

LC-MS/MS 法测定疑似毒品中哌嗪类新精神活性物质

LCMSMS-633

摘要: 本研究参考《GA/T 1787-2021 法庭科学疑似毒品中苄基哌嗪、1-(3-氯苯基)哌嗪、1-(3-三氟甲基苯基)哌嗪检验液相色谱和液相色谱-质谱法》，采用岛津液相色谱质谱联用仪，对疑似毒品中的哌嗪类新精神活性物质进行分析。以外标法定量，苄基哌嗪(BZP)、1-(3-氯苯基)哌嗪(mCPP)、1-(3-三氟甲基苯基)哌嗪(TFMPP)在考察范围内线性相关系数R均高于0.999，准确度在88.7-109.1%之间；对高中低三个水平的混合标准溶液连续进样8次，重复性结果(RSD%表示)：目标物保留时间和峰面积的RSD分别在0.05-0.35%和0.45-9.33%之间，仪器的重复性良好；加标回收率在77.2-105.8%之间，同时样品测试结果良好。

关键词: 哌嗪类新精神活性物质 BZP mCPP TFMPP

新精神活性物质是指不法分子为规避现有毒品管制措施，对已经纳入管制的毒品分子结构进行微小修饰或者改变后，所合成的毒品类似物或者衍生物。新精神活性物质不在联合国国际公约管制的毒品范围之内，但是具有与毒品相似的兴奋或者致幻效果。长期滥用会导致损害吸食者健康，甚至引发严重的社会问题。

新精神活性物质主要分为7大类，其中哌嗪类是其中较突出的一类，包括苄基哌嗪(BZP)、1-(3-氯苯基)哌嗪(mCPP)、1-(3-三氟甲基苯基)哌嗪(TFMPP)等，作用同MDMA相似，具有兴奋和致幻作用。主要副作用

包括瞳孔放大、视力模糊、口干、极端警觉、高血压、心悸、虚脱、体温过高等问题，更严重的毒性作用包括精神病或精神不良事件。目前哌嗪类新精神活性物质在全球范围内的制造，走私和滥用问题越来越突出，因此建立哌嗪类新精神活性物质的检测方法具有一定的社会意义。

本研究参考《GA/T 1787-2021 法庭科学疑似毒品中苄基哌嗪、1-(3-氯苯基)哌嗪、1-(3-三氟甲基苯基)哌嗪检验液相色谱和液相色谱-质谱法》，采用岛津液相色谱质谱联用仪LCMS-8045，建立疑似毒品中的哌嗪类新精神活性物质的分析方法，供相关检测人员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津液相色谱质谱联用仪LCMS-8045，具体配置为：

系统控制器：CBM-20	脱气机：DGU-20A _{5R}
输液泵：LC-30ADx2	自动进样器：SIL-30AC
柱温箱：CTO-20AC	检测器：LCMS-8045
色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.109	

1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shim-pack Velox (100 mm L.×2.1 mm I.D., 2.7 μm, (P/N:227-32021-03, 岛津(上海)实验器材有限公司)

流动相：A相 -0.1% 甲酸 -2 mM 乙酸铵缓冲液 B相 -0.1% 甲酸甲醇

流速：0.30 mL/min 柱温：40°C

进样量：2 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B相初始浓度为5%，时间程序见表1

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
0.5	泵	B.Conc	5
5	泵	B.Conc	25
12	泵	B.Conc	60
14	泵	B.Conc	95
16	泵	B.Conc	95
16.1	泵	B.Conc	5
20	控制器	Stop	

质谱条件:

离子源: ESI (+)

接口电压: 4.5 kV

雾化气流速: 3 L/min

加热模块温度: 400°C

加热气流速: 10.0 L/min

扫描模式: 多反应监测 (MRM)

