

# GCMS 法结合岛津双步进样柱上衍生技术测定唾液中甲基苯丙胺

## GCMS-265

**摘要：**本文建立了气相色谱 – 质谱联用仪结合双步进样柱上衍生技术测定唾液中甲基苯丙胺毒品的分析方法。结果表明：在 5~500  $\mu\text{g/L}$  的浓度范围内，甲基苯丙胺线性相关系数 R 为 0.9993。50  $\mu\text{g/L}$  的甲基苯丙胺标准溶液重复进样 5 次，峰面积的相对标准偏 (RSD%) 为 4.13%，精密度良好。在 45~150 ng 的加标水平下，平均加标回收率为 68.48~76.60%。本方法操作简单、方便，可以为唾液中毒品鉴定以及毒驾检测提供一定的参考。

**关键词：**气相色谱 – 质谱联用仪 甲基苯丙胺 柱上衍生 唾液 毒驾

甲基苯丙胺 (methamphetamine, MA)，俗称冰毒，因其毒性低、起效快、作用时间持久，是目前国内外药物滥用最广泛的新型毒品之一，其滥用和危害均超过了海洛因、可卡因等传统的非法精神活性物质，已成为当今世界上危害最大的毒品之一。也是“毒驾”人员最常使用的毒品，“毒驾”是指未戒断毒瘾的患者和正在使用毒品的驾驶员驾驶机动车的行为，由于吸毒后人往往会出现幻象，驾驶能力严重削弱，因此，“毒驾”为恶性交通事故的发生埋下严重的安全隐患。交警在执法过程检查中，“毒驾”单靠肉眼难以判断，而且驾驶员不

能在路边现场检测，缉毒人员要想知道司机是否涉嫌“毒驾”，一般采取尿检、血检的方法，结果要等到数小时甚至 24 小时后才能得到，这也使得大量毒驾人员存在的侥幸心理。

因此，加强甲基苯丙胺的管制和检测具有重要的法医学意义。本实验模拟直接提取嫌疑人唾液，经过岛津 ATLUS-USIS 前处理后，结合双步进样柱上衍生技术，进行 GCMS 快速检测，该方法快速，简便，可以为交警检测毒驾时提供一定的依据。

### 实验部分

#### 1.1 仪器

气相色谱 – 质谱联用仪：GCMS-QP2020

#### 1.2 分析条件

衍生试剂：MBTFA

衍生试剂抽样体积：1  $\mu\text{L}$

进样口停留时间：4 s

空气抽样体积：2  $\mu\text{L}$

进样前抽空气体积：1  $\mu\text{L}$

色谱柱：SH-Rxi-5 Sil MS，30 m $\times$ 0.25 mm  
                   $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

进样口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

柱温程序：80 $^{\circ}\text{C}$  (1.5 min)\_5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_120 $^{\circ}\text{C}$ \_20 $^{\circ}\text{C}$  /  
                  min\_180 $^{\circ}\text{C}$  (3 min)\_25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_250 $^{\circ}\text{C}$

载气控制方式：恒线速度 (36.8 cm/sec)

进样方式：分流进样

分流比：10

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

检测器电压：调谐电压 +0.4 kV

采集方式：SIM

#### 1.3 样品前处理

采用 ATLAS-USIS 的 MainSeq 2 程序自动处理唾液样品，处理过程如下：

取 3 mL 唾液稀释液 (5 倍稀释) 放入试管中，仪器进入自动前处理阶段：加入 pH 调整试剂 1.2 mL，在加入 4 mL 乙酸乙酯震荡 120 s 萃取，抽取 3 mL 上清液加入干固剂震荡混合，3000 rpm 离心 60 s，75 $^{\circ}\text{C}$ 减压蒸发 6 min，自动前处理阶段结束后，手动取出试管后用丙酮将烘干剩余物定容到 1 mL，过 0.22  $\mu\text{m}$  有机滤膜后上 GCMS 分析。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品图谱

取甲基苯丙胺溶液 (1  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ) 上机分析, SCAN 图谱见图 1, 相关化合物信息以及 SIM 采集参数见表 1, SIM 谱图如图 2 所示。

