sup>6</sup> - 单乙酰吗啡 -D <sub>3</sub>	O <sup>6</sup> -Morphine-D <sub>3</sub>	331.2	165.1* 211.0	-17 -18	-43 -29	-28 -21
80	咖啡因 -D <sub>3</sub>	Caffeine-D <sub>3</sub>	198.1	141.1* 113.1	-24 -13	-16 -11	-26 -19
81	甲基苯丙胺 -D <sub>5</sub>	Methamphetamine-D <sub>5</sub>	155.0	92.1* 121.1	-18 -19	-23 -15	-15 -21
82	去甲氟胺酮 -D <sub>4</sub>	Norfluoroketamine-D <sub>4</sub>	212.1	113.1* 195.1	-25 -24	-30 -20	-19 -19
83	3,4- 亚甲二氧基甲基苯丙胺 -D <sub>5</sub>	MDMA-D <sub>5</sub>	199.2	107.1* 165.1	-23 -13	-26 -15	-19 -30
84	4- 甲氧基甲基苯丙胺 -D <sub>3</sub>	PMMA-D <sub>3</sub>	183.1	121.1* 149.1	-23 -23	-23 -16	-20 -14
85	去甲氯胺酮 -D <sub>4</sub>	Norketamine-D <sub>4</sub>	228.1	129.1* 211.1	-27 -26	-25 -12	-23 -20
86	氯胺酮 -D <sub>4</sub>	Ketamine-D <sub>4</sub>	242.0	129.0* 211.1	-13 -17	-29 -15	-22 -20
87	去苯乙基芬太尼 -D <sub>5</sub>	Norfentanyl-D <sub>5</sub>	238.2	182.1* 84.1	-15 -12	-16 -20	-17 -14
88	氟胺酮 -D <sub>4</sub>	Fluoroketamine-D <sub>4</sub>	226.1	113.1* 195.1	-26 -29	-28 -15	-19 -18
89	苯甲酰爱康宁 -D <sub>3</sub>	Benzoylcegonine-D <sub>3</sub>	293.0	105.0* 171.1	-20 -20	-32 -21	-16 -28
90	曲马多 -D <sub>3</sub>	Tramadol-D <sub>3</sub>	267.2	58.2* 249.2	-30 -14	-23 -11	-22 -25
91	N- 蒂巴因 -D <sub>3</sub>	Thebaine-D <sub>3</sub>	315.2	61.1* 266.0	-17 -17	-24 -20	-22 -27

92	麦角乙二胺 -D <sub>3</sub>	LSD-D <sub>3</sub>	327.4	208.2* 281.2	-22 -21	-27 -20	-20 -28
93	可卡因 -D <sub>3</sub>	Cocaine-D <sub>3</sub>	307.2	153.1* 185.2	-20 -16	-25 -22	-26 -18
94	罂粟碱 -D <sub>6</sub>	Papaverine-D <sub>6</sub>	346.2	208.1* 330.2	-18 -18	-29 -33	-20 -21
95	那可汀 -D <sub>3</sub>	Noscapine-D <sub>3</sub>	417.3	208.1* 223.1	-29 -29	-44 -24	-20 -22
96	4-苯胺基-N-苯乙基哌啶 -D <sub>5</sub>	4-ANPP-D <sub>5</sub>	286.3	105.1* 188.2	-15 -19	-32 -19	-18 -18
97	芬太尼 -D <sub>5</sub>	Fentanyl-D <sub>5</sub>	342.3	105.1* 188.1	-17 -18	-40 -25	-17 -18
98	(2E)-2-亚乙基-1,5-二甲 基-3,3-二苯基吡咯烷 -D <sub>3</sub>	EDDP-D <sub>3</sub>	281.2	234.2* 249.2	-18 -15	-32 -25	-23 -24
99	舒芬太尼 -D <sub>5</sub>	Sulfentanyl-D <sub>5</sub>	392.3	111.0* 238.1	-14 -14	-37 -22	-18 -24
100	美沙酮 -D <sub>3</sub>	Methadone-D <sub>3</sub>	313.3	105.0* 268.2	-20 -21	-29 -16	-18 -27
101	地西洋 -D <sub>5</sub>	Diazepam-D <sub>5</sub>	290.2	154.1* 198.2	-19 -15	-29 -33	-14 -18

