

使用岛津高分辨原位探针离子化质谱系统 DPiMS-QT 快速筛查尿液中卡西酮类新精神 活性物质

DPiMS-009

摘要： 本文使用岛津高分辨原位探针离子化质谱系统 DPiMS-QT 建立尿液中卡西酮类新精神活性物质的快速筛查方法，该方法单针进样可在 0.5 min 内获取样本在 m/z 100-500 Da 综合信息，可实现对尿液中目标卡西酮类化合物的快速定性筛查。加标样品浓度为 10 ng/mL 的溶液，连续进样 3 次，一级精确质量误差 ± 3 ppm 以内提取色谱峰，各目标物峰面积 RSD 在 20% 以内，重复性良好，且空白基质溶液中各目标物在一级精确质量误差 ± 3 ppm 以内提取几乎无色谱峰。该方法提供了一种快速、灵敏的尿液中新精神活性物质筛查解决方案。

关键词： DPiMS-QT 尿液 卡西酮 新精神活性物质

技术特点：

- ❖ 使用 DPiMS-QT 0.5 min 内即可完成样品采集，分析速度超快。
- ❖ 结合 LCMS-9050 获得精确质量数信息，可准确鉴定新精神活性物质。

合成卡西酮是一种具有强烈兴奋和致幻作用的新精神活性物质。吸食卡西酮类物质能导致类似甲基苯丙胺的兴奋作用和类似麦角酸二乙胺（LSD）的致幻作用，同时还伴有心动过速、血压升高等反应。我国对合成卡西酮类新精神活性物质主要采取列管的方式，目前已列管 50 多种合成卡西酮。

DPiMS 是岛津开发一种开放式离子源结合实时质谱分析的技术，通过使用超细的原位探针在样品表面取极少量样品，并在针上施加电压，形成纳米液滴和泰勒锥的射流，样品发生 ESI 电离，进而被质谱检

测器捕获和分析。

岛津公司于 2021 年 8 月公开发售基于高分辨质谱 LCMS-9030 的探针电喷雾离子化（PESI）质谱仪 DPiMS QT，能够满足快速、现场、直接、无损、高通量、高灵敏度和高特异性分析的需求。样品不需要复杂的前处理和色谱分离，0.5 分钟就能够完成一次样品分析，在快筛领域具有广阔的应用前景。

本方法使用岛津高分辨原位探针离子化质谱系统 DPiMS-QT 建立了尿液中卡西酮类新精神活性物质的筛查方法，该方法快速、有效、灵敏。

实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津高分辨原位探针离子化质谱系统 DPiMS-QT，具体配置为：

质谱仪：LCMS-9050

离子源：探针电喷雾离子源（PESI）

色谱工作站：LabSolutions Version 5.121；

1.2 分析条件

离子源条件

取样时间：30 msec

取样位置：46 mm

离子化时间：160 msec

放电电压：3.5 kV

探针速度：300 mm/sec

探针频率：3.12 Hz

质谱条件

离子源：PESI

DL 温度：250°C

加热块温度：50°C

事件时间：0.02 s

扫描时间：0.5 min

扫描范围：100-500 Da

1.3 分析过程

使用专用的 PESI Solution 软件选择分析方法，即可启动分析，过程如下：

- ① 探针取样；
- ② 探针升至最高位置，随着探针上升，样品被均匀地涂覆在针尖表面；
- ③ 施加在探针上的高电压会导致样品迁移，随后从探针尖端产生电喷雾。产生的离子流向 MS 入口进入质谱仪。



图 1 岛津 DPiMS-QT 及其工作原理

1.4 标准溶液配制

9 种卡西酮类化合物混合标准品，用 50% 乙醇水溶液逐级稀释至浓度为 20 ng/mL，放置于 4°C 冰箱中保存。

1.5 加标样品前处理

取 0.2 mL 尿液，加入 0.8 mL 50% 乙醇水溶液，震荡混匀得稀释尿液样本。取稀释尿液样本 0.5 mL，加入 0.5 mL 各卡西酮类物质浓度为 20 ng/mL 的标准溶液混匀，每次取 10 μ L 用于原位探针离子化质谱仪 DPiMS-QT 分析。

