

污水中若干种毒品及其代谢物的检测

摘要

本方案参考《污水中 13 种毒品及其代谢物的固相萃取方法研究》，使用莱伯泰科 SPE1000 全自动固相萃取系统进行污水中的毒品及其代谢物的萃取处理，经 M64 高通量平行浓缩仪浓缩后用液相色谱 - 串联质谱检测，从而测定污水中毒品及其代谢物的含量，该方法能够快速、稳定地达到实验的要求。

该方案可以实现自动化、高通量的萃取和浓缩，有效避免和减少有机试剂对分析人员造成的健康危害，减少人员用量、减少人为误差，提高实验效率。检测结果证明使用莱伯泰科的全自动固相萃取萃取，高通量平行浓缩仪浓缩，方法准确性好、精密度高、可以实现高通量自动化的检测。

关键词：

污水；毒品及其代谢物；固相萃取；浓缩

1. 仪器设备

MiniLab 3000 全自动液体处理平台，莱伯泰科

SPE 1000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科

M64 高通量平行浓缩仪，莱伯泰科

AB 4500 液相色谱质谱



2. 标准溶液配制

使用 MiniLab3000 全自动液体处理平台取与检材样品等量的自来水，添加混合标准工作溶液，使其中目标物的浓度为 1ng/L、5ng/L、10ng/L、50ng/L、100ng/L、500ng/L，配制标准曲线系列，与检材样品平行操作，供仪器检测。

3. 样品前处理

将污水检材样品解冻并充分摇匀，加入浓盐酸调节 pH 值至小于 2，使用溶剂过滤器和玻璃纤维滤膜过滤，取滤液待分析用。在固相萃取之前，取 50mL 已过滤样品加入 100 μ L 内标混合溶液（25ng/mL）。

按照表 1 所示的方法进行样品的固相萃取净化步骤，收集洗脱液待浓缩。

将固相萃取的收集瓶置于 M64 高通量平行浓缩仪中浓缩，按照水浴温度 50 $^{\circ}$ C、氮气压力 1psi 的条件浓缩至近干，加入 0.1% 甲酸水溶液 250 μ L 复溶，混匀后用微孔滤膜过滤，装于 200 μ L 内衬管中，供仪器检测。

表 1 固相萃取方法（MCX 柱，保留目标物模式）

序号	步骤	溶剂	体积 /mL	流速 (mL/min)	干燥时间 /s
1	洗针	/	/	/	/
2	活化	甲醇	4	2	0
3	活化	酸化水	4	2	0
4	上样	/	55	2	0
5	洗针	/	/	/	/
6	清洗样品瓶	酸化水	4	/	/
7	洗针	/	/	/	/
8	淋洗	水	4	2	0
9	淋洗	甲醇	4	2	300
10	淋洗	5% 氨水甲醇	5	2	30

