

SCIEX液质联用系统直接进样法测定污水中70多种精神活性物质及代谢物

More than 70 kinds of psychoactive substances and metabolites in sewage were determined by direct injection method on SCIEX system

程龙, 刘冰洁, 郭立海

Cheng long, Liu bingjie, Guo lihai

SCIEX中国

SCIEX China

Key words: Sewage; Psychoactive Substances and metabolites; Direct injection;

引言

污水监测可以准确客观地反映出特定区域的毒情形势, 污水中的精神活性物质及代谢物的浓度测定是污水分析法评估毒情的关键。精神活性物质及代谢物进入污水系统, 其含量极低, 浓度一般在pg/mL级别, 因此针对污水中的精神活性物质及代谢物的分析要比一般生物检材要求更高, 对仪器的灵敏度要求也更高。随着我国对禁毒工作的越来越高度重视, 同时, 列管的麻醉和精神药物也逐年增加, 为了加强对地区滥用药物的监控和针对性地开展毒品打击整治工作, 迫切需要在现有常见毒品监测方法的基础上扩大检测范围。

本实验基于SCIEX液质联用系统的高灵敏度和抗污染优势, 建立了超过70种精神活性物质及代谢物的直接进样检测方法, 大大缩短前处理的时间, 提高检测通量, 让滥用药物检测变得更加高效快捷。

实验方法

1. 液相方法:

色谱柱: Phenomenex Kinetex Biphenyl (100 × 3.0 mm, 2.6 μm)

流动相: A相: H₂O (2 mM甲酸铵+0.02%甲酸)

B相: 乙腈 (2 mM甲酸铵+0.02%甲酸)

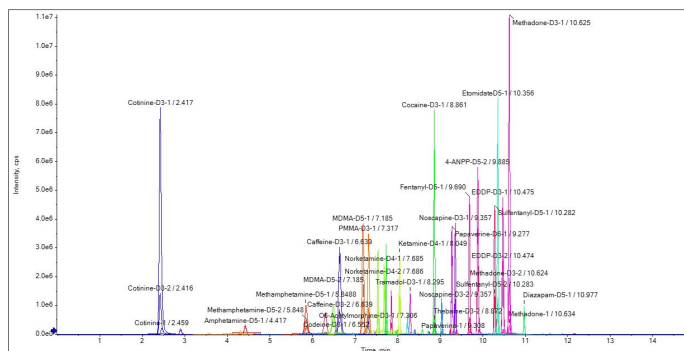


图1. 70多种化合物及内标的提取离子色谱图

流速: 0.6 mL/min;

洗脱程序:

Time(min)	A (%)	B (%)
0.0	95	5
1.5	95	5
6.0	90	10
10.0	50	50
12.0	5	95
13.0	5	95
13.1	95	5
15.0	95	5

2. 质谱方法:

离子源: ESI源, 正离子模式

扫描模式: Scheduled MRM™ (离子对见附表1)

3. 样品的制备

移取污水样9.930 mL于15 mL离心管中, 加入50 μL混合同位素内标工作溶液(10 ng/mL), 加入20 μL混合缓冲液(含1 M甲酸铵和10%甲酸水溶液), 使样品溶液中酸和盐的浓度与流动相中一致, 混匀, 经过0.22 μm滤膜过滤, 直接上机检测。

结果与讨论

1. 提取离子流色谱图:

本文涉及到的70多种化合物以及内标色谱图(见图1、图2), 所有化合物都有较好的保留, 极性最强的羟基可替宁保留时间也在1.5 min以后(1.76 min)。卓越的灵敏度和抗污染能力, 满足目前国家的检测要求。保证了污水水样在不需要浓缩和净化的前提下, 可以直接进行测定, 很好的保证了测定结果的准确及可靠。

