

采用液相色谱-串联质谱法分析尿液中

37种毒(药)物

冯梦雨

(广州禾信仪器股份有限公司, 广东 广州 510530)

摘要: 本文使用禾信LC-TQ 5100液相色谱质谱联用仪, 按照标准SF/Z JD0107005-2016《血液、尿液中238种毒(药)物的检测 液相色谱-串联质谱法》对尿液进行加标回收实验。实验结果表明, 在1 $\mu\text{g/L}$ ~100 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围内, 37种目标物的标准曲线线性相关系数 R^2 均大于0.99, 精密密度为0.64%~21.56%, 尿液样品加标回收率为79.1%~122.6%, 方法检出限为1 $\mu\text{g/L}$ ~4 $\mu\text{g/L}$, 均满足标准要求。

关键词: 尿液; 毒物

毒品是指国家规定管制的能够使人形成瘾癖的包含麻醉药品、镇定药物和精神活性物质等毒物。毒品通过作用于中枢神经系统, 让吸食者产生强烈的快感, 具有严重的致幻性和成瘾性。在《吸毒成瘾认定办法》2017修订版中, 成瘾认定须经血液、尿液和唾液等人体生物样本检测证明其体内含有毒品成分, 同时把毛发中检测出毒品成分作为认定标准之一。这说明血液、尿液、毛发等生物检材中毒品的分析, 在吸毒成瘾认定中发挥着重要的作用。本文参考SF/Z JD0107005-2016《血液、尿液中238种毒(药)物的检测 液相色谱-串联质谱法》, 使用液相色谱质谱联用仪进行尿液中多种毒品及药物分析, 通过检出限、精密度和准确度等指标评估仪器性能, 证明LC-TQ 5100满足尿液中毒品毒物检测的需要。

1 材料和方法

1.1 试剂和材料

超纯水: 屈臣氏纯净水

乙腈 (CH_3CN): 色谱级

甲醇(CH_3OH): 色谱级

甲酸: 色谱级

乙醚: 分析纯

乙酸铵: 色谱级

pH 9.18 硼砂缓冲液

单一标准物质溶液（甲醇）：c(1.0 mg/L)，苯丙胺、甲胺磷、甲基苯丙胺、甲卡西酮、MDA、异丙威、MDMA、甲萘威、MDEA、氧乐果、克百威、敌敌畏、去甲氯胺酮、乐果、氯胺酮、曲马多、乙草胺、倍硫磷、吗啡、苯甲酰爱康宁、对硫磷、辛硫磷、可待因、杀扑磷、可卡因、二嗪农、美沙酮、大麻酚、氟硝西洋、大麻二酚、四氢大麻酚、氯硝西洋、O⁶-单乙酰吗啡、马拉硫磷、三唑仑、毒死蜱、海洛因，共 37 种。

单一内标标准品溶液（甲醇）：c(100.0μg/mL)，地西洋-d₅ 和 SKF_{525A}（双苯戊二氨酯）对照品。

1.2 试剂配制

1μg/mL 混合标准物质工作溶液：分别移取 1mg/mL 苯丙胺等 37 种单一标准物质储备溶液，用甲醇配制成浓度为 1μg/mL 的混合标准物质工作溶液，密封，0~4°C 保存。

1μg/mL 混合内标工作溶液：分别移取 100μg/mL 的地西洋-d₅ 和 SKF_{525A} 内标标准溶液，用甲醇配制成浓度为 1μg/mL 的混合内标溶液，密封，0~4°C 保存。

1.3 样品前处理

取尿液 1 mL，加入 10 μL 地西洋-d₅ 和 SKF_{525A} 内标溶液(1 μg/mL)，加入 2 mL pH 9.18 硼砂缓冲液后用 3.5 mL 乙醚提取，混旋，离心。上清液于 60°C 水浴中挥干，残余物中加入 200 μL 流动相复溶，取 10 μL 进 LC-MS/MS 分析。

1.4 仪器和设备

液相色谱质谱联用仪：禾信 LC-TQ 5100；注射泵：TYD01（Lead Fluid）；涡旋振荡仪 XH-B（江苏天翎）；超声波清洗器：JP-010T（深圳洁盟）；移液器：Eppendorf（艾本德）；分析天平：d=0.1 mg（sartorius）；氮吹仪：N1-50（屹尧科技）。