■ 结果与讨论

2.1 基质加标溶液提取离子流色谱图

尿液经 1.5 步骤前处理后，经 1.3 过程分析。加标样品中各目标物在 $[M+H]^+$ 理论 m/z 质量误差 ± 3 ppm 以内可以提取出成簇色谱峰，空白基质样品中各目标物在 $[M+H]^+$ 理论 m/z 质量误差 ± 3 ppm 以内几乎未提取到色谱峰，加标样品 TIC 色谱图和各目标物提取离子流色谱图以及空白基质提取离子流色谱图如图 2-4 所示。

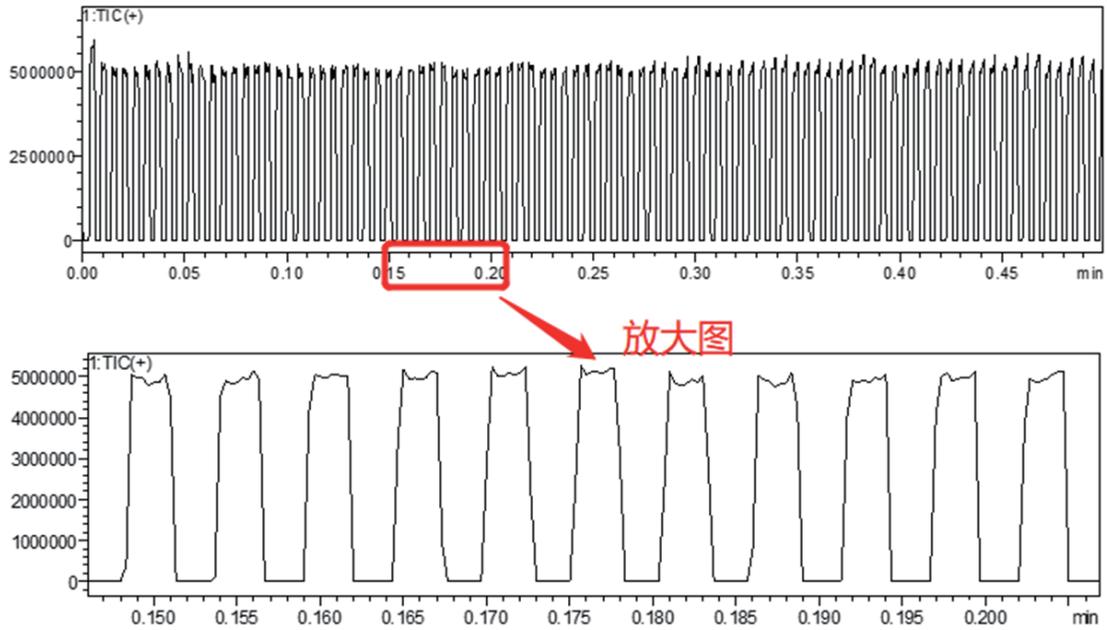


图 2 加标样品 (10 ng/mL) TIC 色谱图和局部放大图

