

QUANTIFICATION OF PRECURSORS OF METAMPHETAMINE AND 4,3-DIMETHYLENOXYMETAMPHETAMINE IN WASTEWATER BY GC-MS/MS**Dang Thi Ngoc Lan, Bui Le Van, Vu Ngan Binh, Tran Nguyen Ha ****Hanoi University of Pharmacy*

ARTICLE INFO	ABSTRACT
Received: 05/9/2024 Revised: 21/01/2025 Published: 22/01/2025	In synthetic narcotics, amphetamine type stimulants (ATS) are the most commonly produced and used group. The analysis of precursors in wastewater of manufacturing narcotics is the basis for indicating the possibility of illegal drug production facilities. This scientific tool will contribute to the area investigation quickly, accurately and effectively. In this study, the GC-MS/MS method was used to simultaneously quantify 7 precursors of metamphetamine and 4,3-dimethylenoxymetamphetamine. The analytical conditions: column HP5-MS 30 m, heli carrier gas with flow rate 1.2 ml/min, temperature gradient program; sample injection volume 1 µl, vaporization chamber temperature 260°C. Mass spectral conditions: power temperature 230°C, Filament current 35 µA; Quad 1 temperature: 150°C, Quad 2 temperature: 150°C, and MRM. The method was validated according to AOAC 2016 guidelines: system suitability (RSD < 1.6%), specificity, linearity (R>0.994), LOD (5 - 50 ppb) and LOQ (15 - 100 ppb), repeatability (RSD < 11%) and recovery (80.16% - 105.33%) all satisfactory.
KEYWORDS Amphetamine MET MDMA GC-MS/MS Wastewater	

XÂY DỰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỊNH LƯỢNG MỘT SỐ TIỀN CHẤT NHÓM METAMPHETAMIN VÀ 4,3-DIMETHYLENOXYMETAMPHETAMIN TRONG NƯỚC THẢI BẰNG GC-MS/MS**Đặng Thị Ngọc Lan, Bùi Lê Vân, Vũ Ngân Bình, Trần Nguyên Hà ****Trường Đại học Dược Hà Nội*

THÔNG TIN BÀI BÁO	TÓM TẮT
Ngày nhận bài: 05/9/2024 Ngày hoàn thiện: 21/01/2025 Ngày đăng: 22/01/2025	Trong số các loại ma túy tổng hợp, kích thích thần kinh loại amphetamin (Amphetamine type stimulans - ATS) là nhóm được sản xuất và sử dụng khá phổ biến. Các hóa chất, dung môi, chất xúc tác được sử dụng trong quá trình sản xuất ma túy gọi là tiền chất. Vì vậy, sự xuất hiện đồng thời của chúng trong nước thải là một trong những căn cứ cho thấy khả năng tồn tại các cơ sở sản xuất trái phép ma túy gần những khu vực đó. Căn cứ đặc điểm môi trường, đối tượng xác định, nhóm nghiên cứu đã sử dụng phương pháp phân tích GC/MS-MS để định tính, định lượng chính xác một số tiền chất, góp phần phục vụ công tác điều tra khoanh vùng được nhanh chóng và hiệu quả. Trong nghiên cứu này, phương pháp GC-MS/MS được sử dụng để định lượng đồng thời 7 tiền chất của metamphetamin và 4,3-dimethylenoxymetamphetamin với các điều kiện phân tích: cột HP5-MS 30 m, khí mang He với tốc độ dòng 1,2 ml/phút, chương trình gradient nhiệt độ; thể tích tiêm mẫu 1µl, nhiệt độ buồng hoá hơi 260°C. Điều kiện khối phổ: Nhiệt độ nguồn 230°C, Dòng filament 35 µA; Nhiệt độ quad 1: 150°C, Nhiệt độ quad 2: 150°C, chế độ đo MRM. Phương pháp được thẩm định theo AOAC 2016, với các tiêu chí như độ phù hợp hệ thống (RSD < 1,6%), độ đặc hiệu, khoảng tuyến tính (R > 0,994), LOD (5 - 50 ppb) và LOQ (15 - 100 ppb), độ lặp lại (RSD < 11%) và tỉ lệ thu hồi (80,16% - 105,33 %) đều đạt yêu cầu.
TỪ KHÓA Amphetamin MET MDMA GC-MS/MS Nước thải	