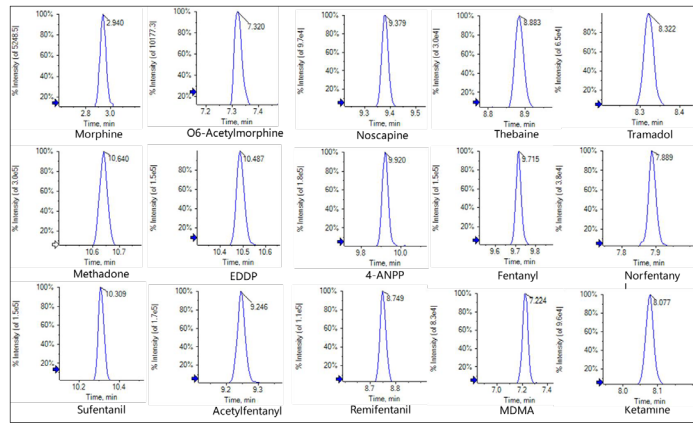


图2. 部分化合物1 pg/mL提取离子流色谱图

2. 线性

采用空白污水基质样本配置标准曲线, 所有化合物具有良好的线性关系, 如图3。

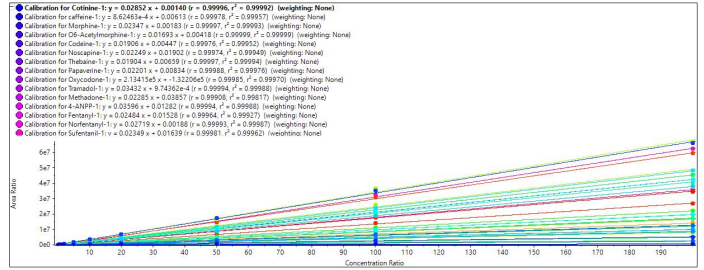


图3. 70多种精神活性物质及代谢物的线性关系

3. 重复性以及回收率

针对本文涉及到的70多种精神活性物质及代谢物, 以污水基质, 在1 pg/mL、10 pg/mL、100 pg/mL三个浓度点进行加标回收率实验, 污水的实际加标回收率在80.5%-115.8%范围内, 符合方法学要求。同时, 在三个浓度点下, 连续进样(n=6)考察方法的重复性, 所有化合物6次进样峰面积RSD%均在0.21%~5.85%范围内, 展现了方法的可靠性以及仪器的耐受性。

4. 样品测试

针对某区域采集不同时间或地点的污水进行检测, 通过SCIEX OS软件对数据进行批量处理, 可直观的通过离子比率对化合物进行定性分析, 如图4。某污水样品中共检出10余种滥用药物, 除常见的吗啡和甲基苯丙胺外, 还检出地西洋、伪麻黄碱、利多卡因等其他药物。

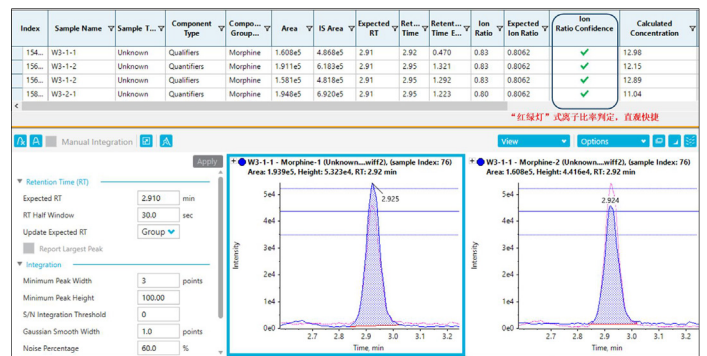


图4. SCIEX OS软件对实际样品进行处理界面展示: 绿勾表示离子比率判定合格。

总结

本方案基于SCIEX液质联用系统建立了70多种精神活性物质及其代谢物的检测方法。SCIEX液质联用系统具有高灵敏度以及强抗污染能力，无需SPE前处理富集，采用直接进样法，快速高效，实现高通量检测，所有化合物均具有良好的线性关系。同时，搭配SCIEX OS软件更加智能简洁，适合大批量样品的快速分析，为用户节省大量时间和人力成本。