注：\* 表示定量离子对

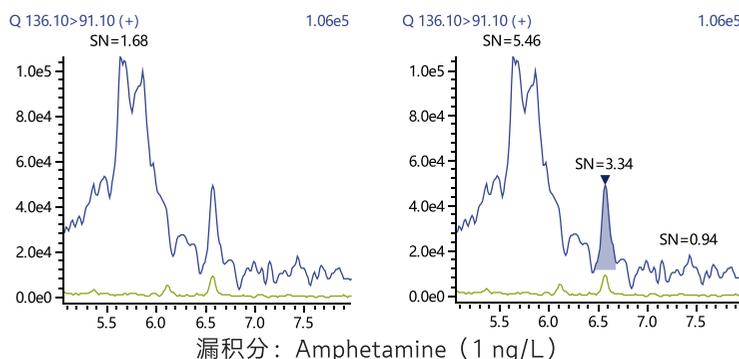
### 1.3 样品前处理方法

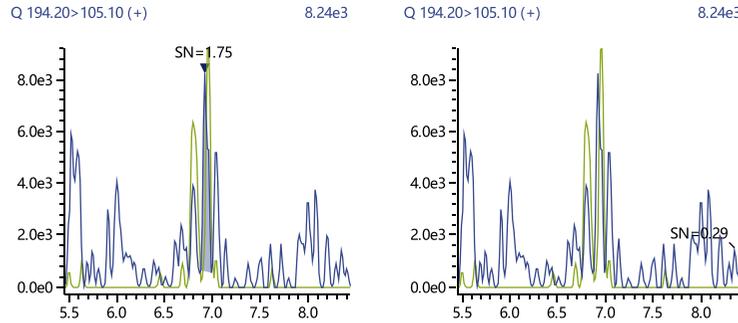
用 5 mL 注射器吸取水样检材 5 mL，经针头过滤器加入 15 mL 离心管中，再加入 50  $\mu$ L 5  $\mu$ g/L 混合内标溶液（其中 Cotinine-D<sub>3</sub>、Caffeine-D<sub>3</sub> 浓度为 100  $\mu$ g/L），涡旋混匀，加入进样小瓶中，待分析。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 Peakintelligence™ 色谱峰智能算法积分

本实验色谱图积分处理使用的是 Peakintelligence™ 色谱峰智能算法。在处理低浓度样品或复杂基质样品时，传统的积分模式有时因为默认积分参数不合适目标峰漏积分或者把杂质峰作为目标物进行错误积分的情况，需要实验人员调整积分参数或手动进行识别。而 Peakintelligence 无需设置任何积分参数，即可自动、快速、准确完成目标物色谱峰的积分，减少实验人员的校验积分的工作量，提高工作效率，见图 1。





错误积分：MDMA (1 ng/L)