DOI: <https://doi.org/10.34238/tnu-jst.11066>* Corresponding author. Email: hatn@hup.edu.vn

1. Giới thiệu

Trong báo cáo “World Drug Report 2021” của Văn phòng Liên hiệp quốc về chống Ma túy và Tội phạm (UNODC), việc sản xuất ATS mà chủ yếu sản xuất methamphetamin (MET) đã trở nên phổ biến ở mức toàn cầu. Giai đoạn 2009 - 2019, số lượng 3, 4 dimethylenedioxymetamphetamin (MDMA - thuốc lắc) và amphetamin (AM) bị thu giữ tăng gấp đôi thì tính riêng giai đoạn 2015 - 2019, MET chiếm 72% tổng số lượng ATS bị thu giữ [1]. Tại Việt Nam, thống kê cho thấy các vụ án về sản xuất, buôn bán, tàng trữ, vận chuyển và sử dụng ma túy tổng hợp ngày càng xuất hiện dày đặc. Cục Cảnh sát điều tra tội phạm về ma túy, Bộ Công an cho biết, trong 6 tháng đầu năm 2023, các lực lượng chức năng thu giữ gần 828.000 viên ma túy tổng hợp [2]. Các tiền chất và có thể cả ma túy tổng hợp cũng có thể xuất hiện trong nước thải từ các phòng điều chế bí mật, cơ sở sản xuất bất hợp pháp. Do đó nếu xác định được thành phần này trong nước thải sẽ là một trong các căn cứ khoa học để phát hiện sớm, nhằm ngăn chặn các chất này đưa vào tiêu thụ trong xã hội. Trên thế giới, nhiều phương pháp phân tích đã được ứng dụng để phân tích các chất ma túy như GC-MS [3], [4]; LC-MS [5]. Tại Việt Nam, các nghiên cứu về ma túy trong nước thải gần đây đang dần được quan tâm. Trần Thị Thanh Huế và cộng sự (2022) đã xây dựng phương pháp xác định dư lượng của methamphetamin, methylenedioxymethamphetamin, ketamin trong nước thải bằng LC-MS/MS kết hợp với SPE-HLB và ứng dụng phân tích trên 15 mẫu nước thải lấy ở sông Kim Ngưu [6]. Năm 2022, Trần Nguyên Hà và cộng sự cũng đã phân tích methamphetamin và chất độn trong nước thải bằng sắc ký lỏng khối phổ UPLC-MS/MS [7]. Các kết quả công bố đều được thẩm định theo hướng dẫn của AOAC 2016 [8]. Tuy nhiên chúng tôi chưa tìm được tài liệu nghiên cứu cụ thể nào về tiền chất ma túy MET và MDMA (4,3-dimethylenedioxymetamphetamin) trong nước thải được công bố tại Việt Nam.

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Đối tượng nghiên cứu

- Đối tượng nghiên cứu: Tiền chất trong nước thải của quá trình sản xuất MET và MDMA
- + Tiền chất của MET: benzyl cyanid (BCA), ethyl phenyl acetat (EPA), methyl phenylacetat (MPA), 2-bromo propiophenon (BPP), propiophenon (PPP).
- + Tiền chất của MDMA: safrol (SAF), piperonyl methyl keton (PKM) trong nước thải.
- Đối tượng phân tích:
- + Mẫu nền: Mẫu nước thải đã kiểm tra không có các chất phân tích.
- + Mẫu thêm chuẩn: Các chuẩn tiền chất được thêm ở nồng độ đích vào mẫu nền.
- + Mẫu thực: Một số mẫu nước thải từ các công ty sản xuất thu thập được ở một số khu công nghiệp trên địa bàn thành phố Hà Nội.

2.2. Hoá chất, chất chuẩn, thiết bị

- Hệ thống sắc ký khí khối phổ Agilent GC-MS/MS 7890A MS Triple Quad 7000B Agilent (Mỹ) tại Trung tâm giám định ma túy Viện khoa học hình sự - Bộ Công an.
- Cột mao quản HP5-MS 30 m, id 0,25 mm x 0,25 μ m (Agilent).
- Methanol, acid hydroclorid (Tây Ban Nha), Chloroform, n-hexan (Merck).
- Các chất chuẩn: BPP, EPA, MPA, PMK, PPP, SAF (USA); BCA (UK) hàm lượng từ 95% đến 99,5%.