附表1

化合物MRM质谱参数

编号	化合物	Q1	Q3	去簇电压 (DP)	碰撞能量 (CE)	保留时间 (min)
1	Cotinine	177.2	80.1	50	60	2.46
		177.2	98.1	50	50	2.46
2	OH-Cotinine	193.1	80.1	60	28	1.76
		193.1	134.1	60	28	1.76
3	caffeine	195.2	138.2	30	29	6.69
		195.2	110	30	32	6.69
4	Morphine	286.1	201	70	34	2.91
		286.1	165	70	50	2.91
5	O6-Morphine	328.2	165.1	50	48	7.30
		328.2	211.1	50	34	7.30
6	Codeine	300.2	165.1	60	52	6.56
		300.2	199.1	60	39	6.56
7	Noscapine	414.2	220.3	55	32	9.35
		414.2	353.2	55	32	9.35
8	Thebaine	312.1	58.1	30	35	8.86
		312.1	249.1	30	22	8.86
9	Papaverine	340.1	324.1	60	43	9.29
		340.1	202.1	60	37	9.29
10	Oxycodone	316.2	298.2	35	26	7.44
		316.2	241.1	35	40	7.44
11	Tramadol	264.1	58.1	30	47	8.30
		264.1	42	30	110	8.30
12	Methadone	310.2	265.2	30	20	10.60
		310.2	105.1	30	35	10.60

编号	化合物	Q1	Q3	去簇电压 (DP)	碰撞能量 (CE)	保留时间 (min)
13	EDDP	278.2	234.3	30	41	10.45
		278.2	249.3	30	33	10.45
14	4-ANPP	281.2	188.2	50	22	9.89
		281.2	105.1	50	39	9.89
15	Fentanyl	337.2	188.3	55	31	9.68
		337.2	105.2	55	55	9.68
16	Norfentanyl	233.2	84	35	36	7.86
		233.2	150.1	35	25	7.86
17	Sufentanil	387.2	238.1	70	27	10.27
		387.2	355.2	70	26	10.27
18	Noracetylfentanyl	219.2	84	25	21	6.26
		219.2	136	25	27	6.26
19	Acetylfentanyl	323.2	188.1	50	32	9.22
		323.2	105.1	50	50	9.22
20	Remifentanil	377.2	317.2	65	23	8.73
		377.2	113	65	40	8.73
21	Amphetamine	136.1	91.1	40	26	4.44
		136.1	119.1	40	13	4.43
22	Methamphetamine	150.1	91.1	30	26	5.86
		150.1	119.1	30	13	5.86
23	MDA	180	105.1	20	30	5.88
		180	133.1	20	23	5.88
24	MDMA	194	163.1	30	18	7.18
		194	105.1	30	34	7.18
25	PMMA	180.1	121	30	28	7.30
		180.1	91	30	43	7.30
26	Pseudoephedrine	166.1	133.1	15	27	3.87
		166.1	117	15	26	3.87
27	Methcathinone	164	146	20	18	4.28
		164	105.1	20	31	4.28
28	N-sec-Butyl pentylone	234.2	160.1	25	23	9.09
		234.2	118.1	25	32	9.09
29	Dipentylone	250.2	205.2	60	19	8.45
		250.2	100.2	60	30	8.45

化合物MRM质谱参数 (续)

编号	化合物	Q1	Q3	去簇电压 (DP)	碰撞能量 (CE)	保留时间 (min)
30	Mephedrone	178.2	160.2	20	16	7.45
		178.2	145.2	20	26	7.46
31	Ketamine	238.1	125	50	39	8.05
		238.1	207.1	50	21	8.05
32	Norketamine	224.1	207	20	16	7.68
		224.1	125	20	35	7.68
33	Fluoroketamine	222.1	109.1	30	40	7.55
		222.1	191	30	26	7.55
34	Norfluoroketamine	208.3	191	35	17	6.52
		208.3	109.1	35	40	6.52
35	2-MDCK	218.2	105	20	38	8.22
		218.2	159	20	28	8.22
36	Bromoketamine	282.1	172.2	40	25	8.24
		282.1	264.1	40	20	8.24
37	2-FXE	236.2	109	20	40	7.94
		236.2	163	20	23	7.94
38	tiletamine	224.1	179.1	35	15	7.70
		224.1	151.1	35	25	7.70
39	DMXE	232.2	187.2	30	19	8.56
		232.2	105.1	30	40	8.56
40	2-oxo-PCE	218.2	173.2	20	17	7.97
		218.2	91.1	20	39	7.97
41	3-OH-PCP	260.3	86.2	50	37	8.77
		260.3	107.1	50	17	8.77
42	Cocaine	304.2	182.1	65	28	8.84
		304.2	150.1	65	34	8.84
43	Benzoylecgonine	290.1	168.1	60	27	7.73
		290.1	105	60	41	7.73
44	Diazepam	285.1	193.2	50	40	10.99
		285.1	154.1	50	36	10.99
45	Bromazolam	353.1	325.1	50	37	10.34
		353.1	205.1	50	57	10.34