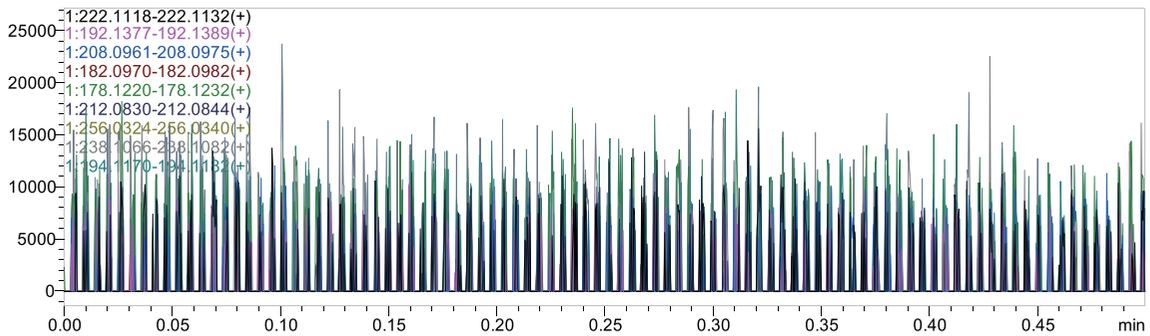


图 3 加标样品 (10 ng/mL) 各目标物提取离子流色谱图

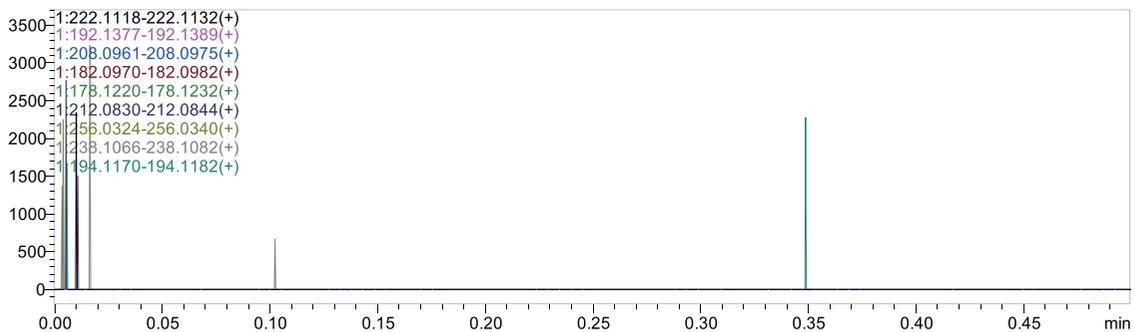


图 4 空白基质提取离子流色谱图

2.2 数据处理

采用 Labsolutions 后处理软件，将添加卡西酮类化合物名称和 $[M+H]^+$ 理论 m/z 输入方法视图中的化合物列表中，积分运行误差设为 ± 3 ppm，通过“积分”中的“时间程序”进行总面积积分，在 0.01-0.49 min 内获取各目标物的提取离子流色谱图总面积，具体设置如图 5 所示。