2.3. Phương pháp nghiên cứu

2.3.1. Pha dung dịch chuẩn tiền chất trung gian, chuẩn làm việc

- Dung dịch chuẩn hỗn hợp trung gian: Lấy chính xác 10 μ l dung dịch chuẩn gốc của mỗi tiền chất (BCA, EPA, MPA, BPP) và 50 μ l dung dịch chuẩn gốc của mỗi tiền chất (PPP, SAF, PMK) vào bình định mức 10 ml và bổ sung methanol đến vạch được dung dịch chuẩn hỗn hợp khoảng 10 ppm. Dung dịch được bảo quản ở 2 - 4°C.

- Dãy dung dịch chuẩn hỗn hợp làm việc: Pha loãng từ dung dịch chuẩn hỗn hợp trung gian bằng dung môi methanol đến nồng độ khoảng 50, 100, 200, 500, 1000, 2000, 4000, 5000 ppb. Các dung dịch này chỉ pha khi sử dụng.

2.3.2. Phương pháp phân tích

- Tối ưu hóa điều kiện khối phổ: Tiến hành lựa chọn nguồn ion hóa, thế ion hóa, ion mẹ, điều kiện phân mảnh và lựa chọn ion con để định tính, định lượng.

- Phương pháp xử lý mẫu: Lấy mẫu nước thải theo các tiêu chuẩn Việt Nam (TCVN) về lấy mẫu, bảo quản mẫu: được acid hóa bằng dung dịch HCl tới pH 2-3, ly tâm 5000 vòng/phút trong 5 phút để lắng tạp thô, thu lại phần dịch trong phía trên, lọc qua giấy lọc cellulose. Tiếp tục khảo sát chiết lỏng - lỏng và chiết pha rắn.

- Thẩm định phương pháp phân tích: Theo hướng dẫn của AOAC 2016 [8] và EC 2002 [9] với các chỉ tiêu độ phù hợp hệ thống, độ đặc hiệu, giới hạn phát hiện, giới hạn định lượng, khoảng tuyến tính, độ đúng, độ lặp lại, tỷ lệ thu hồi của quy trình xử lý mẫu.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Khảo sát điều kiện khối phổ GC-MS/MS phân tích tiền chất

- Lựa chọn mảnh mẹ sử dụng chế độ Scan: Thế được giữ cố định ở 70 eV. Lựa chọn mảnh mẹ là mảnh có cường độ lớn trong phổ MS cho các khảo sát tiếp theo.

- Lựa chọn mảnh con sử dụng chế độ Product ion: Thay đổi thế va chạm (collision energy - CE) trong khoảng 20-30 eV để phân mảnh ion mẹ thành các ion con. Ion con có cường độ lớn nhất được chọn làm ion định lượng, ion con có cường độ lớn và ổn định được lựa chọn làm ion định tính.

- Lựa chọn chế độ MRM: Thế phân mảnh (CE) cho từng chất được lựa chọn sao cho tín hiệu của mảnh ion định lượng của chất đó có cường độ lớn và ổn định nhất. Kết quả cụ thể của từng tiền chất được trình bày ở bảng 1.

Bảng 1. Điều kiện khối phổ phân tích 7 tiền chất

TT	Tên chất	Mảnh mẹ	Mảnh con định lượng (m/z)	CE (eV)	Mảnh con định tính (m/z)	CE (eV)
1	BCA	117	90	20	89	20
2	BPP	105	77	20	51	20
3	EPA	91	65	20	41	20
4	MDMA	77	51	25	50	25
5	PMK	135	77	30	51	30
6	PPP	105	77	20	51	20
7	SAF	131	103	20	77	20

Như vậy, khi thiết lập điều kiện khối phổ thế va chạm 20 eV, thế phân mảnh phù hợp, sử dụng chế độ MRM, các mảnh ion con định tính và định lượng cho 7 chất cần phân tích đã đặc trưng, khác biệt và phát huy được ưu điểm của khối phổ 2 lần.

3.2. Khảo sát điều kiện sắc ký GC-MS/MS phân tích tiền chất

- Các điều kiện sắc ký được khảo sát bằng cách thay đổi chương trình nhiệt độ, tốc độ dòng khí mang trong khi cố định cột, chế độ tiêm mẫu dựa trên các tham khảo về các điều kiện sắc ký khí thường áp dụng.

Chương trình nhiệt độ đã được khảo sát và lựa chọn theo bảng 2.