表1. 仪器方法参数

| 模块 | 参数 | 值 |
|-----|-------|------------------------------------|
| 色 谱 | 色谱柱 | Titank C18 柱 (2.1 mm×100 mm, 3 μm) |
| | 柱温 | 40°C |
| | 流动相 | A 相: 20 mmol/L 乙酸铵和 0.1%甲酸水溶液; B |
| | 流速 | 0.2 mL/min |
| | 进样量 | 10 μL |
| | 洗脱 | 等度洗脱, A:B=30:70 |
| 质 谱 | 采集时间 | 30 min |
| | 离子源 | ESI+ |
| | 检测模式 | 多反应监测 (MRM) |
| | 检测器电压 | 2350 V |

| | |
|------------|--------|
| 碰撞气 (CAD) | 15 psi |
| 气帘气 (CUR) | 10 psi |
| 喷雾气 (GS1) | 40 psi |
| 加热气 (GS2) | 30 psi |
| 喷雾电压 (IS) | 5500 V |
| 加热温度 (TEM) | 450 °C |

2 结果与讨论

2.1 标准谱图和物质信息

37种目标化合物和内标总离子流图见图1。目标化合物的加标浓度为40 $\mu\text{g/L}$ ，内标加标浓度为10 $\mu\text{g/L}$ 。实际样品总离子流图见图2，37种目标物和内标的MRM色谱图见图3。37种目标化合物和内标的定性、定量离子对以及具体质谱参数见表2。

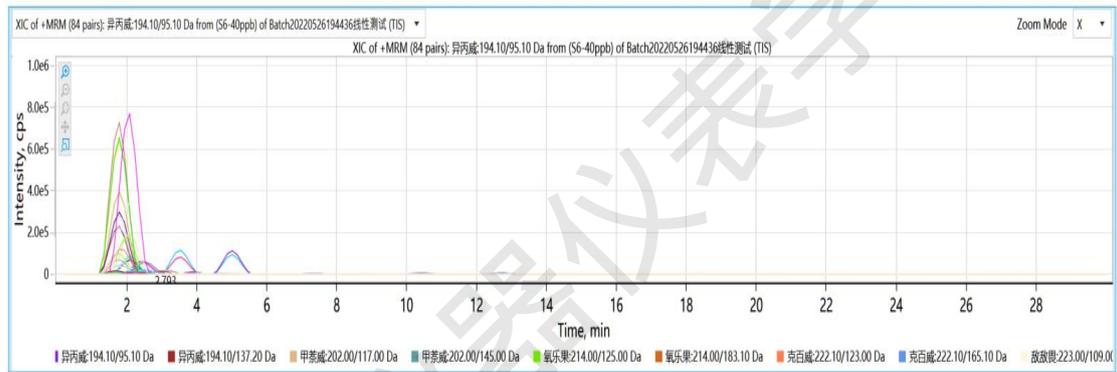


图1 37种目标化合物 (40 $\mu\text{g/L}$) 和内标 (10 $\mu\text{g/L}$) 总离子流图

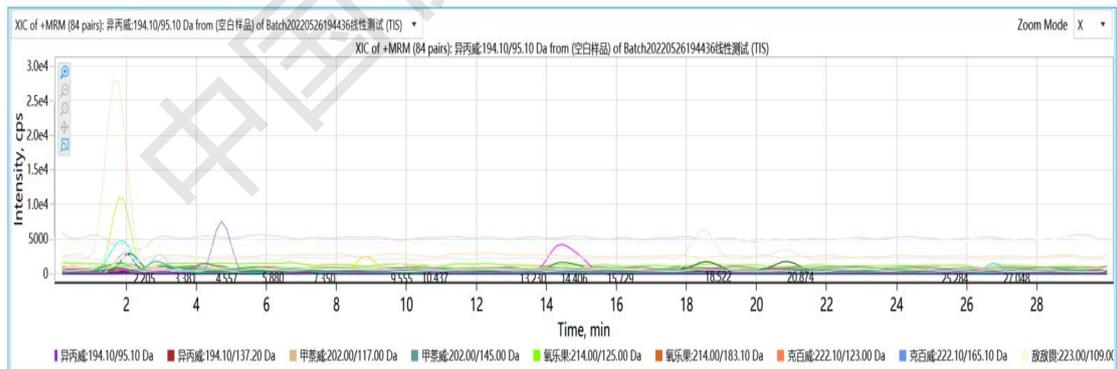


图2 实际样品总离子流图