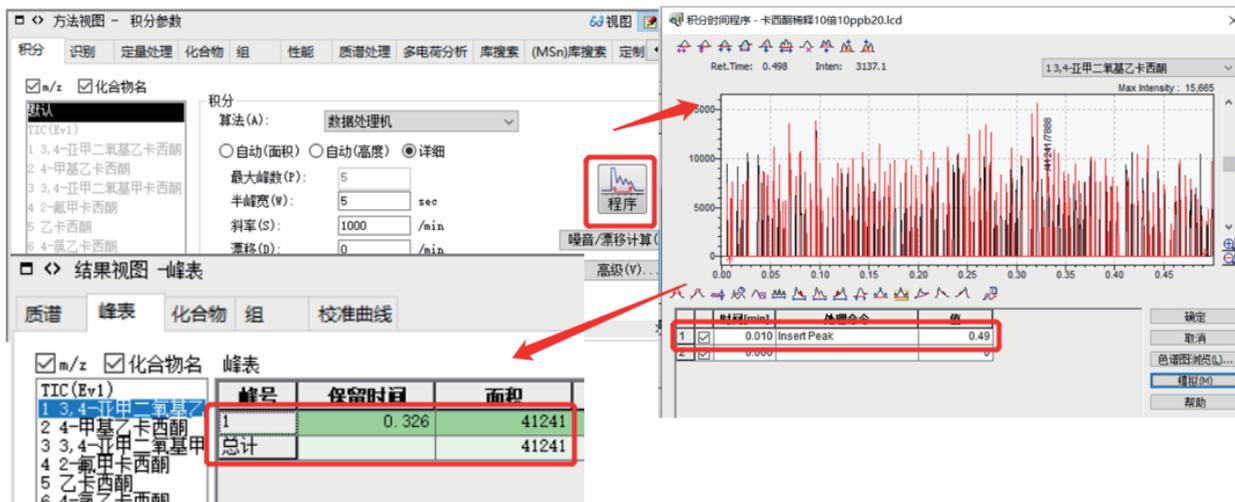


图 5 积分参数设置

2.3 加标化合物筛查结果列表

配制 9 种卡西酮类物质基质加标溶液，加标浓度为 10 ng/mL，上机分析。各目标物的筛查结果见表 1。

表 1 12 种加标卡西酮类物质信息及筛查结果

序号	化合物名称	CAS 号	简称	分子式	理论 m/z	提取 m/z 范围	面积
1	3,4-亚甲二氧基乙卡西酮	1454266-19-3	Ethylone	$C_{12}H_{15}NO_3$	222.1125	222.1118-222.1132	16422
2	4-甲基乙卡西酮	1266688-86-1	4-MEC	$C_{12}H_{17}NO$	192.1383	192.1377-192.1389	11384
3	3,4-亚甲二氧基甲卡西酮	186028-80-8	Methylone	$C_{11}H_{13}NO_3$	208.0968	208.0961-208.0975	14889
4	2-氟甲卡西酮	1346599-37-8	2-FMC	$C_{10}H_{12}FNO$	182.0976	182.0970-182.0982	2514
5	乙卡西酮	51553-17-4	EC	$C_{11}H_{15}NO$	178.1226	178.1220-178.1232	29279
6	4-氯乙卡西酮	22198-75-0	4-CEC	$C_{11}H_{14}ClNO$	212.0837	212.0830-212.0844	3286
7	4-溴乙卡西酮	135333-26-5	4-BEC	$C_{11}H_{14}BrNO$	256.0332	256.0324-256.0340	2713
8	6-甲氧基-3,4-亚甲二氧基甲卡西酮	2749504-36-5	6-MeO-MC	$C_{12}H_{15}NO_4$	238.1074	238.1066-238.1082	20095
9	3-甲氧基甲卡西酮	1435933-70-2	3-MeOMC	$C_{11}H_{15}NO_2$	194.1176	194.1170-194.1182	18926

2.4 加标样品提取离子流色谱图

10 ng/mL 加标样品溶液，连续进样 3 次，一级精确质量误差 ± 3 ppm 以内提取色谱峰，计算峰面积，各目标物峰面积 RSD 在 20% 以内，9 种卡西酮类化合物的提取离子流色谱图，见图 6。