Bảng 2. Chương trình nhiệt độ GC phân tích tiền chất

Thời gian (phút)	0	1	12,2	13,2	16,5	17,5
Nhiệt độ (°C)	90	90	180	180	280	280

Các kết quả trong bảng 2 cho thấy thời gian rửa giải khoảng 20 phút, chương trình nhiệt độ gradient từ 90°C lên 280°C đảm bảo tách được 7 tiền chất với các pic cân đối, phân giải tốt. Từ đó đã xác định điều kiện sắc ký cụ thể như sau:

- + Cột HP5-MS 30 m, id 0,25 mm x 0,25 μ m (Agilent)
- + Pha động khí mang: He; Tốc độ dòng 1,2 ml/phút
- + Điều kiện tiêm mẫu: Thể tích tiêm: 1 μ l, chế độ tiêm mẫu chia dòng (split), tỷ lệ 9:1; nhiệt độ buồng hoá hơi 260°C
- + Điều kiện khối phổ: Nhiệt độ nguồn 230°C; Dòng filament 35 μ A; Nhiệt độ quad 1: 150°C; Nhiệt độ quad 2: 150°C
- + Chế độ gradient nhiệt độ như bảng 2.

3.3. Khảo sát quy trình xử lý mẫu

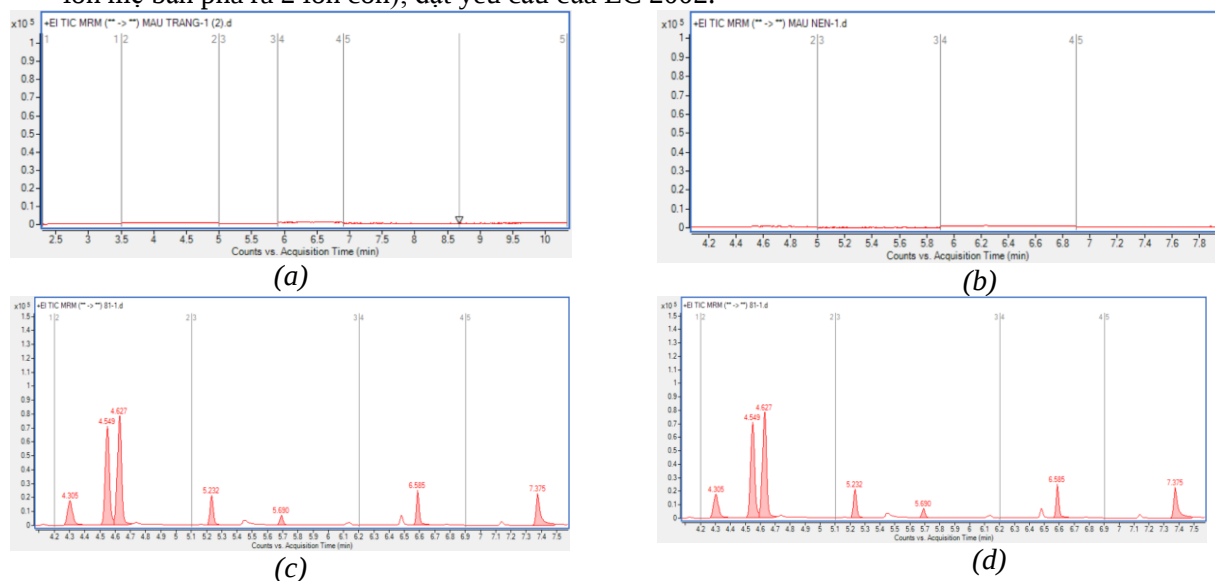
Qua khảo sát, chiết lỏng - lỏng cho kết quả ổn định hơn chiết pha rắn (chiết pha rắn cho tín hiệu của BPP thấp). Mặt khác, quy trình tiến hành nhanh, đơn giản, tiết kiệm, độ nhạy và độ tin cậy cao, ổn định. Do đó, nhóm tác giả lựa chọn quy trình xử lý mẫu bằng chiết lỏng lỏng chung cho nhóm tiền chất như sau:

Lấy 5 ml nước thải, thêm NH₄OH đặc để được dung dịch có pH khoảng 8. Thêm 5 ml chloroform cho vào 5 ml dung dịch nước thải đã chuẩn bị ở trên. Tiến hành chiết 2 lần, mỗi lần 5 ml chloroform, gộp dịch chiết chloroform vào bình định mức 10 ml, bổ sung dung môi đến vạch. Hút 2,00 ml dịch chiết chloroform vào ống nghiệm sạch, cô dưới luồng khí nitơ ở nhiệt độ phòng đến khô. Hòa tan cân bằng 0,5 ml methanol, lắc xoáy 1 phút và tiêm sắc ký.

