

Nexera UC 系统快速定性检测涉毒毛发中海洛因、美沙酮等 12 种常见毒品

SFE-SFC-011

摘要： 本文利用岛津 Nexera UC Online SFE-SFC+LCMS-9030 联用建立了快速定性检测涉毒毛发中海洛因、美沙酮等常见 12 种毒品方法，并通过对实际涉毒毛发样品的检测结果符合鉴定规程 SF/Z JD0107025-2018 的定性检测要求。该方法与标准方法相比，大大简化了毛发样品处理流程，实现样品前处理（SFE）和样品分析（SFC-MS/MS）在线联用。通过该实验表明，Online SFE-SFC-MS 分析方法可用于涉毒毛发样品的快速检测。

关键词： Nexera UC LCMS-9030 毛发 毒品

目前针对涉毒人员的快速排查涉及到的生物检材样本主要有尿液、唾液和毛发，毛发由于具有性质稳定、易于保存、取材方便、而且毒品在毛发中代谢较慢，检测期窗口长达半年以上，便于监督管理等优势。2018 年底，司法部发布《SF/Z JD0107025-2018 毛发中 15 种毒品及代谢物的液相色谱 - 串联质谱检验方法》，规定了毛发中 15 种毒品及代谢物的液相色谱 - 串联质谱 (LC-MS/MS) 检验方法。该标准中给出毛发样品前处理方式包括洗涤、粉碎、超声提取、吹干复溶等步骤，操作繁琐，效率低、重复性不好，同时该标准中对于一些实际毛发分析检测中常遇到的海洛因、

美沙酮等常见毒品未有给出检测方法。

本文采用 Nexera UC Online SFE-SFC 超临界流体色谱系统，通过超临界 CO₂ 作为流体进行样品萃取、组分分离，该系统具有自动化程度高、重复性好、节省溶剂和操作时间、操作界面通用性好等特点；同时结合高 LCMS-99030 分辨质谱仪质量准确度高，定性结果准确，检测灵敏度高等优势，可避免假阳性出现。基于该系统和 LCMS-9030 高分辨质谱联用建立了毛发中海洛因、美沙酮及标准中常见的 12 种常见毒品的快速定性筛查方法，为相关检测人员提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 Nexera UC+LCMS-9030 四极杆飞行质谱联用仪系统。具体配置为

系统控制器：CBM-20A

输液泵：LC-30AD

CO₂ 输液泵：LC-30ADSF

补偿泵：LC-20ADX

检测器：LCMS-9030

脱气机：DGU-20A_{5R}

自动进样器：SFE-30A

柱温箱：CTO-20AC

背压调节单元：SFC-30A×2

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.98

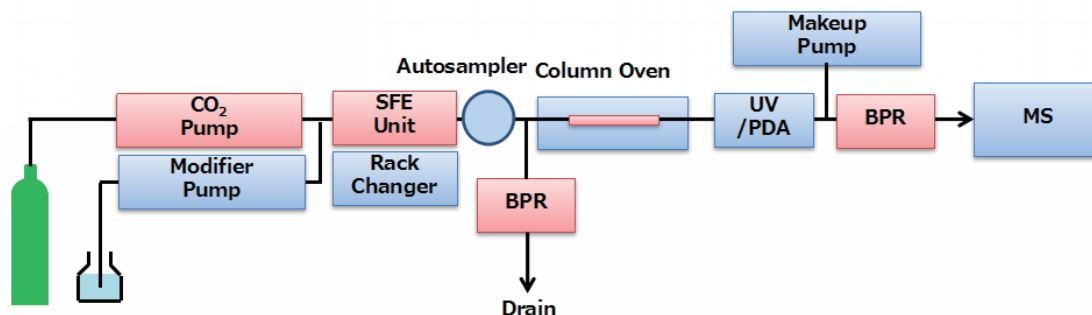


图 1 Nexera UC Online SFE-SFC+LCMS-9030 系统流路示意图



图 2 Nexera UC+LCMS9030

1.2 分析条件

SFE 萃取条件:

萃取剂: A-scCO₂; B-MeOH

萃取流速: 5 mL/min

静态萃取: 4 min

静态萃取比例: A/B=90/10(v/v)

萃取温度: 40°C

动态萃取: 3 min

动态萃取比例: A/B=90/10(v/v)

萃取背压: A-14.8 MPa; B-15.0 MPa

SFC 色谱条件:

色谱柱: Shim pack UC-X RP 4.6 mm I.D.×250 mm L., 5 μm

流动相: A-scCO₂; B-0.1% FA+5mM 乙酸胺 -MeOH

流动相流速: 3 mL/min

质谱补偿液: MeOH

背压: A-15 MPa;B-40 MPa

洗脱方式: 梯度洗脱, 10%B(8.01 min)-30%B(11 min)-40%B(12 min) -40%B(13 min)*

* 8 min 之前为 SFE 萃取过程

柱温: 40°C

补偿液流速: 0.2 mL/min

质谱条件:

离子源: ESI (+)

雾化气流速: 3 L/min

DL 温度: 250°C

接口温度: 300°C

碰撞气: 氩气

加热气流量: 15 L/min

接口电压: 4.5 kV

电晕针电压: 5.0 kV

加热模块温度: 400°C

扫描模式: MRM

干燥气流速: 5.0 L/min

1.3 目标分析物信息

表 1 样品中 TOC 测试结果

编号	中文名称	英文	前体离子	产物离子	CE(V)
1	O ⁶ - 单乙酰吗啡	O ⁶ -Acetylmorphine	328.1543	165.0703	37
			328.1543	211.0763	26

2	可待因	Codeine	300.1594	165.0698	41.0
			300.1594	199.0755	29.0
3	甲基苯丙胺	Methamphetamine	150.1277	91.0543	25.0
			150.1277	119.0855	12.0
4	MDMA	MDMA	194.1176	105.0698	23.0
			194.1176	163.0756	13.0
5	MDA	MDA	180.1019	163.0755	11.0
			180.1019	135.0444	15.0
6	氯胺酮	Ketamine	238.0993	125.0147	27.0
			238.0993	179.0619	20.0
7	去甲氯胺酮	Norketamine	224.0833	125.0153	25.0
			224.0833	207.0573	15.0
8	可卡因	Cocaine	304.1543	182.1170	20.0
			304.1543	150.0906	24.0
9	苯甲酰爱康宁	Benzoylecgonine	290.1387	168.1012	19.0
			290.1387	105.0330	29.0
10	大麻酚	Cannabinol	311.2006	223.1125	23.0
			311.2006	293.1907	17.0
11	美沙酮	Methadone	310.2165	265.1592	20.0
			310.2165	105.0335	20.0
12	海洛因	Heroin	370.1649	165.0699	38.0
			370.1649	211.0763	32.0
13	甲氧那明	Orthoxine	180.1383	149.0957	12.0
			180.1383	121.0644	10.0

1.4 样品前处理方法

样品处理：剪取毛发样品，分别用水、丙酮荡涤一次，晾干，准确称取 10 mg 放入萃取罐中（如果毛发过长，不易称量，晾干后可粗略剪碎再放入萃取罐，下同）；

空白添加对照品样品：准确称取空白样品 20 mg 放入萃取罐中，移液枪移取 10 μ L 标准溶液（甲基苯丙胺、氯胺酮浓度均为 100 ng/mL 的甲醇溶液）于罐中；

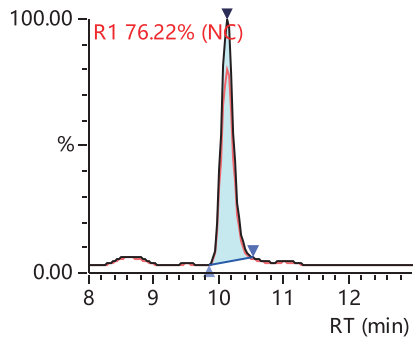
涉毒阳性毛发样品：涉毒毛发样品是吸食甲基苯丙胺人员的毛发，按前述方法清洗处理后，准确称取 10 mg 放入萃取罐中。

