

高效液相色谱法测定疑似毒品中哌嗪类新精神活性物质

LC-280

摘要: 本研究参考《GA/T 1787-2021 法庭科学疑似毒品中苳基哌嗪、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》，采用岛津高效液相色谱仪对疑似毒品中的哌嗪类新精神活性物质进行定量分析。以外标法定量，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 0.998，准确度在 87.0-110.0% 之间；对高中低三个水平的混合标准溶液连续进样 6 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 0.02-0.05% 和 0.20-0.74% 之间，仪器的重复性良好；加标回收率在 80.0 ~95.2% 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 mCPP TFMPP 高效液相色谱仪

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 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，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苳基哌嗪、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》，采用岛津高效液相色谱仪，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

本实验使用岛津高效液相色谱仪，具体配置为：

系统控制器：CBM-20A

输液泵：LC-20AD_{XR} × 2

柱温箱：CTO-20AC

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.101

脱气机：DGU-20A_{5R}

自动进样器：SIL-20A

检测器：SPD-20A

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST VP-ODS (250 mm × 4.6 mm I.D., 5 μm, P/N:228-34937-92, 岛津 (上海) 实验器材有限公司)

流动相：A 相 - 20 mM 甲酸铵水；B 相 - 乙腈

流速：1 mL/min

柱温：30°C

进样量：5 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 30%，时间程序见表 1

表 1 梯度洗脱程序

Time	Module	Command	Value
10.00	Pumps	Pump B Conc.	90
13.00	Pumps	Pump B Conc.	90
13.10	Pumps	Pump B Conc.	30
20.00	Controller	Stop	

■ 样品前处理

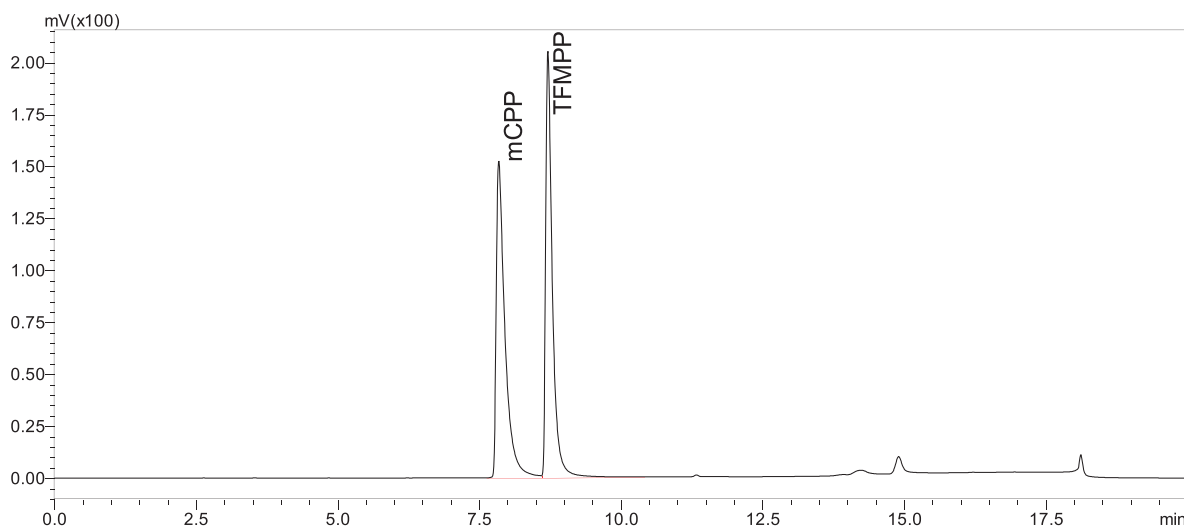
溶剂：量取 950 mL 20 mM 甲酸铵和 50 mL 乙腈，混匀即可使用。

对照品溶液：移取 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、250、500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 mCPP、TFMPP 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 上述提取溶剂，密封并振荡 10 min，离心 5 min，取上清液，用上述提取溶剂稀释后经 0.22 μm 过滤后上机分析。

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图


 图 1 标准品色谱图 (100 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

3.2 校准曲线

将 mCPP、TFMPP 标准溶液按照 1.2 分析条件进行测定，以 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，在线性测定范围内，线性良好，线性相关系数均 >0.998 ，准确度在 87.0-110.0% 之间，线性方程、相关系数见表 2。

表 2 哌嗪类新精神物质标准曲线 (1/C)

序号	化合物	线性范围 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	校准曲线	准确度 (%)	相关系数 r
1	mCPP	5-500	$Y = (16346.1)X + (-14646.2)$	87.0-110.0	0.9981
2	TFMPP	5-500	$Y = (16611.8)X + (-14499.6)$	97.7-106.3	0.9986