3.4. Thẩm định phương pháp phân tích

3.4.1. Độ đặc hiệu

Tiến hành phân tích mẫu trắng, mẫu nền nước thải không có các đối tượng phân tích, mẫu nền thêm chuẩn và các mẫu chuẩn. Hình 1 cho thấy trên sắc ký đồ của mẫu nền thêm chuẩn (d) xuất hiện các pic có thời gian lưu tương ứng với các pic trên sắc ký đồ của chuẩn hỗn hợp (c); trên sắc ký đồ của mẫu trắng (a) và mẫu nền (b) không cho pic có thời gian lưu trùng với các pic trên sắc ký đồ của chuẩn hỗn hợp. Số điểm IP (điểm nhận dạng – *identification point*) theo bảng 1 là 4 (1 ion mẹ bắn phá ra 2 ion con); đạt yêu cầu của EC 2002.



Hình 1. Sắc ký đồ của mẫu trắng (a), mẫu nền (b), mẫu chuẩn hỗn hợp (c) và mẫu nền thêm chuẩn (d)

3.4.2. Độ phù hợp hệ thống

Tiến hành sắc ký 6 lần hỗn hợp chuẩn ở nồng độ 2 ppm với điều kiện đã khảo sát. Kết quả thẩm định sự phù hợp hệ thống được thể hiện trong bảng 3. Kết quả này đều đạt theo yêu cầu của AOAC 2016: các giá trị RSD của thời gian lưu và diện tích pic của mỗi chất phân tích đều < 2%.

Bảng 3. Kết quả thẩm định độ phù hợp hệ thống

		BCA	PPP	MPA	EPA	SAF	BPP	PMK
Thời gian lưu	TB (phút)	4,31	4,54	4,62	5,25	5,69	6,58	7,38
	RSD (%)	0,22	0,26	0,25	0,44	0,01	0,07	0,04
Diện tích pic	TB	202848	905903	379020	153834	22436	106974	74354
	RSD (%)	1,39	0,56	1,04	1,13	1,42	1,58	1,57

3.4.3. Khoảng tuyến tính

Pha các mẫu chuẩn hỗn hợp có nồng độ khác nhau từ chuẩn gốc 10 ppm: BCA, PPP, MPA, EPA (50 ppb đến 5000 ppb); SAF, PMK (100 ppb đến 5000 ppb); BPP (200 ppb đến 5000 ppb); phân tích theo điều kiện sắc ký trên. Mỗi nồng độ tiêm 3 lần và xác định giá trị trung bình diện tích pic chất phân tích. Kết quả xác định mối tương quan giữa diện tích pic và nồng độ chất phân tích được trình bày ở bảng 4. Các giá trị độ lệch so với điểm chuẩn ban đầu đều không nằm ngoài khoảng giới hạn $\pm 15\%$.

Bảng 4. Kết quả thẩm định khoảng tuyến tính của các chất phân tích

	BCA	PPP	MPA	EPA
Phương trình hồi quy	$y = 107,15x - 1539,4$	$y = 481,47x - 9872$	$y = 178,94x + 4528$	$y = 86,455x - 3298,9$
R^2	0,9950	0,9963	0,9995	0,9981
Độ lệch (%)	-10,65 - 11,81	-6,60 - 13,34	-11,84 - 3,97	-6,65 - 13,64
	SAF	BPP	PMK	
Phương trình hồi quy	$y = 12,823x - 1015,9$	$y = 78,785x - 13200$	$y = 39,522x - 1655,9$	
R^2	0,9958	0,9959	0,9945	
Độ lệch (%)	-8,09 - 13,47	-13,40 - 9,33	-11,22 - 13,34	

3.4.4. Độ đúng và độ lặp lại

Độ đúng của phương pháp được đánh giá bằng tỷ lệ thu hồi chất phân tích được thêm vào mẫu nền ở 3 mức nồng độ. Ở mỗi mức nồng độ này, tiến hành sắc ký 6 lần để đánh giá độ lặp. Kết quả độ đúng và độ lặp lại của phương pháp được trình bày ở bảng 5.