图1 传统积分方式(左)和 peakintelligence(右)积分结果

## 2.2 标准样品谱图

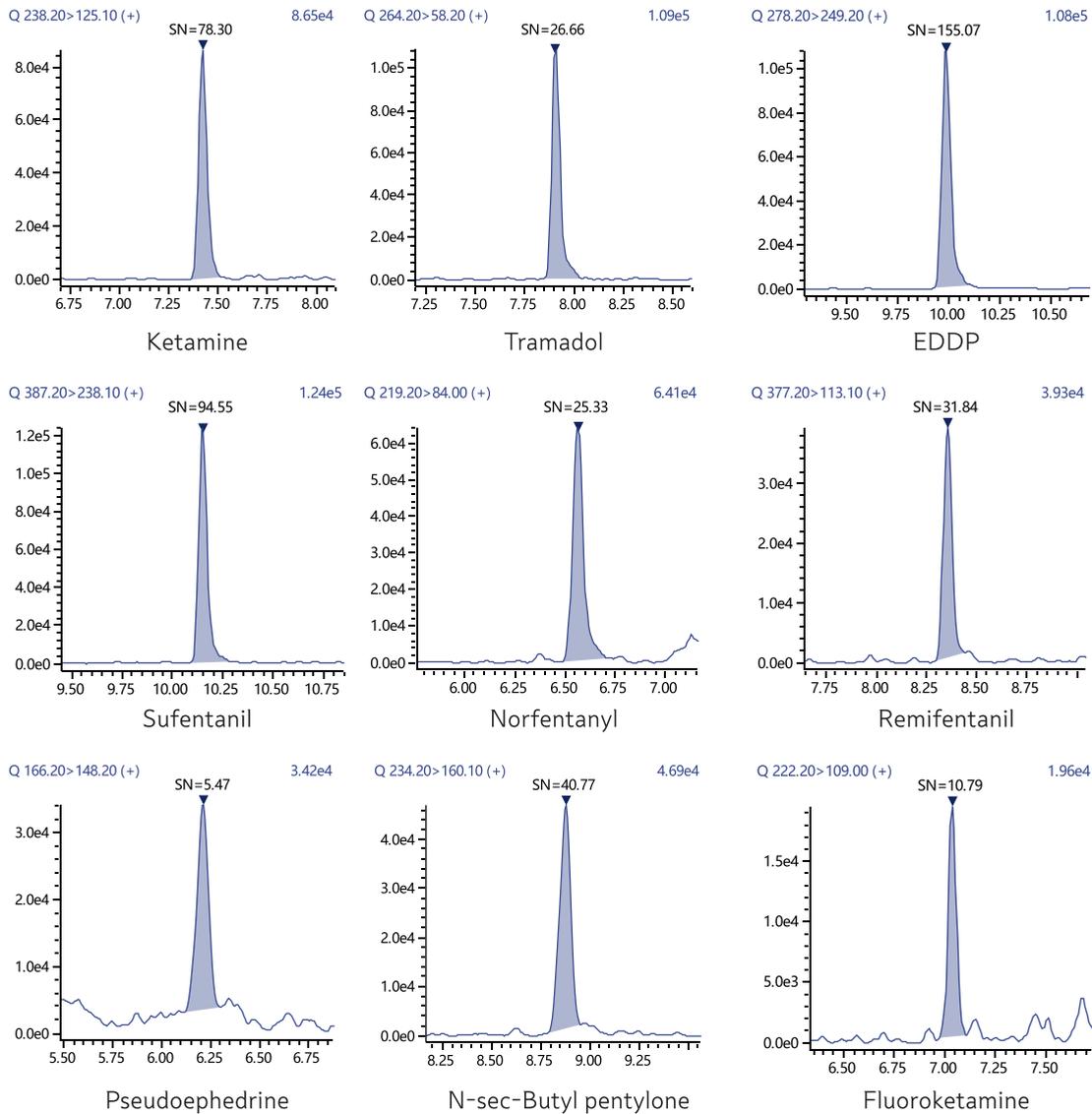


图2 部分目标物 MRM 色谱图 (1 ng/L)

### 2.3 线性范围

准确移取 5 mL 超纯水，加入适量标准溶液，配置成浓度分别为 1、5、10、20、50、100、150 ng/L 系列标准溶液（其中 Cotinine、Caffeine 浓度分别为 20、100、200、400、1000、2000、3000 ng/L），按 1.2 中的分析条件进行测定，以标准添加样品中目标物和相应同位素内标的定量离子对峰面积比为纵坐标，标准添加样品中目标物的浓度为横坐标，绘制校准曲线，线性关系良好，相关系数均大于 0.99，准确度在 70.3%~119.0% 之间，相关系数等参数见表 4。