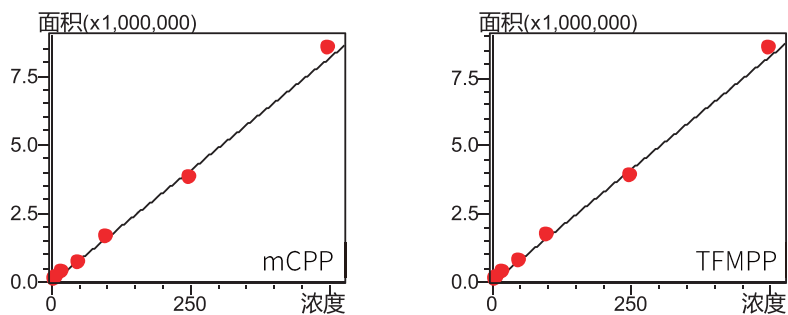


图2 哌嗪类新精神物质校准曲线

3.3 精密度

按照 1.2 分析条件，分别取 10、50、250 $\mu\text{g/mL}$ 对照品溶液上机重复测试 6 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 3，目标物保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.02-0.05% 和 0.20-0.74% 之间。

表3 精密度试验结果 (n=6)

序号	化合物	RSD% (10 $\mu\text{g/mL}$)		RSD% (50 $\mu\text{g/mL}$)		RSD% (100 $\mu\text{g/mL}$)	
		保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	mCPP	0.05	0.46	0.03	0.33	0.03	0.27
2	TMFP	0.04	0.74	0.03	0.57	0.02	0.20

3.4 样品测定

取两份实际样品，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 4 所示。

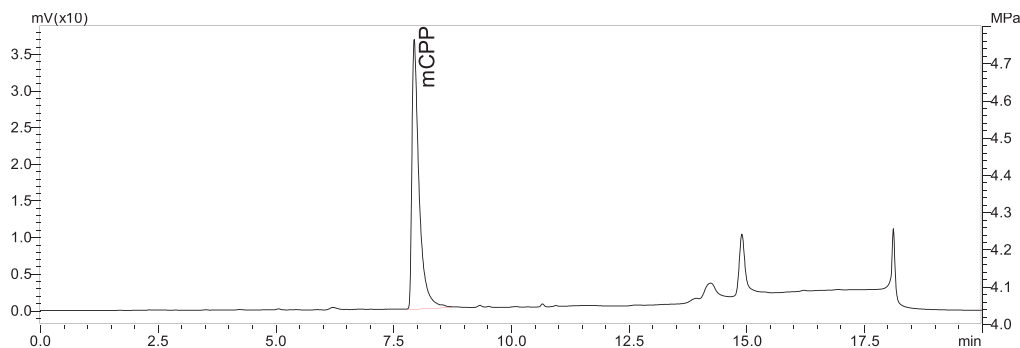


图3 样品 1 色谱图

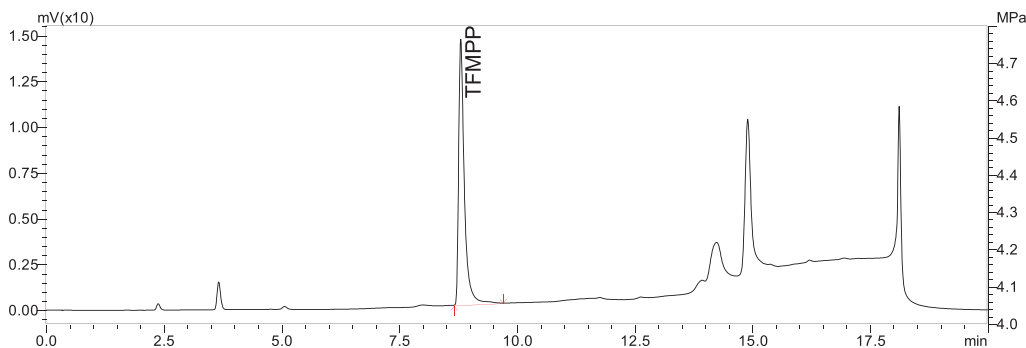


图4 样品 2 色谱图

表 4 样品测试结果

#	称样 (mg)	稀释 (mL)	测定浓度 (mg/L)		样品含量 (µg/mg)	
			mCPP	TFMPP	mCPP	TFMPP
样品 1	10.18	10	24.55	N.D.	24.12	N.D.
样品 2	36.43	10	N.D.	8.27	N.D.	2.27

注: N.D. 表示未检出。

3.5 加标回收率

取疑似毒品, 按照上述步骤制备样品和加标样品, 加标浓度为 10、20、50 µg/mg, 各加标样品平行测定 3 次。测试结果显示: 各浓度加标回收率在 80.0 ~ 95.2% 之间, 相对标准偏差在 0.03 ~ 1.21% 之间, 说明本方法准确性良好。

表 5 未知样品分析与加标回收实验结果 (n=3)

序号	名称	样品测定结果 (µg/mg)	加标 (10 µg/mg)		加标 (20 µg/mg)		加标 (50 µg/mg)	
			回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%
1	mCPP	24.12	80.0	0.03	84.2	0.17	86.6	0.17
2	TFMPP	N.D.	95.2	1.21	92.8	0.43	91.5	0.20

注: N.D. 表示未检出。

■ 结论

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》, 采用岛津高效液相色谱仪对疑似毒品中的哌嗪类新精神活性物质进行分析。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