Bảng 5. Kết quả thẩm định độ đúng và độ lặp lại

Chất phân tích	Lượng thêm vào (ppb)	Độ lặp lại		Độ thu hồi		Yêu cầu của AOAC về độ đúng	
		RSD (%)	TB (%)	RSD (%)	TB (%)		RSD (%)
BCA	253,75	7,42	80,20	7,36			
	1015	4,36	85,83	4,19			$\leq 11\%$
	2030	6,74	97,83	0,45			$\leq 7,3\%$
PPP	261,75	3,70	81,85	4,38			
	1047	3,06	97,00	0,61			$\leq 11\%$
	2094	7,89	94,08	0,53			$\leq 7,3\%$
MPA	266,5	2,97	80,16	3,65			
	1066	4,50	92,56	8,27	80% - 110%		$\leq 11\%$
	2132	2,90	105,12	1,26			$\leq 7,3\%$
EPA	257,5	5,05	85,27	0,73			
	1030	6,28	105,33	4,97			$\leq 11\%$
	2060	8,60	93,04	0,45			$\leq 7,3\%$
SAF	287	5,34	80,83	4,32			
	1148	6,45	85,99	0,61			$\leq 11\%$
	2296	5,01	91,68	0,92			$\leq 7,3\%$

Chất phân tích	Lượng thêm vào (ppb)	Độ lặp lại	Độ thu hồi		Yêu cầu của AOAC về độ đúng	
		RSD (%)	TB (%)	RSD (%)	TB (%)	RSD (%)
BPP	262,5	6,57	86,09	1,31		
	1050	10,31	81,84	2,18		≤ 11%
	2100	4,80	88,27	0,77		≤ 7,3%
PMK	245,75	8,64	84,67	3,91		≤ 11%
	983	3,50	80,12	0,37		
	1966	9,85	102,58	1,28		≤ 7,3%

Các kết quả từ bảng 5 cho thấy ứng với 3 mức nồng độ thấp, trung bình, cao của mỗi chất phân tích, các giá trị thu được khi thẩm định độ đúng và độ lặp lại đều đáp ứng yêu cầu của AOAC. Cụ thể các giá trị trung bình đạt từ 80,12 đến 105,33% nằm trong giới hạn AOAC (80% - 110%); các giá trị RSD ở mức nồng độ thêm vào thấp từ 0,73% - 7,36%, nồng độ trung bình từ 0,37% - 8,27% thỏa mãn yêu cầu < 11% của AOAC, mức nồng độ thêm vào cao từ 0,45% - 1,28% thấp hơn yêu cầu 7,3% (AOAC).

3.4.5. Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ)

Xác định tỷ lệ đáp ứng (S) trên nhiễu (N) đo được trên các mẫu thử, từ đó xác định nồng độ tối thiểu của chất phân tích phát hiện được hoặc định lượng được. Kết quả cụ thể của từng chất phân tích được trình bày ở bảng 6. Tuy giá trị LOD, LOQ của các chất phân tích ở ngưỡng ppb còn khá cao nhưng để phân tích mẫu nước thải từ các cơ sở sản xuất (mẫu mỗi trường) thì vẫn phù hợp do tính chất mẫu môi trường biến động khá lớn, có thể tăng cao rất nhiều lần ngay tại thời điểm xả thải.

Bảng 6. Kết quả xác định LOD và LOQ của các chất phân tích

	BCA	PPP	MPA	EPA	SAF	BPP	PMK
LOD (ppb)	15	-	5	15	50	15	50
LOQ (ppb)	50	5	15	50	100	50	100

3.4.6. Tỷ lệ thu hồi của quy trình xử lý mẫu

Tỷ lệ thu hồi của các chất phân tích được khảo sát ở 3 khoảng nồng độ khác nhau tương tự như độ đúng. Kết quả được thể hiện ở bảng 7.