表 4 校准曲线参数（权重 1/C）

序号	目标物	线性范围 (ng/L)	相关系数 R	准确度 (%)	内标物	检出限 (ng/L)
1	Cotinine	20~3000	0.9999	92.2~107.5	Cotinine-D <sub>3</sub>	20
2	Codeine	1~150	0.9996	88.5~106.4	Codeine-D <sub>3</sub>	5
3	MDA	1~150	0.9998	93.6~107.2	MDA-D <sub>5</sub>	10
4	MDMA	1~150	0.9982	90.2~108.7	MDMA-D <sub>5</sub>	5
5	Cocaine	1~150	0.9991	93.6~104.0	Cocaine-D <sub>3</sub>	5
6	Benzoylcegonine	1~150	0.9989	83.9~113.8	Benzoylcegonine-D <sub>3</sub>	5
7	Morphine	1~150	0.9986	93.2~106.6	Morphine-D <sub>3</sub>	5
8	O <sup>6</sup> -Morphine	1~150	0.9997	92.8~107.5	O <sup>6</sup> -Morphine-D <sub>3</sub>	5
9	Methamphetamine	1~150	0.9982	83.4~110.8	Methamphetamine-D <sub>5</sub>	5
10	Amphetamine	1~150	0.9961	86.9~116.4	Amphetamine-D <sub>5</sub>	5
11	Ketamine	1~150	0.9994	94.6~110.5	Ketamine-D <sub>4</sub>	5
12	Norketamine	1~150	0.9995	95.2~104.2	Norketamine-D <sub>4</sub>	5
13	Etomidate	1~150	0.9992	94.0~105.9	Diazepam-D <sub>5</sub>	5
14	Etomidate acid	5~150	0.9977	81.5~110.7	Diazepam-D <sub>5</sub>	5
15	Caffeine	20~3000	0.9993	78.4~117.8	Cocaine-D <sub>3</sub>	20
16	Tramadol	1~150	0.9986	96.1~106.6	Tramadol-D <sub>3</sub>	20
17	Methadone5	1~150	0.9997	93.4~104.5	Methadone-D <sub>3</sub>	5
18	EDDP	1~150	0.9999	97.0~103.4	EDDP-D <sub>3</sub>	5
19	4-ANPP	1~150	0.9997	92.1~109.2	4-ANPP-D <sub>5</sub>	5
20	Fentanyl	1~150	0.9994	91.1~106.9	Fentanyl-D <sub>5</sub>	5
21	Norfentanyl	1~150	0.9990	89.8~108.0	Norfentanyl-D <sub>5</sub>	5
22	Sufentanil	1~150	0.9997	95.8~103.3	Sulfentanyl-D <sub>5</sub>	5
23	Noracetylfentanyl	1~150	0.9994	84.1~106.8	Noracetylfentanyl- <sup>13</sup> C <sub>6</sub>	5
24	Acetylfentanyl	1~150	0.9950	84.4~109.1	Norfentanyl-D <sub>5</sub>	5
25	Remifentanil	1~100	0.9955	80.6~118.3	Sulfentanyl-D <sub>5</sub>	5
26	PMMA	1~150	0.9998	95.5~104.5	PMMA-D <sub>3</sub>	5
27	Pseudoephedrine	1~150	0.9979	79.2~110.3	Pseudoephedrine-D <sub>3</sub>	5
28	Methcathinone	1~150	0.9932	87.5~111.1	Methcathinone-D <sub>3</sub>	5
29	N-sec-Butyl pentylone	1~150	0.9963	90.4~118.2	Methcathinone-D <sub>3</sub>	5