4. 仪器条件

色谱柱：Shim-pack Velox C18 (2.7 μ m, 2.1*100mm) ；

检测方式：多反应监测（MRM）。

5. 结论

5.1 色谱图

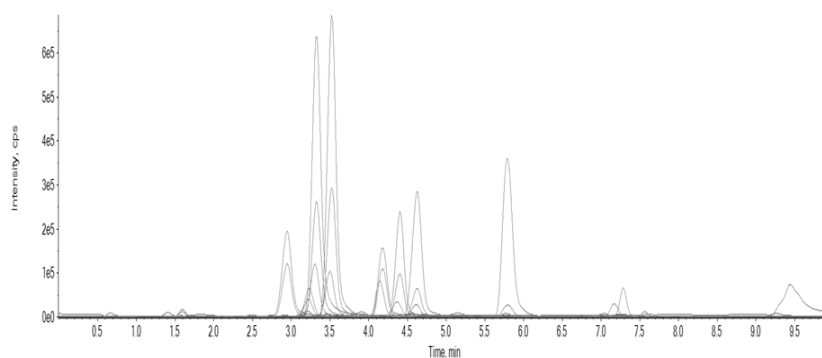


图 3 空白样品色谱图

5.2 标准曲线

由上图知用 MiniLab 3000 配置的标准曲线，曲线方程及线性相关系数良好。

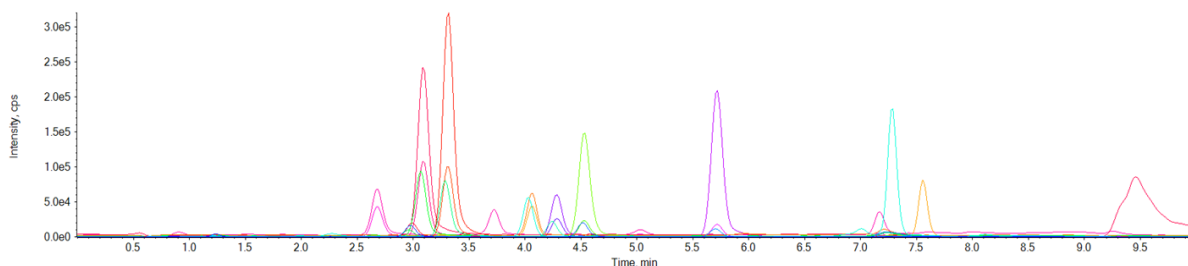


图2 样品加标色谱图

5.3 准确性、精密度

通过莱伯泰科全自动固相萃取系统 SPE1000 提取、M64 高通量平行浓缩仪浓缩进行污水中毒品及其代谢物的前处理，经 LC-MS/MS 分析，样品的加标回收率在 84.5~119.1%，RSD 在 1.6 ~ 9.6%。

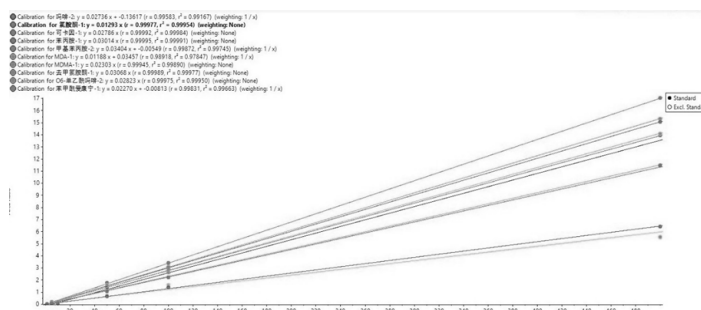


图3 空白样品色谱图

6. 方案特点

莱伯泰科 SPE 1000 全自动固相萃取系统可实现最多八个样品同时上样，收集架可直接放入 M64 高通量平行浓缩仪中进行氮吹浓缩操作，中间无需样品转移可提高实验效率及减少目标物损失，两款仪器使用方法简便、操作灵活，减少了目标物损失，同时减少了实验的系统误差，适用于污水中若干种毒品及其代谢物的检测分析。

谢刘阳, 谢明仁. 污水中 13 种毒品及其代谢物的固相萃取方法研究 [J]. 广东公安科技, 2021, 29(4): 31-34.

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址: 北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号

表4 土臭素和2-甲基异莰醇加标回收率结果(自来水)

序号	化合物名称	加标浓度 ng/L	回收率 (%)						均值 %	RSD %
			1	2	3	4	5	6		
1	2-甲基异莰醇	5	78.8	72.2	73.0	73.4	78.4	66.8	73.8	6.0
		10	76.2	72.4	71.2	72.2	71.1	70.7	72.3	2.8
		20	103.5	95.8	94.5	95.9	100.1	97.6	97.9	3.4
2	土臭素	5	97.2	87.0	92.8	91.8	94.4	85.6	91.5	4.8
		10	79.0	90.4	80.9	81.3	86.4	93.2	85.2	6.7
		20	98.9	93.9	102.6	96.5	102.4	96.1	98.4	3.6

4. 结果与讨论

本方法以莱伯泰科全自动多功能样品制备进样平台 Astation 为基础, 通过固相微萃取 SPME Fiber 对水中的土臭素和 2-甲基异莰醇进行定量萃取, 经气质分析得到两种物质的线性数据和加标回收率, 线性系数分别为 0.9997 和 0.9984, 加标回收率结果为纯水中土臭素 (20ng/L) 98.3% ~ 104.6%、2-甲基异莰醇 101.0% ~ 107.6%, RSD 分别为 2.6% 和 2.5%; 自来水中土臭素 (20ng/L) 93.9% ~ 102.6%、2-甲基异莰醇 94.5% ~ 103.5%, RSD 分别为 3.6% 和 3.4%。

低浓度加标重复性测试结果为: 5ng/L 纯水中土臭素和 2-甲基异莰醇 RSD 分别为 8.9% 和 9.7%, 自来水中分别为 4.8% 和 6.0%; 10ng/L 纯水中土臭素和 2-甲基异莰醇 RSD 分别为 7.0% 和 6.8%, 自来水中分别为 6.7% 和 2.8%; 本实验针对 5ng/L 标准混合水溶液进行多次重复测定 (n=7), 计算得到本方法中 2-甲基异莰醇和土臭素的检出限分别为 1.40ng/L 和 1.32ng/L。

5. 方案特点

本实验中采用的固相微萃取方法简便、快速, 可以实现水中有土臭素和 2-甲基异莰醇的萃取及在线分析的全自动操作, 适用于水中痕量臭味物质的检测分析。

参考文献: GB/T 32470-2016 生活饮用水臭味物质 土臭素和 2-甲基异莰醇检验方法

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
 地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
 邮编: 101312
 电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
 传真: 010-80486354
 www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号