Bảng 7. Kết quả tỷ lệ thu hồi của quy trình xử lý mẫu

Chất phân tích	Nồng độ (ppb)	Tỷ lệ thu hồi		Chất phân tích	Nồng độ (ppb)	Tỷ lệ thu hồi	
		TB (%)	RSD (%)			TB (%)	RSD (%)
BCA	507,5	91,24	9,45	SAF	574	87,25	7,29
	2030	88,27	5,14		2296	77,41	1,91
	4060	90,72	1,39		4529	72,81	3,14
PPP	523,5	71,63	7,20	BPP	525	83,44	7,31
	2094	84,61	3,41		2100	74,35	3,50
	4188	70,62	6,19		4200	83,15	5,69
MPA	533	84,99	6,15	PMK	491,5	86,62	9,27
	2132	97,65	4,29		1966	78,44	2,92
	4264	87,30	0,43		3932	72,77	6,49
EPA	515	84,67	5,72				
	2060	78,50	6,67				
	4120	80,92	8,47				

Kết quả thẩm định cho thấy, tỷ lệ thu hồi của 7 chất phân tích ở các khoảng nồng độ thấp, trung bình và cao lặp lại; ở mỗi mức nồng độ, giá trị RSD đều nằm trong giới hạn cho phép. Phương pháp đáp ứng yêu cầu về độ thu hồi chất phân tích theo tiêu chuẩn của AOAC 2016 ở các ngưỡng nồng độ thấp. Do thực tế, các tiền chất trong môi trường rất khó kiểm soát và bị phân tán vào môi trường nước nên nhóm nghiên cứu đã xây dựng phương pháp ở các mức nồng độ. Với khoảng làm

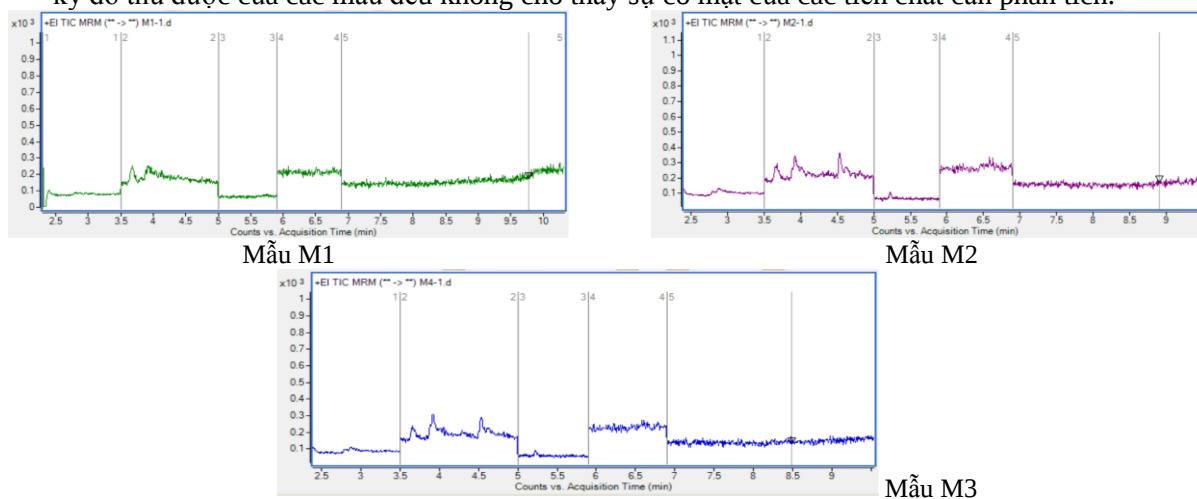
việc rộng, phương pháp này là một công cụ hỗ trợ linh hoạt cho cơ quan giám định trong hoạt động chuyên môn.

3.5. Ứng dụng phương pháp đã xây dựng để phân tích mẫu thực tế

Tiến hành lấy 1 lít mẫu tại mỗi khu vực vào ngày 20/3/2024:

- Mẫu M1: Nước thải nhà máy X₁ - cụm công nghiệp Thanh Oai - Hà Đông
- Mẫu M2: Nước thải nhà máy X₂ - khu công nghiệp Sài Đồng - Long Biên
- Mẫu M3: Nước thải nhà máy X₃ - khu công nghiệp Phú Nghĩa - Chương Mỹ

Phân tích các mẫu trên (mỗi mẫu phân tích lặp lại 3 lần) theo quy trình phân tích. Hình 2 là sắc ký đồ thu được của các mẫu đều không cho thấy sự có mặt của các tiền chất cần phân tích.



