

# GC 和 GCMS 法定量定性分析疑似毒品中 5 种卡西酮类毒品

GC-250

**摘要：** 本文使用 GC-2030 建立了 5 种卡西酮类毒品的定量分析方法，并使用 GCMS-QP2020 NX 建立了它们的定性分析方法。样品经甲醇振荡提取，离心后取上清液上机分析。结果表明，在 1~20 mg/L 的浓度范围内，卡西酮等 5 种组分的线性相关系数 R 均大于 0.999。取浓度为 1 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次，各目标物和内标物正十四烷的峰面积比值的相对标准偏差均小于 5%。对测试样品进行加标回收实验，各目标组分加标平均回收率在 94.5%~106.6% 之间。方法稳定可靠，可用于疑似毒品样品中 5 种卡西酮类物质的测定。

**关键词：** 气相色谱仪 气相色谱质谱联用仪 卡西酮类新型毒品

## 技术特点：

- ❖ 参考标准方法，使用甲醇提取样品中目标物，样品前处理简单。
- ❖ 以保留时间结合目标物质谱图 NIST 谱库相似度检索，定性准确。

卡西酮 (Cathinone) 是一种在恰特草 (Khat) 中发现的一元胺生物碱，分子式为  $C_9H_{11}NO$ 。卡西酮类药物是对卡西酮进行化学修饰得到的一类与卡西酮具有相似化学性质的物质，目前已发现近 140 种。虽然一些卡西酮类药物曾用于治疗抑郁和震颤麻痹等疾病，但最终都由于成瘾和滥用问题退出使用。卡西酮类属于新精神活性物质，截止目前，我国列管的卡西酮类物质已多达 18 种 (不包括恰特草)。

本文参考 GA/T 1991-2022 《法庭科学 疑似毒品中卡西酮等 5 种卡西酮类毒品检验 气相色谱和气相色谱-质谱法》，使用岛津气相色谱仪 GC-2030 建立了疑似毒品中 5 种卡西酮类物质的定量方法，并使用 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪建立了它们的定性方法。实验结果表明，该方法稳定可靠，满足标准要求，可用于疑似毒品样品中卡西酮类物质的定性定量测试。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2030

气相色谱质谱联用仪：GCMS-QP2020 NX

### 1.2 GC 分析条件

色谱柱：SH-Rtx-5 Sil MS, 30 m×0.25 mm ×0.25 μm

柱温程序：140°C (11 min)\_20°C /min\_250°C (3 min)

进样口温度：320°C

进样方式：分流进样，分流比 10:1

进样量：1 μL

载气：氦气

载气控制方式：恒线速度，27 cm/s

检测器：FID

检测器温度：320°C

空气流量：200 mL/min

氢气流量：氢气流量

尾吹气流量：24 mL/min

### 1.3 GCMS 分析条件

GC 参数和 1.2 中一致

MS 参数：

离子化方式：EI

离子源温度：230°C

色谱质谱接口温度：320°C

检测器电压：调谐电压 +0.1 kV

采集模式：SCAN, m/z: 35-300

## ■ 样品前处理

样品充分研磨混匀后，称取 100 mg 于离心管中，加入 10 mL 甲醇和 100  $\mu$ L 内标，超声振荡 10 min 后以 4000 r/min 离心 5 min，过滤后取上清液上机测试。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品谱图