接口温度: 300°C

干燥气流速: 10.0 L/min

DL 温度: 250°C

MRM 参数: 见表 2

表 2 MRM 参数

No.	名称	CAS	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
1	BZP	2759-28-6	177.20	91.10	-14.0	-10.0	-15.0
				85.20	-13.0	-16.0	-14.0
2	mCPP	13078-15-4	197.10	154.10*	-14.0	-19.0	-14.0
				119.10	-15.0	-25.0	-10.0
3	TFMPP	15532-75-9	230.90	188.20*	-17.0	-22.0	-18.0
				44.10	-17.0	-23.0	-15.0

注: * 表示定量离子对

■ 样品前处理

溶剂: 量取 950 mL 甲酸 - 乙酸铵缓冲液和 50 mL 0.1% 甲酸甲醇, 混匀即可使用。

对照品溶液: 移取 BZP、mCPP、TFMPP 标准物质储备液各适量, 用上述溶剂逐级稀释, 配制成 5、10、20、50、100、200 µg/L 的哌嗪类标准溶液。

样品制备: 称取一定量的样品于离心管中, 加入 10 mL 溶剂, 密封并振荡 10 min, 离心 5 min, 取上清液, 用溶剂稀释合适倍数后经 0.22 µm 过滤后上机分析。

■ 样结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

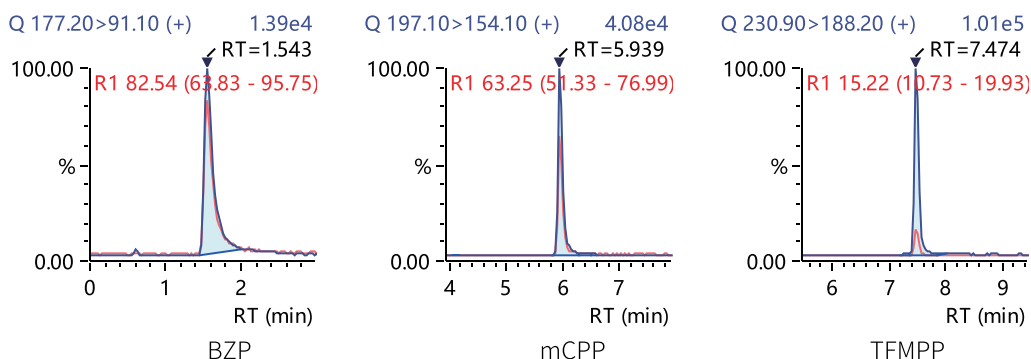


图1 哌嗪类标准品色谱图 (5 µg/L)

3.2 校准曲线

将对照品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，以 BZP、mCPP、TFMPP 的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，进行线性回归分析，在测定范围内，线性良好，相关系数均 >0.999，准确度在 88.7-109.1% 之间。线性方程、相关系数见表 3。

表 3 哌嗪类校准曲线 (1/C)

序号	化合物	线性范围 (µg/L)	校准曲线	准确度 (%)	相关系数 r
1	BZP	5-200	$Y = (22736.7)X + (15710.0)$	88.7-108.3	0.9994
2	mCPP	5-200	$Y = (38333.1)X + (54183.2)$	92.5-109.1	0.9996
3	TFMPP	5-200	$Y = (81382.5)X + (136970)$	96.6-104.9	0.9998