编号	化合物	Q1	Q3	去簇电压 (DP)	碰撞能量 (CE)	保留时间 (min)
46	Etizolam	343.1	314.1	30	34	10.59
		343.1	259.1	30	45	10.59
47	Estazolam	295.2	267.3	30	34	10.12
		295.1	205.2	30	50	10.12
48	Nimetazepam	296.1	250.2	70	36	10.73
		296.1	222.1	70	38	10.73
49	Etomidate	245.2	141	30	15	10.36
		245.2	105.2	30	25	10.36
50	Troparil	260.2	82.1	40	34	8.59
		260.2	84.1	40	29	8.59
51	Dezocine	246.2	147.1	40	27	8.21
		246.2	97.1	40	20	8.21
52	Pethidine	248.3	220.3	50	30	8.69
		248.3	174.1	50	28	8.69
53	Methaqualone	251.1	132.1	60	35	10.24
		251.1	91.1	60	58	10.24
54	4-OH-MIPT	233.2	86.1	60	20	7.44
		233.2	160.1	60	27	7.44
55	Lidocaine	235.1	86.1	40	27	7.24
		235.1	58.2	40	42	7.24
56	Xylazine	221.1	90	50	27	8.37
		221.1	164.1	50	35	8.37
57	SC109	331.2	201.1	30	35	10.92
		331.2	145	30	56	10.92
58	SC-0818	344.2	213.2	20	29	11.23
		344.2	298.3	20	19	11.23
59	SC104	358.2	213.1	20	34	11.85
		358.2	298.2	20	21	11.85
60	SC-0905	361.2	216.2	30	22	10.43
		361.2	144.1	30	48	10.43
61	SC105	363.2	218.1	40	22	11.40
		363.2	144	40	55	11.40

化合物MRM质谱参数 (续)

编号	化合物	Q1	Q3	去簇电压 (DP)	碰撞能量 (CE)	保留时间 (min)
62	5F-MDMB-PICA	377.2	232.1	30	25	11.55
		377.2	144	30	50	11.55
63	5F-EDMB-PICA	391.2	232.2	30	23	11.69
		391.2	116	30	82	11.69
64	LSD	324.2	223.1	60	32	9.01
		324.2	208.1	60	40	9.01
65	3-FPM	196.1	115.1	60	37	6.89
		196.1	135.1	60	30	6.89
66	Etomidate acid	217.2	113	30	11	4.96
		217.2	95	30	26	4.96
67	Diphenoxylate	453.2	379.3	80	35	11.51
		453.2	187.1	80	41	11.51
68	Phentermine	150.1	91.1	40	28	6.03
		150.1	133.1	40	13	6.03
69	Buprenorphine	468.3	396.3	80	54	9.79
		468.3	267.1	80	64	9.79
70	Methylphenidate	234.1	84.1	50	28	8.37
		234.1	56.1	50	50	8.37
71	Amfepramone	206.2	100.1	55	31	7.42
		206.2	105.1	55	31	7.42
72	THC	315.2	193.2	40	30	12.2
		315.2	123	40	45	12.2
73	Cotinine-D3	180.1	80.1	50	60	2.41
		180.1	101.1	50	50	2.41
74	OH-Cotinine-D3	196.1	80.1	60	28	1.76
		196.1	134.1	60	28	1.76
75	Caffeine-D3	198.1	141.1	30	29	6.62
		198.1	113.1	30	32	6.62
76	Morphine-D3	289.2	201.1	70	34	2.87
		289.2	165.1	70	50	2.87
77	O6-Morphine-D3	331.2	211.1	50	34	7.28
		331.2	165.1	50	48	7.28