5 种卡西酮类物质和正十四烷（内标）标准品色谱图和化合物信息分别见图 1 和表 1。

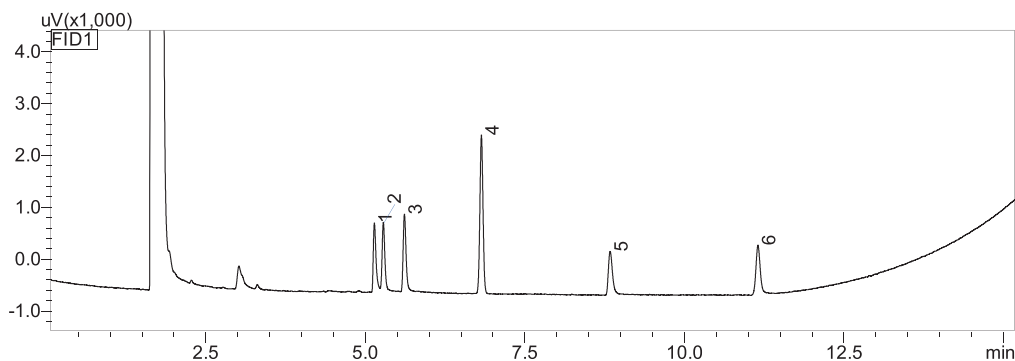


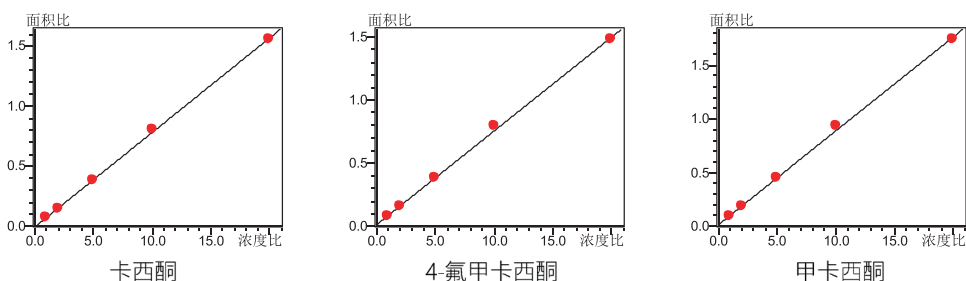
图 1 5 种卡西酮类物质和内标标准溶液色谱图（浓度：5 mg/L）

表 1 化合物信息表

峰号	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	卡西酮	Cathinone	71031-15-7	5.150
2	4- 氟甲卡西酮	4-Fluoromethcathinone	447-40-5	5.291
3	甲卡西酮	Methcathinone	5650-44-2	5.621
4	正十四烷（内标）	N-tetradecane (IS)	629-59-4	6.827
5	4- 甲基甲卡西酮	4-Methylmethcathinone	1189805-46-6	8.844
6	4- 甲基乙卡西酮	4-Methylethcathinone	1225617-18-4	11.159

### 3.2 标准曲线与检出限

用甲醇分别稀释浓度为 1、2、5、10 和 20 mg/L 的卡西酮类物质标准溶液。以目标组分和内标物浓度比值为横坐标，面积比值为纵坐标绘制标准曲线。根据 1 mg/L 标样数据，以 3 倍信噪比计算各目标组分的仪器检出限，各目标物标准曲线见图 2，标准曲线相关系数以及检出限见表 2。



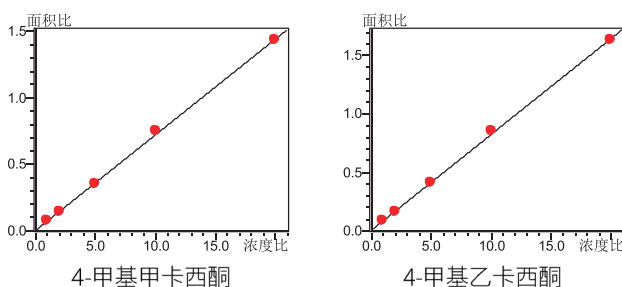


图 2 5 种卡西酮类物质标准曲线

表 2 标准曲线相关系数及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数	检出限 (mg/L)	峰面积比 RSD%
1	卡西酮	0.9997	0.16	1.10
2	4- 氟甲卡西酮	0.9993	0.17	3.83
3	甲卡西酮	0.9991	0.15	2.46
4	4- 甲基甲卡西酮	0.9997	0.27	4.45
5	4- 甲基乙卡西酮	0.9996	0.24	4.86

### 3.3 重复性

取 1 mg/L 5 种卡西酮类物质混合标准溶液 1  $\mu$ L 进气相色谱仪，连续进样 6 次，以各目标物和内标物峰面积比值 RSD 考察重复性，结果如表 2。