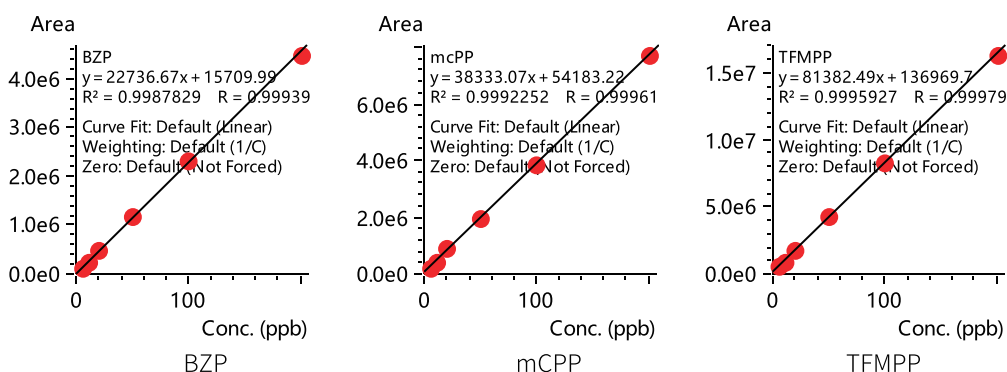


图2 哌嗪类校准曲线

3.3 精密度

按照上述分析条件，分别取 5、20、100 µg/L 对照品溶液上机重复测试 8 次，并计算各化合物保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD%)，以评价系统重复性，结果见表 4，目标物保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.05-0.35% 和 0.45-9.33% 之间。

表 4 精密度试验结果 (n=8)

序号	化合物	RSD% (5 µg/L)		RSD% (20 µg/L)		RSD% (100 µg/L)	
		保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	BZP	0.35	6.52	0.18	1.64	0.16	1.03
2	mCPP	0.11	3.32	0.06	2.97	0.08	0.45
3	TMFPP	0.09	9.33	0.05	3.88	0.06	1.69

3.4 加标回收率

取阴性样品,按照上述步骤制备样品和加标样品,加标浓度为 2.5、10、50 µg/mg,各加标样品平行处理 3 次。测试结果显示:各浓度加标回收率在 77.2-105.8% 之间,相对标准偏差在 0.22-4.76% 之间,说明本方法准确性良好。

表 5 加标回收实验结果 (n=3)

序号	名称	样品浓度 (µg/mg)	加标 (2.5 µg/mg)		加标 (10 µg/mg)		加标 (50 µg/mg)	
			回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%
1	BZP	N.D.	77.2	4.76	81.5	1.46	84.4	0.53
2	mCPP	N.D.	105.8	3.78	95.2	0.80	91.6	1.28
3	TFMPP	N.D.	75.4	2.94	87.6	0.22	93.9	0.98

注: N.D. 表示未检出。

3.5 样品测定

取三份实际样品,按照 1.2 条件进样分析,以外标法计算目标物含量,结果如表 6 所示。

表 6 样品测试结果

#	称样 (mg)	稀释 (L)	测定浓度 (µg/L)			样品含量 (µg/mg)		
			BZP	mCPP	TFMPP	BZP	mCPP	TFMPP
样品 1	10.00	0.2	22.38	N.D.	106.00	0.45	N.D.	2.12
样品 2	10.35	2.5	N.D.	81.40	N.D.	N.D.	19.66	N.D.
样品 3	36.49	100	N.D.	N.D.	113.60	N.D.	N.D.	311.3