30	Dipentylone	1~150	0.9969	70.9~116.2	Methcathinone-D <sub>3</sub>	5
31	Mephedrone	1~150	0.9960	75.8~114.2	Methcathinone-D <sub>3</sub>	5
32	Fluoroketamine	1~150	0.9970	90.2~115.0	Fluoroketamine-D <sub>4</sub>	5
33	Norfluoroketamine	1~150	0.9944	85.1~110.8	Norfluoroketamine-D <sub>4</sub>	5
34	2-MDCK	1~150	0.9968	86.1~113.5	Ketamine-D <sub>4</sub>	5
35	Bromoketamine	1~150	0.9992	88.2~111.0	Ketamine-D <sub>4</sub>	5
36	2-FXE	1~150	0.9986	75.2~111.5	Ketamine-D <sub>4</sub>	5
37	Tiletamine	1~150	0.9995	88.6~106.1	Ketamine-D <sub>4</sub>	5
38	DMXE	1~150	0.9962	84.0~115.5	Ketamine-D <sub>4</sub>	5
39	2-oxo-PCE	1~150	0.9949	86.5~111.0	Fluoroketamine-D <sub>4</sub>	5
40	3-OH-PCP	1~150	0.9988	86.8~110.5	Ketamine-D <sub>4</sub>	5
41	Diazepam	1~150	0.9999	92.0~106.4	Diazepam-D <sub>5</sub>	5
42	Bromazolam	1~150	0.9995	95.2~106.8	Diazepam-D <sub>5</sub>	5
43	Etizolam	1~150	0.9998	89.9~109.5	Diazepam-D <sub>5</sub>	5
44	Estazolam	1~150	0.9995	94.0~103.0	Diazepam-D <sub>5</sub>	5
45	Nimetazepam	1~150	0.9998	97.4~104.5	Diazepam-D <sub>5</sub>	5
46	Troparil	1~150	0.9991	84.6~108.8	O6-Morphine-D <sub>3</sub>	10
47	Dezocine	1~150	0.9950	79.1~114.2	Benzoylcegonine-D <sub>3</sub>	5
48	Pethidine	1~150	0.9992	95.2~103.5	Norfluoroketamine-D <sub>4</sub>	5
49	Methaqualone	1~150	0.9998	96.0~104.8	Diazepam-D <sub>5</sub>	5
50	4-OH-MiPT	1~150	0.9980	90.8~108.6	Methcathinone-D <sub>3</sub>	15
51	Lidocaine	1~150	0.9975	70.3~117.1	Fentanyl-D <sub>5</sub>	5
52	Xylazine	1~150	0.9994	90.2~106.9	Thebaine-D <sub>3</sub>	10
53	SC-109	1~150	0.9914	86.3~118.6	Fentanyl-D <sub>5</sub>	5
54	SC-0818	1~150	0.9986	82.0~118.7	Norfluoroketamine-D <sub>4</sub>	5
55	SC-104 100	1~150	0.9979	84.6~111.9	Norfluoroketamine-D <sub>4</sub>	5
56	SC-0905	1~150	0.9976	89.3~109.2	Fentanyl-D <sub>5</sub>	5
57	SC-105	1~150	0.9950	84.6~111.8	Fentanyl-D <sub>5</sub>	5
58	5F-MDMB-PICA	1~150	0.9991	84.9~101.8	Fentanyl-D <sub>5</sub>	5
59	5F-EDMB-PICA	1~150	0.9982	85.8~117.4	4-ANPP-D <sub>5</sub>	5
60	LSD	1~150	0.9994	84.4~111.7	LSD-D <sub>3</sub>	5
61	3-FPM	1~150	0.9974	86.2~112.9	Norfentanyl-D <sub>5</sub>	10
62	Diphenoxylate	1~150	0.9939	70.6~103.4	4-ANPP-D <sub>5</sub>	5
63	Phentermine	1~150	0.9959	77.3~114.1	Amphetamine-D <sub>5</sub>	5
64	Buprenorphine	1~150	0.9965	83.6~117.1	Sulfentanyl-D <sub>5</sub>	5
65	Methylphenidate100	1~150	0.9972	74.5~119.0	Fentanyl-D <sub>5</sub>	5
66	Amfepramone	1~150	0.9915	85.5~113.1	Methcathinone-D <sub>3</sub>	5

67	Noscapine	1~150	0.9978	80.3~109.6	Noscapine-D <sub>3</sub>	5
68	Thebaine	1~150	0.9989	93.4~109.0	Thebaine-D <sub>3</sub>	10
69	Papaverine	1~150	0.9950	95.0~104.0	Papaverine-D <sub>6</sub>	5
70	Oxycodone	1~150	0.9915	80.2~112.2	Methcathinone-D <sub>3</sub>	5