### 3.4 样品测试结果

取 100 mg 某可疑样品，按照步骤 2 进行处理，样品中未检出测试的 5 种卡西酮类物质，测试样品色谱图见图 3。

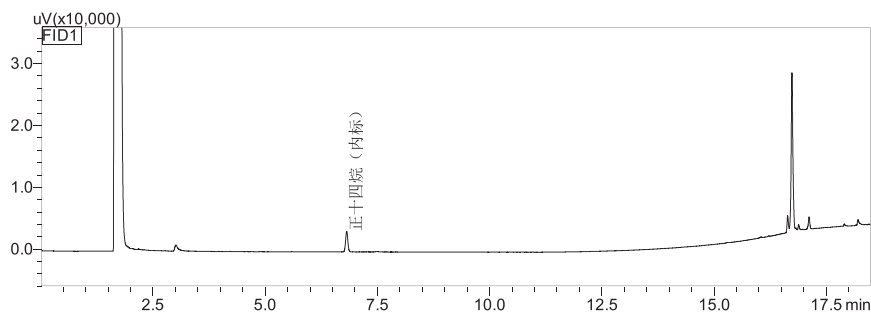


图 3 测试样品色谱图

### 3.5 回收率

取上述样品 100 mg 于试管中，加入 5 种卡西酮类物质混合标准溶液 (100 mg/L) 0.2 mL，按照样品前处理方法平行处理 3 份，按步骤 2 进行处理，样品加标量为 200 mg/kg，平行制样 3 次。回收率结果见表 3。

表 3 加标回收率结果 (mg/kg)

No.	化合物名称	加标样品测定值 (mg/kg)			平均回收率 (%)
		1	2	3	
1	卡西酮	209.6	209.9	207.5	104.5
2	4- 氟甲卡西酮	185.2	188.4	193.4	94.5
3	甲卡西酮	197.3	206.9	204.0	101.4
4	4- 甲基甲卡西酮	213.9	218.6	207.3	106.6
5	4- 甲基乙卡西酮	205.5	208.0	200.9	102.4

### 3.6 样品定性分析

取浓度 5 mg/L 的 5 种卡西酮类物质的混合标准溶液，采用 GCMS 检测，得到标准溶液谱图见图 4，各化合物保留时间和选择离子见表 4，质量色谱图见图 5。

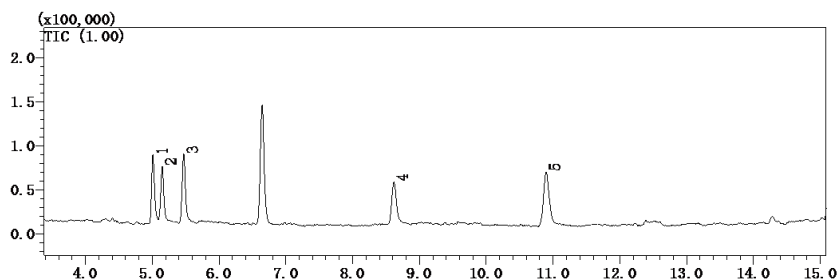


图 4 5 种卡西酮类物质 GCMS 谱图

表 4 5 种卡西酮类物质在 GCMS 上的保留时间

No.	化合物名称	保留时间 (min)
1	卡西酮	5.011
2	4- 氟甲卡西酮	5.151
3	甲卡西酮	5.477
4	4- 甲基甲卡西酮	8.617
5	4- 甲基乙卡西酮	10.898

取 3.4 小节中的样品用 GCMS 测试，样品中未检出测试的 5 种卡西酮类物质，样品色谱图见图 6。

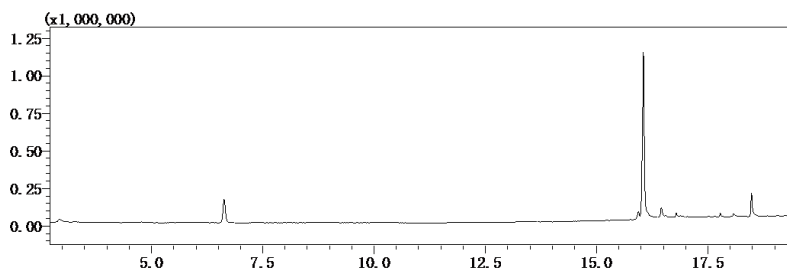


图 5 某可疑样品 GCMS 总离子流图

## ■ 结论

本文使用 GC-2030 建立了疑似毒品样品中 5 种卡西酮类物质的定量分析方法，并使用 GCMS-QP2020 NX 建立了这 5 种物质的定性分析方法。实验结果表明，在 1~20 mg/L 的浓度范围内，目标组分的线性相关系数 R 均大于 0.999，线性关系良好。取浓度为 1 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次，各目标物和内标物峰面积比的相对标准偏差 (RSD%) 均小于 5%，精密度良好。对实际样品进行加标回收实验，样品加标量为 200 mg/kg 时，各目标物平均回收率在 94.5%~106.6% 之间。方法灵敏度高、重复性好，满足标准对应指标。此外，以保留时间、特征离子和离子丰度比作为定性依据，结合 NIST 谱库相似度检索，定性准确。本方法可用于测定疑似毒品样品中 5 种卡西酮类物质。

岛津应用云