注: N.D. 表示未检出。

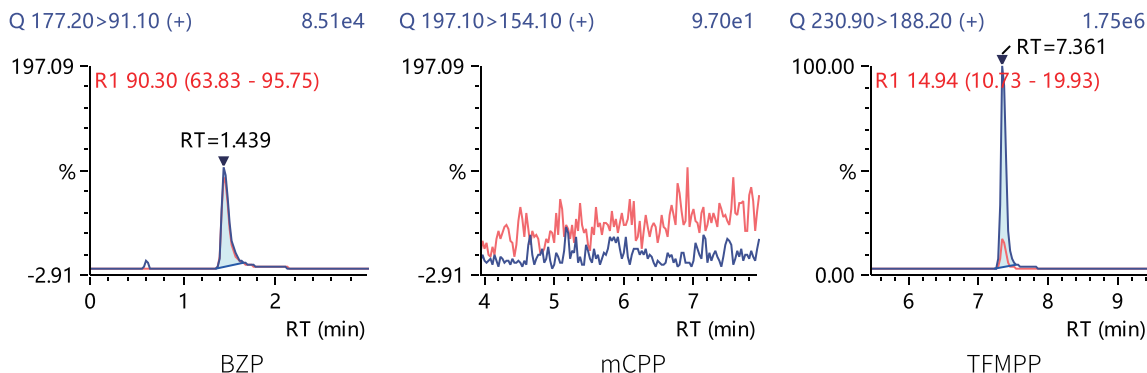


图 3 样品 1 MRM 色谱图

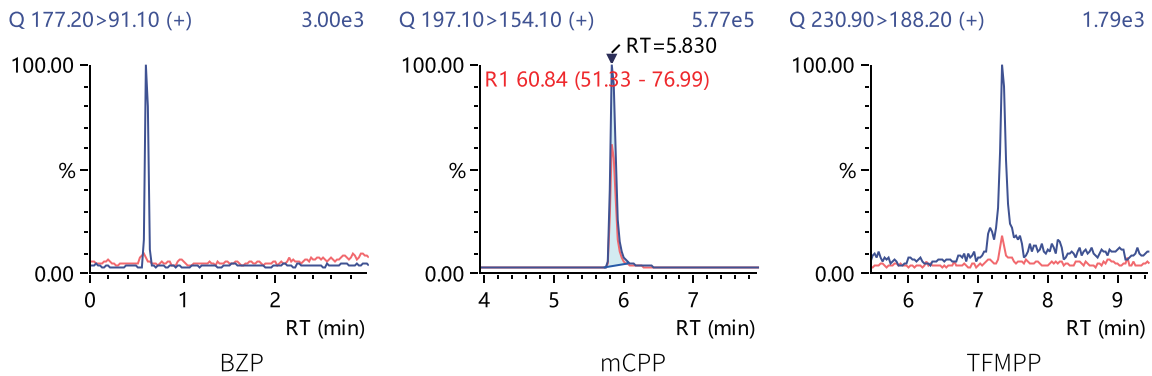


图 4 样品 2 MRM 色谱图

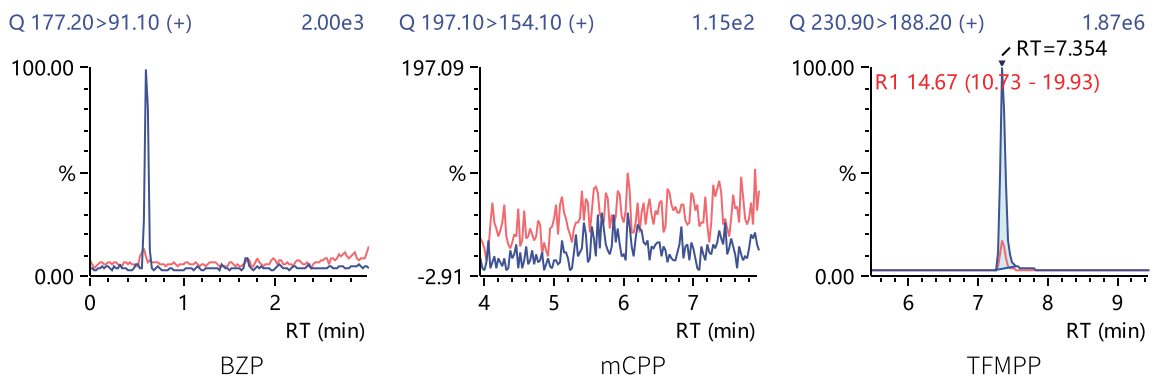


图 5 样品 3 MRM 色谱图

■ 结论

本研究参考《GA/T 1787-2021 法庭科学疑似毒品中苯基哌嗪、1-(3-氯苯基)哌嗪、1-(3-三氟甲基苯基)哌嗪检验液相色谱和液相色谱-质谱法》，采用液相色谱质谱联用仪 LCMS-8045，对疑似毒品中的哌嗪类新精神活性物质分析。实验结果表明：线性、精密度、回收率均满足测定要求，样品结果测试良好，可供相关检测人员参考。

岛津应用云