#### 2.4 重复性实验

配置浓度为 5 ng/L 混合标准溶液（其中 Cotinine、Caffeine 浓度为 100 ng/L），重复测定 6 次，考察仪器的重复性，测定结果如表 5 所示：各目标物的保留时间和峰面积的 RSD 分别在在 0.02%~0.83% 和 2.48%~14.08% 之间。

表 5 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

序号	目标物	保留时间 (RSD%)	峰面积 (RSD%)	序号	目标物	保留时间 (RSD%)	峰面积 (RSD%)
1	Cotinine	0.08	3.30	36	2-FXE	0.04	8.99
2	Codeine	0.04	8.17	37	Tiletamine	0.03	8.33
3	MDA	0.05	11.67	38	DMXE	0.04	10.23
4	MDMA	0.05	4.77	39	2-oxo-PCE	0.04	11.41
5	Cocaine	0.04	9.45	40	3-OH-PCP	0.05	10.99
6	Benzoyllecgonine	0.03	10.76	41	Diazepam	0.03	6.66
7	Morphine	0.34	2.48	42	Bromazolam	0.03	5.81
8	O <sup>6</sup> -Morphine	0.04	7.12	43	Etizolam	0.03	8.84
9	Methamphetamine	0.04	5.04	44	Estazolam	0.03	10.36
10	Amphetamine	0.04	10.45	45	Nimetazepam	0.03	8.21
11	Ketamine	0.05	7.10	46	Troparil	0.04	12.47
12	Norketamine	0.04	11.59	47	Dezocine	0.83	5.79
13	Etomidate	0.03	10.61	48	Pethidine	0.04	8.22
14	Etomidate acid	0.09	11.53	49	Methaqualone	0.03	6.25
15	Caffeine	0.03	10.42	50	4-OH-MiPT	0.07	9.16
16	Tramadol	0.04	10.66	51	Lidocaine	0.04	11.61
17	Methadone	0.03	3.55	52	Xylazine	0.04	6.29
18	EDDP	0.03	2.59	53	SC-109	0.03	12.33
19	4-ANPP	0.03	9.84	54	SC-0818	0.02	5.46
20	Fentanyl	0.03	4.52	55	SC-104	0.02	5.44
21	Norfentanyl	0.04	7.35	56	SC-0905	0.03	6.01
22	Sufentanil	0.03	3.12	57	SC-105	0.02	2.54
23	Noracetylfentanyl	0.04	2.72	58	5F-MDMB-PICA	0.02	7.03
24	Acetylfentanyl	0.04	7.46	59	5F-EDMB-PICA	0.02	6.53
25	Remifentanil	0.05	10.63	60	LSD	0.04	8.70
26	PMMA	0.04	5.95	61	3-FPM	0.05	9.03

27	Pseudoephedrine	0.04	6.18	62	Diphenoxylate	0.77	14.08
28	Methcathinone	0.05	3.03	63	Phentermine	0.03	9.22
29	N-sec-Butyl pentylone	0.03	5.66	64	Buprenorphine	0.03	10.58
30	Dipentylone	0.03	13.58	65	Methylphenidate	0.04	12.55
31	Mephedrone	0.04	6.55	66	Amfepramone	0.03	7.71
32	Fluoroketamine	0.04	13.94	67	Noscapine	0.04	11.56
33	Norfluoroketamine	0.03	7.17	68	Thebaine	0.04	8.69
34	2-MDCK	0.04	9.85	69	Papaverine	0.03	9.81
35	Bromoketamine	0.04	11.31	70	Oxycodone	0.04	10.78

## 2.5 加标回收率实验

取空白环境水样品，加入混合标准溶液，配置浓度为 10 ng/L 的质控样品（其中 Cotinine、Caffeine 浓度为 200 ng/L），重复测定 6 次，加标样品的准确度和精密度结果如表 6 所示，回收率在 74.2%~116.9% 之间，RSD 在 1.94%~13.70% 之间。