编号	化合物	Q1	Q3	去簇电压 (DP)	碰撞能量 (CE)	保留时间 (min)
78	Codeine-D6	306.1	165.1	60	52	6.52
		306.1	199.1	60	39	6.52
79	Noscapine-D3	417.3	223.1	55	32	9.34
		417.3	353.2	55	32	9.34
80	Thebaine-D3	315.2	61.1	30	35	8.85
		315.2	266	30	22	8.85
81	Papaverine-D6	346.2	330.2	60	43	9.26
		346.2	208.1	60	37	9.26
82	Tramadol-D3	267.2	58.1	30	20	8.28
		267.1	42	30	80	8.28
83	Methadone-D3	313.2	268.2	30	22	10.59
		313.2	105.1	30	38	10.59
84	EDDP-D3	281.2	234.3	30	41	10.44
		281.2	249.3	30	33	10.44
85	4-ANPP-D5	286.3	105.1	50	39	9.86
		286.3	188.2	50	22	9.86
86	Fentanyl-D5	342.2	188.3	55	31	9.67
		342.2	105.2	55	31	9.67
87	Norfentanyl-D5	238.2	84.1	35	36	7.84
		238.2	182.1	35	25	7.84
88	Sulfentanyl-D5	392.3	238.1	70	27	10.25
		392.3	111.2	70	55	10.25
89	Noracetylfentanyl-13C6	225.2	84	25	21	6.25
		225.2	142	25	27	6.26
90	Acetylfentanyl-13C6	329.3	188.1	50	32	9.22
		329.3	105	50	50	9.22
91	Amphetamine-D5	141.1	93.1	50	27	4.37
		141.1	124.1	50	13	4.37
92	Methamphetamine-D5	155.2	92.1	30	26	5.80
		155.2	121.1	30	13	5.80
93	MDA-D5	185.1	110.1	20	30	5.81
		185.1	138.1	20	23	5.81

化合物MRM质谱参数 (续)

编号	化合物	Q1	Q3	去簇电压 (DP)	碰撞能量 (CE)	保留时间 (min)
94	MDMA-D5	199.1	165.1	30	18	7.14
		199.1	107.1	30	34	7.14
95	PMMA-D3	183.1	121	30	28	7.28
		183.1	91	30	43	7.28
96	Pseudoephedrine-D5	171.2	137.1	15	27	3.53
		171.2	117	15	26	3.52
97	Methcathinone-D3	167.2	130.1	20	34	4.25
		167.2	131.1	20	27	4.25
98	Ketamine-D4	242.1	129	60	39	8.03
		242.1	211.1	60	21	8.03
99	Norketamine-D4	228.1	211.1	65	16	7.66
		228.1	129	65	35	7.66
100	Fluoroketamine-D4	226.1	113.1	30	40	7.52
		226.1	195.1	30	26	7.52

编号	化合物	Q1	Q3	去簇电压 (DP)	碰撞能量 (CE)	保留时间 (min)
101	Norfluoroketamine-D4	212.1	195.1	35	17	6.44
		212.1	113.1	35	40	6.44
102	Cocaine-D3	307.2	185.1	65	28	8.83
		307.2	153.1	65	34	8.83
103	Benzoylcegonine-D3	293.1	171.1	35	27	7.72
		293.1	105	35	41	7.72
104	Diazepam-D5	290.2	198.2	50	40	10.97
		290.2	154.1	50	36	10.97
105	EtomidateD5	250.2	141	30	15	10.34
		250.2	110	30	25	10.34
106	LSD-D3	327.2	208.1	60	40	9.01
		327.2	281.2	60	32	9.01

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-32643-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话: 010-5808-1388
传真: 010-5808-1390
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话: 021-2419-7201
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)