

GCMS 法测定疑似毒品中甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因含量

GCMS-381

摘要： 本文采用气相色谱质谱联用仪，建立了一种快速测定疑似毒品中甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因的检测方法。GCMS 全扫描定性分析，SIM 采集定量分析，在 0.002~0.2 mg/mL 浓度范围内，甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因线性良好，相关系数均达到 0.998 以上，检出限分别为 0.103、0.214、0.496 $\mu\text{g/mL}$ ；平均回收率在 75-105 % 之间；平行测试 0.1 mg/mL 的标准溶液 6 次，峰面积的相对标准偏差均小于 3.5%，精密度良好。本方法操作简单，分析速度快，适用于疑似毒品中甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因的检测。

关键词： 气相色谱质谱联用仪 疑似毒品 甲基苯丙胺 氯胺酮 海洛因

甲基苯丙胺，又称甲基安非他明，是一种新型毒品。因其晶体形似冰，故被称为“冰毒”。氯胺酮 (ketamine)，化学名称 2-氯苯-2-甲基胺环己酮，物理性状为白色粉末，俗称“K 粉”。海洛因，吗啡类毒品的总称，俗称白粉、白面。在所有毒品中，涉及海洛因制造、走私、滥用的毒品犯罪案件高居首位，被称为世界毒品之王。吸食毒品，会造成吸食者出现幻觉和思维障碍，甚至丧失人伦道德，对社会危害极大。因此，了解这些毒品的种类、特点，并建立这些毒品的检测方法也成为公安司法领域面临的重要工作。

本文参考中华人民共和国国家标准 (GB/T 29635-2013, GB/T 29636-2013, GB/T 29637-2013)，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 对甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因进行了分析，GCMS 全扫描定性分析，SIM 采集定量分析。实验结果表明：线性，检出限，精密度等结果均符合国家标准要求，且定性定量在一台机器上完成，方便快捷。本方法适用于毒品案件固体样品中甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因的定性定量分析。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪

1.2 分析条件

色谱柱：SH Rxi-5Sil MS

进样体积：1 μL

(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm)

柱温程序：100 $^{\circ}\text{C}$ _12 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _280 $^{\circ}\text{C}$ (7 min)

载气控制方式：恒线速方式

线速度：37.2 cm/s

进样方式：分流进样

分流比：50:1

离子化方式：EI

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

色谱质谱接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

检测器电压：相对调谐电压

采集模式：SIM，离子对信息见表 1。

1.3 样品前处理

样品前处理如图 1 所示：

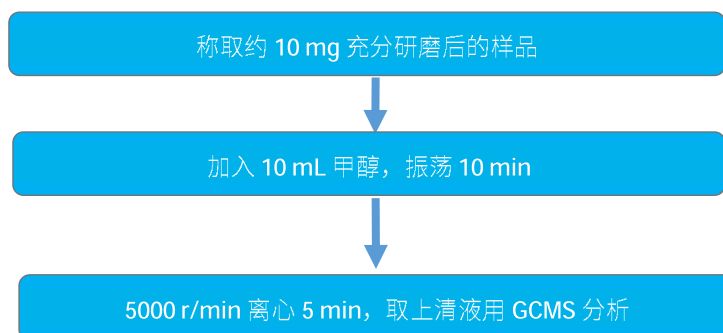


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

2.1 标准品配制

- (1) 1.0 mg/mL 标准物质溶液：采用市售甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因标准甲醇溶液，置于冰箱中冷藏保存。
- (2) 取 1.0 mg/mL 标准物质溶液分别用甲醇逐级稀释，配制浓度分别为 0.002, 0.005, 0.01, 0.10, 0.20 mg/mL 的标准溶液，待测。

2.2 标准溶液色谱图

3 种物质信息详见表 1，标准溶液质量色谱图见图 2。

表 1 甲基苯丙胺、氯胺酮和海洛因的保留时间以及定性、定量离子

| No. | 化合物 | 英文名称 | CAS# | 保留时间 (min) | 定量离子 (m/z) | 定量离子 (m/z) |
|-----|-------|------------------|-----------|------------|------------|------------|
| 1 | 甲基苯丙胺 | Methamphetamine | 537-46-2 | 3.882 | 58 | 91, 134 |
| 2 | 氯胺酮 | Ketamine | 6740-88-1 | 10.447 | 180 | 152, 209 |
| 3 | 海洛因 | Diacetylmorphine | 561-27-3 | 16.539 | 327 | 369, 268 |