表 6 加标回收率结果 (n=6)

序号	目标物	平均回收率 (%)	RSD (%)	序号	目标物	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	Cotinine	95.9	2.14	36	2-FXE	93.9	4.31
2	Codeine	104.0	3.37	37	Tiletamine	102.0	3.72
3	MDA	99.1	8.04	38	DMXE	82.5	6.42
4	MDMA	93.4	4.45	39	2-oxo-PCE	97.6	10.8
5	Cocaine	96.7	4.68	40	3-OH-PCP	87.8	10.6
6	Benzoyllecgonine	99.3	6.30	41	Diazepam	101.5	1.94
7	Morphine	94.1	3.09	42	Bromazolam	89.9	3.57
8	O <sup>6</sup> -Morphine	98.6	6.81	43	Etizolam	112.7	2.33
9	Methamphetamine	101.6	5.82	44	Estazolam	97.2	3.38
10	Amphetamine	95.4	13.2	45	Nimetazepam	95.8	5.80
11	Ketamine	92.6	5.10	46	Troparil	87.3	12.6
12	Norketamine	100.6	4.62	47	Dezocine	90.5	12.0
13	Etomidate	101.0	2.89	48	Pethidine	81.5	9.28
14	Etomidate acid	74.2	10.76	49	Methaqualone	105.6	5.07
15	Caffeine	96.9	2.60	50	4-OH-MiPT	77.5	13.70
16	Tramadol	100.7	5.33	51	Lidocaine	116.9	5.58
17	Methadone	89.9	4.22	52	Xylazine	78.0	3.24
18	EDDP	98.4	2.51	53	SC-109	109.6	11.70
19	4-ANPP	105.9	2.35	54	SC-0818	89.2	3.30
20	Fentanyl	97.8	7.42	55	SC-104	90.7	9.54
21	Norfentanyl	89.3	11.1	56	SC-0905	115.2	7.01

22	Sufentanil	95.2	2.32	57	SC-105	106.1	12.00
23	Noracetylfentanyl	102.9	2.05	58	5F-MDMB-PICA	98.7	12.30
24	Acetylfentanyl	108.7	10.4	59	5F-EDMB-PICA	114.6	6.82
25	Remifentanil	105.7	11.1	60	LSD	97.1	5.29
26	PMMA	97.0	2.62	61	3-FPM	109.1	9.67
27	Pseudoephedrine	84.4	5.66	62	Diphenoxylate	84.9	13.2
28	Methcathinone	85.3	11.3	63	Phentermine	110.8	8.25
29	N-sec-Butyl pentylone	101.0	7.59	64	Buprenorphine	101.4	4.45
30	Dipentylone	111.4	4.76	65	Methylphenidate	106.9	7.87
31	Mephedrone	102.2	7.64	66	Amfepramone	101.4	4.07
32	Fluoroketamine	102.3	4.30	67	Noscapine	107.6	5.69
33	Norfluoroketamine	94.7	12.3	68	Thebaine	92.3	4.98
34	2-MDCK	94.0	7.89	69	Papaverine	97.6	4.59
35	Bromoketamine	107.1	8.04	70	Oxycodone	116.7	6.82

## ■ 结论

本文利用岛津 AOE 系统和三重四极杆质谱仪 LCMS-8060NX 联用，建立一种简便、快速、准确、高灵敏度的水中 70 种精神活性物质和代谢物的检测方法。该方法采用内标法定量建立校准曲线，在 1~150 ng/L（其中 Cotinine、Caffeine 浓度为 20~3000 ng/L）浓度范围内，70 种目标物线性相关性良好，相关系数均大于 0.99。配置浓度为 10 ng/L 的质控样品（其中 Cotinine、Caffeine 浓度为 200 ng/L），重复测定 6 次，回收率在 74.2%~116.9% 之间，RSD 在 1.94%~13.70% 之间，方法准确可靠，可以为水中精神活性物质和代谢物检测提供很好的参考。

岛津应用云

