

疑似毒品中溴西洋等苯并二氮杂萘类毒品检测

LCMSMS-646

摘要： 本文建立了一种使用岛津高效液相色谱仪和三重四极杆质谱仪联用测定可疑毒品中的 4 种苯并二氮杂萘类物质的方法，该方法参考中华人民共和国公共安全行业标准 GA/T 1647-2019《法庭科学 疑似毒品中溴西洋等五种苯并二氮杂萘类毒品检验 液相色谱和液相色谱 - 质谱法》。实验结果表明：该方法分析速度快，灵敏度高，重复性好，校准曲线线性良好，适合用作检测疑似毒品中的苯并二氮杂萘类毒品。

关键词： 疑似毒品 苯并二氮杂萘类 三重四极杆液质联用仪

根据《中华人民共和国药品管理法》和国务院《精神药品管理办法》的相关规定，溴西洋等苯并二氮杂萘类物质都被收录于精神药品管制品种目录中，滥用则涉嫌违法。

2019 年 12 月 1 日，中华人民共和国公共安全行业标准 GA/T 1647-2019《法庭科学 疑似毒品中溴西洋

等五种苯并二氮杂萘类毒品检验 液相色谱和液相色谱 - 质谱法》开始实施，该标准规定了疑似毒品中溴西洋等苯并二氮杂萘类毒品的检测方法。

本文参考该标准，利用岛津三重四极杆液质联用系统，建立了疑似毒品中相关物质的检测方法。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津 LC-20ADXR 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。具体配置为：

系统控制器：CBM-20A

脱气机：DGU-20A

输液泵：LC-20ADXR × 2

自动进样器：SIL-20AC

柱温箱：CTO-20AC

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.99

质谱仪：LCMS-8050

1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shim-pack GIST-HP C18-AQ (100 mm × 2.1 mm I.D., 3 μm)

岛津（上海）实验器材有限公司，P/N: 227-30765-03

流动相：A 相 - 水；B 相 - 甲醇

流速：0.3 mL/min

进样量：2 μL

柱温：40°C

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 50%，洗脱程序见表 1

表 1 洗脱程序

Time(min)	Module	Command	Value
5.0	Pumps	Pump B Conc.	95
5.5	Pumps	Pump B Conc.	95
5.6	Pumps	Pump B Conc.	50
8.0	Controller	Stop	

质谱条件

离子化模式：ESI⁺

雾化气：氮气 3.0 L/min

干燥气：氮气 10.0 L/min

加热气：空气 10.0 L/min

接口温度: 300°C
DL 温度: 250°C

加热模块温度: 400°C
扫描模式: 多反应监测 (MRM)

表 2 MRM 参数

序号	化合物名称	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias (V)	CE	Q3 Pre Bias (V)
1	溴西洋 (Bromazepam)	316.10	182.20*	-10.0	-34.0	-17.0
			209.20	-17.0	-27.0	-20.0
2	地西洋 (Diazepam)	285.10	193.30*	-12.0	-33.0	-18.0
			154.10	-16.0	-28.0	-27.0
3	艾司唑仑 (Estazolam)	295.00	267.30*	-12.0	-25.0	-16.0
			205.30	-12.0	-40.0	-20.0
4	三唑仑 (Triazolam)	343.00	308.30*	-14.0	-28.0	-19.0
			315.10	-14.0	-30.0	-20.0

* 定量离子对

1.3 样品前处理

称取样品约 10 mg 于具塞离心管中, 加入 10 mL 甲醇, 涡旋混合 2 min, 6000 r/min 离心 5 min, 离心后取适量上清液稀释, 0.22 μm 有机系滤膜过滤后待测。

■ 结果与讨论

2.1 灵敏度和专属性

0.1 ng/mL 标准样品和空白样品的 MRM 色谱图如图 1 所示, 空白样品无干扰, 4 种目标组分在该浓度下信噪比分别为 11, 39, 27 和 37, 以 S/N=10 对应的浓度计算定量限, 可得 4 种目标组分定量限分别为 0.09, 0.03, 0.04 和 0.03 ng/mL。

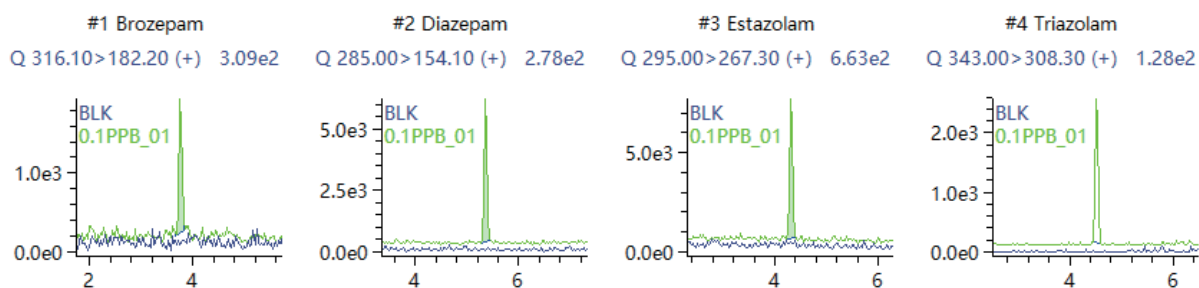


图 1 0.1 ng/mL 标准溶液和空白样品 MRM 色谱图

2.2 校准曲线

10 μg/mL 的混合标准溶液, 以甲醇逐级稀释得浓度分别为 0.1、0.2、0.5、1、5、10、20、50 ng/mL 的标准溶液, 外标法建立校准曲线如图 2 所示, 线性方程、相关系数和准确度如表 3 所示。