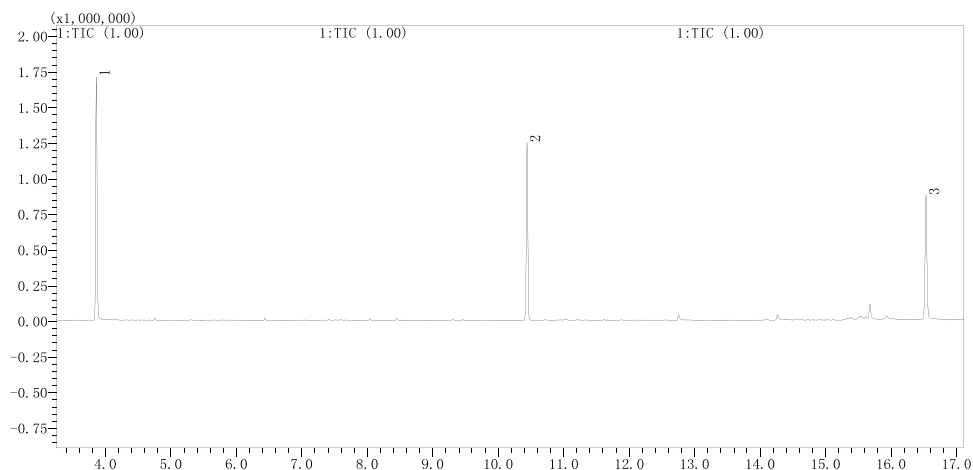


图 2 标准品色谱图 (0.10 mg/mL)

2.3 标准曲线及仪器检出限

配制一系列浓度为 0.002, 0.005, 0.01, 0.10, 0.20 mg/mL 标准样品, 进样分析, 外标法建立校准曲线如图 3 所示。根据 0.002 mg/mL 标样数据, 以 3 倍信噪比计算各物质的检出限。线性方程、相关系数 R、检出限如表 2 所示。