■ 结果与讨论

2.1 空白毛发加标样品色谱图

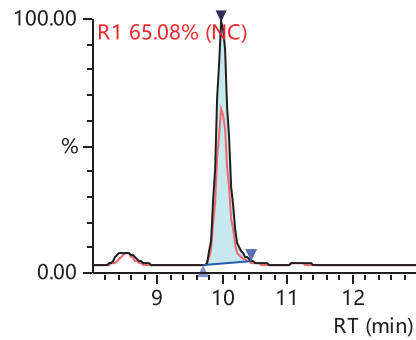
空白毛发加标样品色谱图如图 3 所示。

Q 328.1543>165.0703 (+) 5.26e4



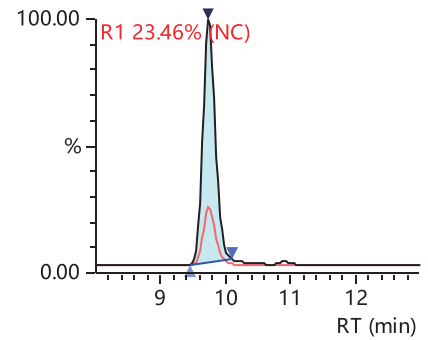
O⁶-单乙酰吗啡

Q 300.1594>165.0690 (+) 1.48e4



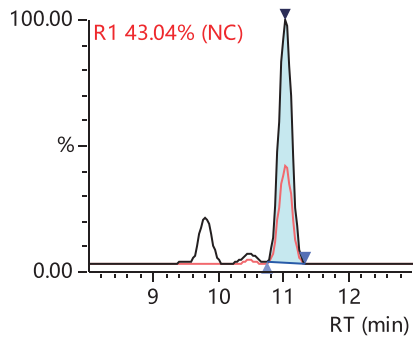
可待因

Q 150.1277>91.0543 (+) 1.68e5



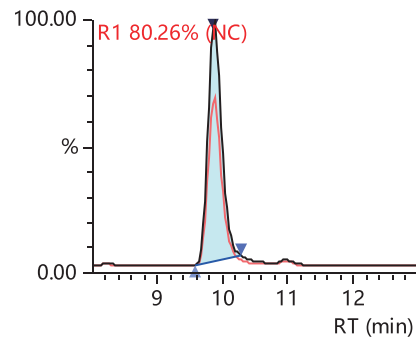
甲基苯丙胺

Q 311.2006>223.1125 (+) 5.25e3



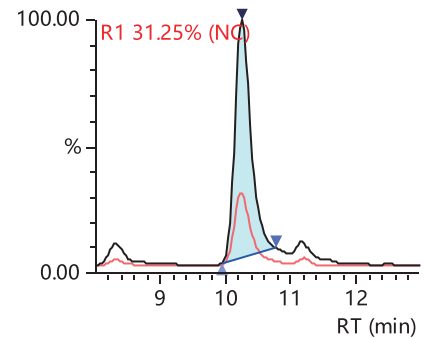
大麻酚

Q 194.1176>163.0756 (+) 9.86e4



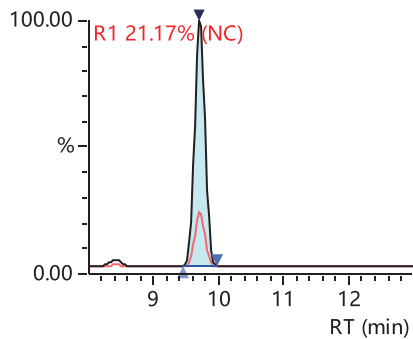
MDMA

Q 180.1019>163.0755 (+) 3.67e4



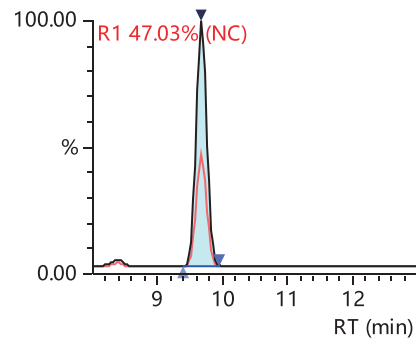
MDA

Q 238.0993>125.0147 (+) 7.93e4



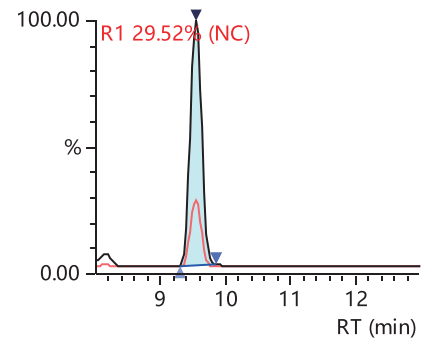
氯胺酮

Q 224.0833>125.0153 (+) 5.12e4



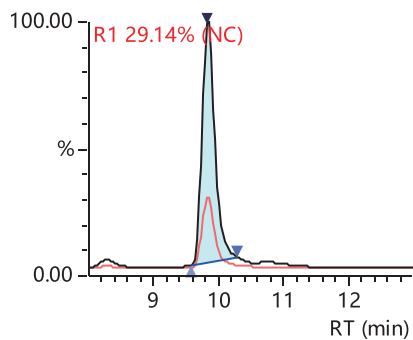
去甲氯胺酮

Q 304.1543>182.1170 (+) 3.27e5



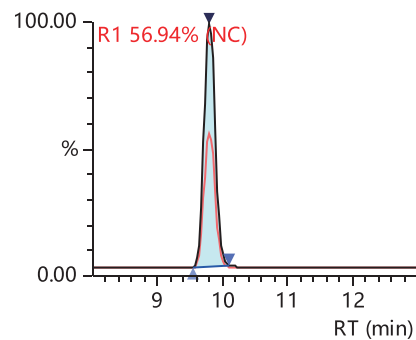
可卡因

Q 290.1387>168.1012 (+) 9.71e4



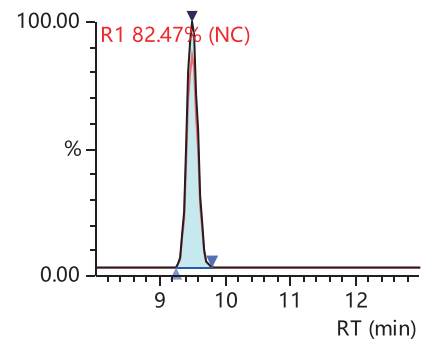
苯甲酰爱康宁

Q 310.2165>265.1592 (+) 1.17e5



美沙酮

Q 370.1649>165.0699 (+) 3.96e4



海洛因

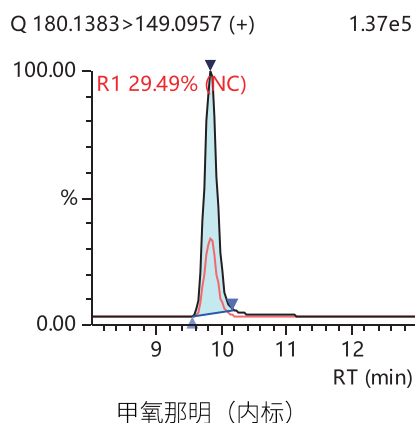


图3 空白毛发 0.05 ng/mg 加标对照品 MRM 色谱图

2.2 定性判断