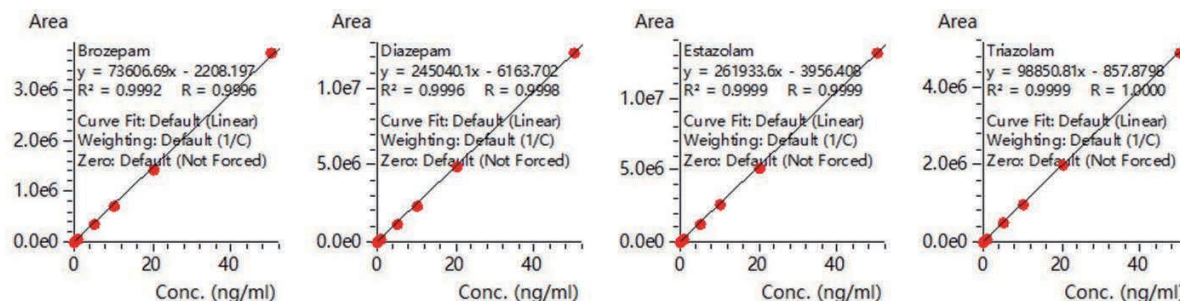


图 2 校准曲线

表 3 校准曲线信息

序号	目标物	线性范围 (ng/mL)	线性方程	相关系数 r	准确度 (%)
1	溴西洋	0.1-50	$Y = (73606.7)X - (2208.2)$	0.9996	92.4-114.7%
2	地西洋	0.1-50	$Y = (245040.1)X - (6163.7)$	0.9998	92.6-113.5%
3	艾司唑仑	0.1-50	$Y = (261933.6)X - (3956.4)$	0.9999	95.8-111.1%
4	三唑仑	0.1-50	$Y = (98850.8)X - (857.9)$	0.9999	93.8-109.9%

2.3 残留考察

ULOQ 标准样品进样后，空白样品进样分析所得色谱图如图 3 所示，各目标组分保留时间处无明显色谱峰。

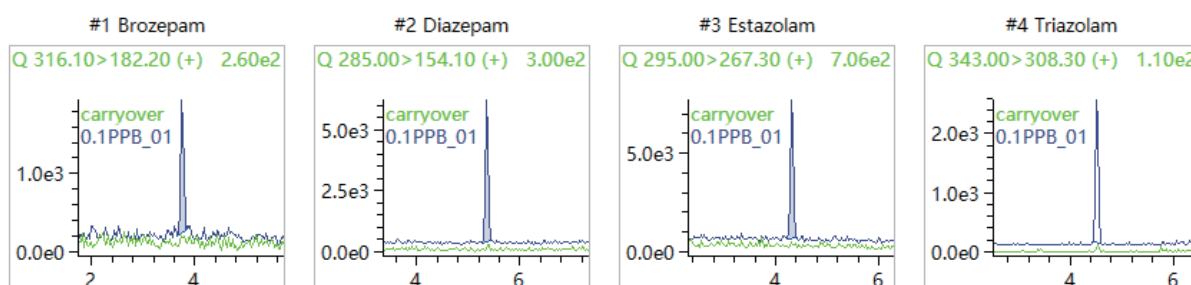


图 3 残留考察

2.4 重复性考察

对不同浓度的标准样品分别连续分析 6 次，计算保留时间和峰面积的 RSD。结果见表 4，保留时间 RSD 均不高于 0.12%，峰面积 RSD 均不高于 7.61%。

表 4 保留时间和面积 RSD

名称	浓度 (ng/mL)	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)
溴西洋	0.1	0.09	6.38
	1	0.08	3.23
	10	0.06	0.77
地西洋	0.1	0.07	5.80
	1	0.03	2.39
	10	0.05	1.73
艾司唑仑	0.1	0.12	4.46
	1	0.05	1.44
	10	0.06	1.27
三唑仑	0.1	0.10	7.61
	1	0.03	2.58
	10	0.06	0.90

■ 结论

本文建立了一种使用岛津高效液相色谱仪和三重四极杆质谱仪联用测定可疑毒品中的 4 种苯并二氮杂草类物质的方法，该方法参考中华人民共和国公共安全行业标准 GA/T 1647-2019《法庭科学 疑似毒品中溴西洋等五种苯并二氮杂草类毒品检验 液相色谱和液相色谱-质谱法》。实验结果表明：该方法分析速度快，灵敏度高，重复性好，校准曲线线性良好，适合用作检测疑似毒品中的苯并二氮杂草类毒品。

岛津应用云