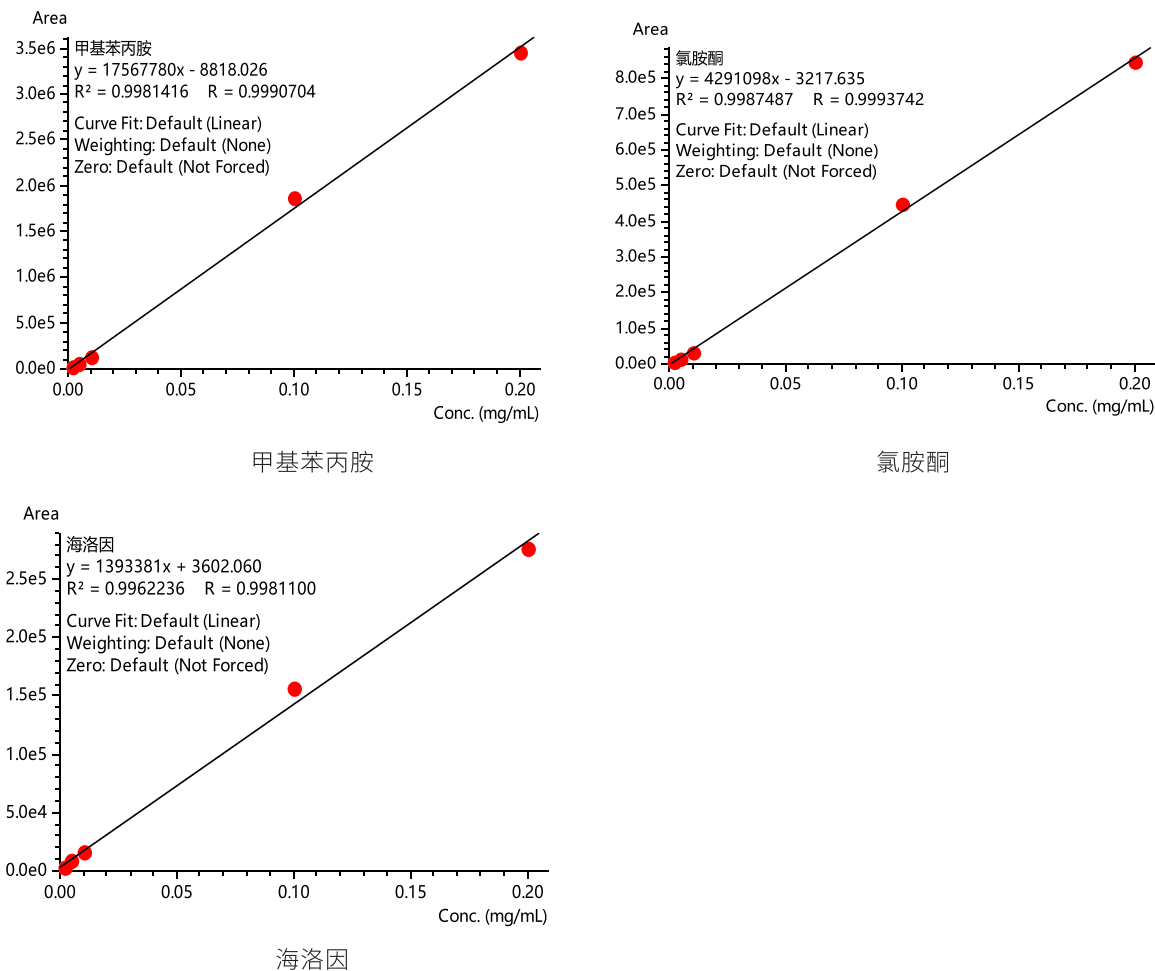


图 3 各组分标准曲线

表 2 甲基苯丙胺、氯胺酮、海洛因标准曲线及仪器检出限

| 化合物名称 | 线性方程 | 相关系数 R | 检出限 ($\mu\text{g/mL}$) |
|-------|--------------------|--------|--------------------------|
| 甲基苯丙胺 | $Y=17567780X-8818$ | 0.9990 | 0.103 |
| 氯胺酮 | $Y=4291098X-3217$ | 0.9993 | 0.214 |
| 海洛因 | $Y=1393381X+3602$ | 0.9981 | 0.496 |

2.4 重复性实验

取 0.10 mg/mL 甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因标准溶液, 连续进样 6 次, 以峰面积 RSD 考察峰面积重复性, 结果如表 3。

表 3 峰面积重复性结果 (RSD%, n=6)

| 化合物名称 | 面积 1 | 面积 2 | 面积 3 | 面积 4 | 面积 5 | 面积 6 | 平均面积 | RSD (%) |
|-------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 甲基苯丙胺 | 1935215 | 1892117 | 1942799 | 1923197 | 2011767 | 2047503 | 1958766 | 2.99 |
| 氯胺酮 | 425100 | 413535 | 421616 | 425626 | 431244 | 449791 | 427819 | 2.86 |
| 海洛因 | 199002 | 193606 | 202110 | 199363 | 206982 | 211163 | 202038 | 3.09 |

2.5 实际样品分析与回收率测试

将甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因标准溶液添加到空白毒品检材样品中, 样品加标浓度为 10000 mg/kg, 按照样品前处理方法制备, 分别平行制样 3 次。回收率结果见表 4。

表 4 加标回收率结果

| 化合物名称 | 测试值 1 (mg/kg) | 测试值 2 (mg/kg) | 测试值 3 (mg/kg) | 平均回收率 (%) |
|-------|---------------|---------------|---------------|-----------|
| 甲基苯丙胺 | 10120 | 10070 | 9830.0 | 100.1 |
| 氯胺酮 | 8600.0 | 8730.0 | 8620.0 | 86.5 |
| 海洛因 | 7600.0 | 7520.0 | 7550.0 | 75.6 |

按照上文所述方法对 3 个毒品检材样品进行了前处理并上机测定, 3 个样品中均未检出甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因。毒品检材样品谱图以及空白毒品检材加标样品谱图如图 4 所示。

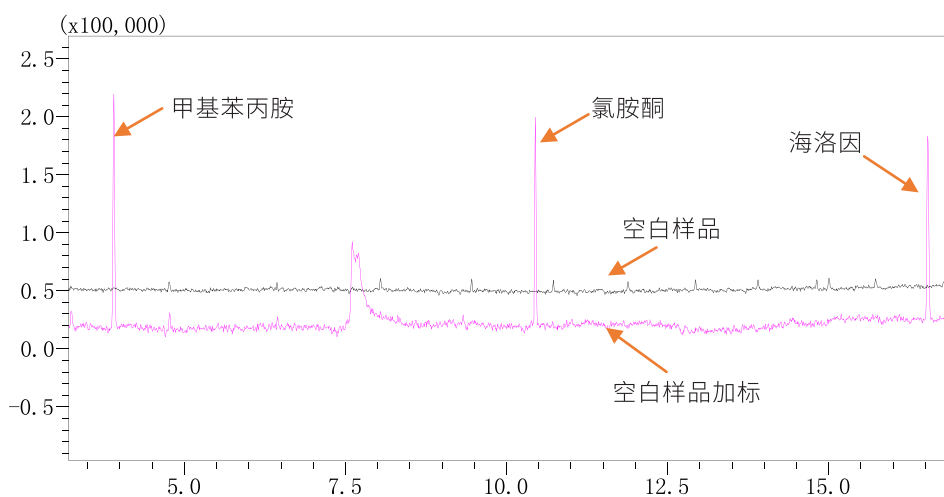


图 4 毒品检材样品以及加标样品谱图

结论

本文建立了使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪测定甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因的分析方法。结果表明, 在 0.002~0.2 mg/mL 的浓度范围内, 相关系数均在 0.998 以上, 检出限分别为 0.103、0.214、0.496 $\mu\text{g/mL}$ 。取浓度为 0.10 mg/mL 的标准溶液重复进样 6 次, 峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 均小于 3.5%, 精密度良好。采用空白毒品检材样品, 样品加标浓度为 10000 mg/kg 时, 平均回收率在 75-105% 之间。本方法操作简单、灵敏度高、准确性好, 适用于毒品案件固体样品中甲基苯丙胺、氯胺酮以及海洛因的定性定量分析。

岛津应用云