按照鉴定规程 SF/Z JD0107025-2018 中“6.2.4 定性判断依据”规定：以保留时间、特征碎片离子及不同离子相对丰度比作为定性判断的依据，其中保留时间相对标准偏差不超过 2.5%，离子相对丰度比允许误差范围如表 2 所示。

表 1 样品中 TOC 测试结果

离子相对丰度 (%)	>50	>20~50	>10~20	≤ 10
允许的相对误差 (%)	±20	±25	±30	±50

以空白加标样品中 12 种毒品保留时间及允许偏差范围、特征碎片离子相对丰度比及允许误差范围，通过 Labsolutions 数据处理软件计算得到实际样品定性判断时的保留时间及离子对丰度比识别范围，进而进行综合判断。

2.3 阳性样品的检测

对某阳性样品进行了测试，图 4 是涉毒毛发的色谱图，涉毒毛发样品中检出甲基苯丙胺，同时将保留时间和空白毛发添加对照品的保留时间相对误差范围进行比对，结果如表 3 所示，符合鉴定规程 SF/Z JD0107025-2018 规定的小于 2.5% 的规定。所选择的离子相对丰度比与空白毛发添加对照品的离子相对丰度比之相对误差结果如表 4 所示，不超过鉴定规程 SF/Z JD0107025-2018 规定范围。由此断定，Nexera UC Online SFE-SFC-MS 的检测结果符合鉴定规程的要求，涉毒毛发样品中存在甲基苯丙胺。

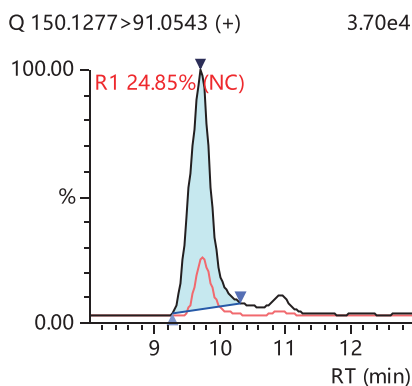


图 4 阳性样品甲基苯丙胺 MRM 色谱图

表 3 保留时间相对误差测试结果

化合物	保留时间 (min)		≤ 10
	空白添加	实际样品	
甲基苯丙胺	9.737	9.706	0.31

表 4 相对离子丰度比测试结果

化合物	离子相对丰度比 /%		实测样品允许离子丰度比范围 /%
	空白添加	实际样品	
甲基苯丙胺	23.27	24.85	17.45-29.09

■ 结论

本实验使用岛津 Nexera UC Online SFE-SFC+LCMS-9030 联用建立了海洛因、美沙酮等 12 种常见毒品的快速定性筛查方法，并通过对实际涉毒毛发样品的检测结果符合鉴定规程 SF/Z JD0107025-2018 的定性检测要求。该方法与标准方法相比，大大简化了毛发样品处理流程，实现样品前处理（SFE）和样品分析（SFC-MS/MS）在线联用。通过该实验表明，Online SFE-SFC-MS 分析方法可用于海洛因、美沙酮等 12 种涉毒毛发样品的快速检测，为司法刑侦领域提供新的思路。

岛津应用云