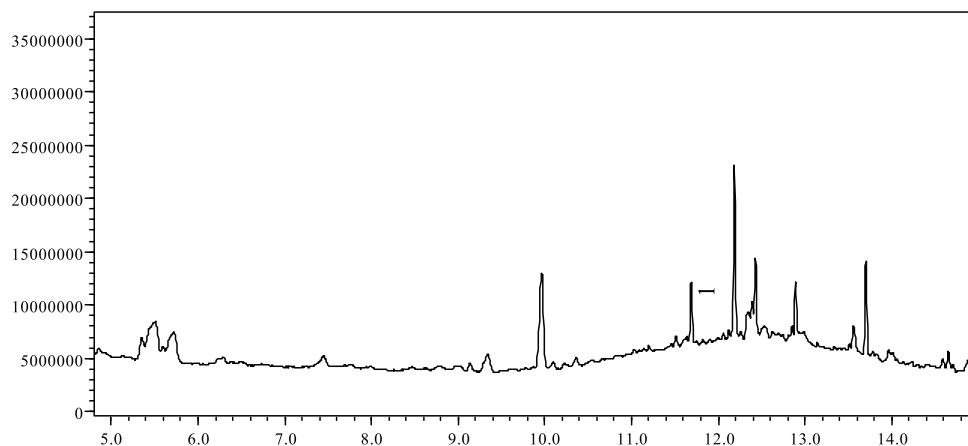


图1 甲基苯丙胺标准品(1  $\mu\text{g}/\text{ml}$ )TFA衍生物SCAN谱图

表1 甲基苯丙胺TFA衍生物物信息

No.	化合物	英文名称	保留时间(min)	定量离子	定性离子
1	甲基苯丙胺 TFA 衍生物	Methamphetamine TFA derivative	11.69	154	110, 118

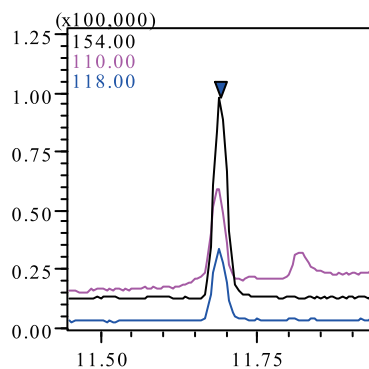


图2 甲基苯丙胺标准品(50  $\text{ng}/\text{mL}$ )TFA衍生物SIM谱图

### 2.2 标准曲线与检出限

用丙酮配置甲基苯丙胺浓度分别为 5、10、50、100 和 500  $\mu\text{g}/\text{L}$ , 以目标组分浓度为横坐标, 目标组分峰面积纵坐标, 绘制标准曲线, 线性相关系数和检出限见表 2。

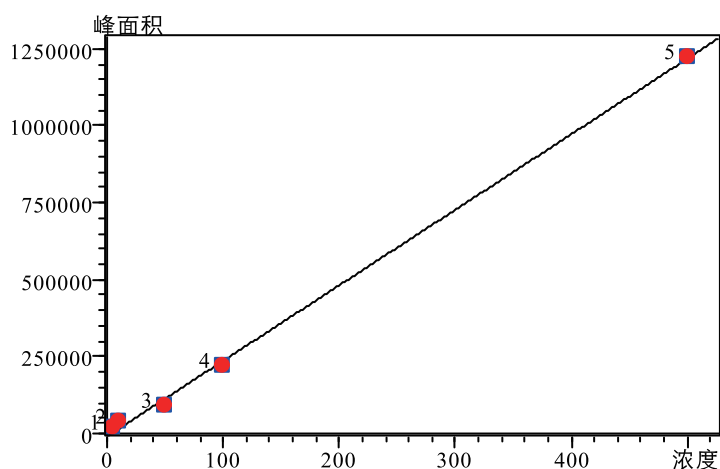


图4 甲基苯丙胺TFA衍生物标准曲线

表2 甲基苯丙胺线性相关系数和检出限

No.	化合物	曲线方程	相关系数 R	检出限 (μg/L)
1	甲基苯丙胺 TFA 衍生物	$Y = 2458.284X - 11251.11$	0.9993	0.1

### 2.3 重复性结果

对 50 μg/L 的甲基苯丙胺标准样品，重复进样 5 次，各组分峰面积及 RSD% 见表 3。

表3 重复性实验结果(n=5)

No.	化合物	峰面积					峰面积 RSD%
		1	2	3	4	5	
1	甲基苯丙胺 TFA 衍生物	138876	137850	152139	146471	141544	4.13

### 2.4 样品测试结果及回收率


取唾液稀释液 3 mL，加入一定量的甲基苯丙胺标准品，按 1.3 处理方法进行样品前处理平行处理三份，使最后定容上机浓度为 45~150 ng/mL，并另取同样体积唾液稀释液不加标，进行相同处理作为基质空白，加标回收率结果见表 4。

表4 加标回收率结果

No.	添加浓度 (ng/mL)	甲基苯丙胺 TFA 衍生物			平均回收率 (%)
		回收率 1 (%)	回收率 2 (%)	回收率 3 (%)	
1	45	77.68	66.27	61.42	68.48
2	150	78.19	89.52	62.08	76.60

## 结论

ATLAS-USIS 是岛津新一代桌面级样品萃取平台，主要用于液液萃取相关的样品处理工作，例如生物样品中的药物、毒物萃取等，经过简单设定即可快速展开自动化的样品处理工作，仪器兼顾样品制备的效率、准确度和样品制备全流程的自动化样品萃取能力。本文采用岛津公司 ATLAS-USIS 前处理装置和气相色谱质谱联用仪 (GCMS-QP2020) 结合双步进样柱上衍生技术测定唾液中的甲基苯丙胺类毒品，在 5~500 μg/L 标准曲线范围内，相关系数 R 在 0.999 以上，50 μg/L 连续进样 5 次峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 为 4.13%，在 45~150 ng 的加标水平下，平均回收率为 68.48~76.60%，此方法操作简单，方便，可以快速测定唾液中的甲基苯丙胺。

 岛津全球应用技术开发支持中心