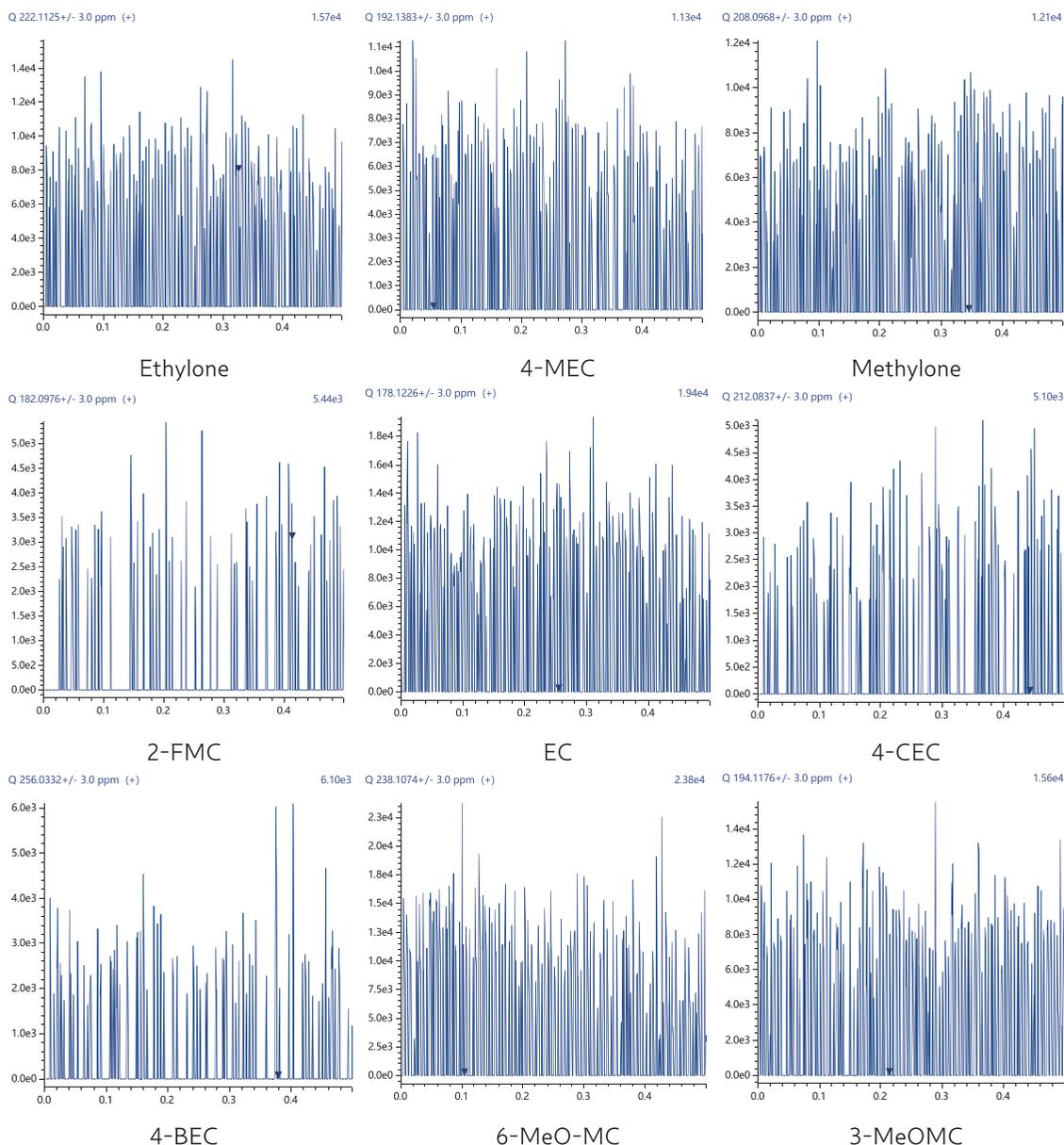


图 6 9 种卡西酮类化合物提取离子流色谱图 (加标浓度 10 ng/mL)

■ 结论

本文使用岛津高分辨原位探针离子化质谱系统 DPiMS-QT 建立 0.5 min 完成尿液中卡西酮类新精神活性物质快速筛查的方法, 只需将尿液进行简单的稀释即可上机分析, 前处理操作简单。加标样品浓度为 10 ng/mL 的溶液, 连续进样 3 次, 一级精确质量误差 ± 3 ppm 以内提取色谱峰, 计算峰面积, 各目标物峰面积 RSD 在 20% 以内, 且空白样品中各目标物几乎无提取色谱峰。该方法在 0.5 min 内对样品进行全扫描分析, 可进行快速筛查, 并且可以随时添加筛查范围, 有力支持了新精神活性物质的快速筛查方案。

岛津企业管理 (中国) 有限公司 - 分析中心
 Shimadzu (China) Co., LTD. - Analytical Applications Center

岛津应用云