Hình 2. Sắc ký đồ phân tích các mẫu nước thải thực tế

Các mẫu nước thải thực tế từ các khu công nghiệp chính qui phân bố rải rác trên địa bàn Hà Nội đều không phát hiện có mặt đồng thời các tiền chất trên. Điều này cho thấy phương pháp đã xây dựng hoàn toàn đủ độ tin cậy và có thể áp dụng vào hoạt động chuyên môn. Trong thời gian sắp tới, khi có mẫu nước thu được từ việc triệt phá các cơ sở sản xuất, kết quả phân tích theo quy trình này sẽ là tư liệu thuyết phục hơn nữa cho phương pháp đã được xây dựng.

4. Kết luận

Nghiên cứu đã xây dựng được phương pháp định lượng 7 tiền chất bằng GC-MS/MS, hỗ trợ cho công tác điều tra truy vết các cơ sở sản xuất trái phép MET và MDMA. Phương pháp xử lý mẫu đơn giản với quy trình chiết lỏng lỏng. Điều kiện phân tích (Cột HP5-MS 30 m, khí mang He với tốc độ dòng 1,2 ml/phút, chương trình gradient nhiệt độ; thể tích tiêm mẫu 1 μ l, Nhiệt độ buồng hoá hơi 260°C); Điều kiện khối phổ (Nhiệt độ nguồn 230°C, Dòng filament 35 μ A; Nhiệt độ quad 1: 150°C, Nhiệt độ quad 2: 150°C, chế độ đo MRM) cũng đã được khảo sát và tối ưu.

Phương pháp được thẩm định theo AOAC 2016, với các tiêu chí như độ phù hợp hệ thống (RSD < 1,6%), độ chọn lọc, khoảng tuyến tính ($R > 0,994$), LOD (5 - 50 ppb) và LOQ (15 - 100 ppb), độ lặp lại (RSD < 11%) và độ đúng (Tỷ lệ thu hồi đạt 80,16 - 105,33%) đều đạt yêu cầu. Do đó, phương pháp hoàn toàn đủ độ tin cậy để được triển khai tại các đơn vị chức năng.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu này là sản phẩm của đề tài Khoa học công nghệ "Nghiên cứu, xây dựng quy trình phân tích hoá chất trong nước thải góp phần truy nguyên cơ sở sản xuất trái phép methamphetamine và MDMA", mã số CTMT.2021.C09.25.

TÀI LIỆU THAM KHẢO/ REFERENCES

- [1] UNODC, *World Drug Report 2021*, pp. 71-77, 2021.
- [2] Police Investigation Department, "Expanding large drug projects, arresting masterminds and leaders," 2023. [Online]. Available: <https://cand.com.vn/Hoat-dong-LL-CAND/mo-rong-cac-chuyen-an-ma-tuy-bat-giu-cac-doi-tuong-chu-muu-cam-dau-i697805/>. [Accessed March 2024].
- [3] R. Gallagher, R. Shimon, and A. M. McDonagh, "Synthesis and impurity profiling of MDMA prepared from commonly available starting materials," *Forensic Sci. Int.*, vol. 223, no. (1-3), pp. 306-313, 2012.
- [4] F. M. Hauser, J. W. Hulshof, *et al.*, "Characterisation of aqueous waste produced during the clandestine production of amphetamine following the Leuckart route utilising solid-phase extraction gas chromatography-mass spectrometry and capillary electrophoresis with contactless conductivity detection," *Drug Test Anal.*, vol. 10, no. 9, pp. 6-7, 2018.
- [5] A. Ciesielski, A. Veitenheimer, *et al.*, "Detection of One Pot Methamphetamine Laboratories via Wastewater Sampling," *National Institute of Justice*, pp. 183-211, 2020.
- [6] T. T. H. Tran, Q. Z. Qiuda, T. K. A. Nguyen, N. B. Vu, *et al.*, "Prevalence of illicit drug consumption in a population of Hanoi: an estimation using wastewater-based epidemiology," *Sci. Total Environ.*, vol. 815, no. 1, p. 152724, 2022.
- [7] T. T. L. Nguyen, N. H. Tran, X. T. Nguyen, *et al.*, "Analysis of methamphetamine and cutting agents in wastewater using ultraperformance liquid chromatography tandem mass spectrometry (UPLC - MS/MS)," (in Vietnamese), *Journal of Analytical Sciences*, vol. 27, no. 3/2022, pp. 66-70, 2022.
- [8] AOAC, *Guidelines for Standard Method Performance Requirements*, AOAC International, 2016.
- [9] EC, *Commission Decision of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results*, Office Journal of the European Commission, 2002.