

GCMSMS 法测定吸毒人员尿液中新精神活性类毒品“蓝精灵”

GCMSMS-167

摘要: 本文利用岛津公司的 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪, 建立了一种吸毒人员尿液中氟硝西洋 (蓝精灵) 的测定方法。在 0.1~10 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内各组分线性关系良好, 相关系数达到 0.999 以上, 检出限在 0.009 $\mu\text{g/L}$ 。0.1 $\mu\text{g/L}$ 标准品溶液连续进样 6 针, 峰面积 RSD 均小于 5.0%。0.12~0.8 $\mu\text{g/L}$ 加标浓度的加标回收率为 57.8~59.3%。该方法操作简单, 能够有效的监测吸毒人员尿液中氟硝西洋的含量。

关键词: 三重四极杆气相色谱质谱联用仪 氟硝西洋 毒品 尿液

“蓝精灵”为日本生产的一种药物, 学名叫氟硝西洋。在临床上具有镇静、催眠、抗焦虑、抗惊厥等作用, 起效快、维持时间短, 临床应用广。因是蓝色片剂, 含在舌头下, 舌头就会变蓝, 还有, 泡在酒水或饮料里, 会轻微泛起蓝色, 所以被吸毒者称为“蓝精灵”。

“蓝精灵”是属于新精神活性物质。少量吸食新精神活性物质, 人会出现心动加速、血压升高、肝肾功能

衰竭等急性中毒症状。大量吸食后会引发偏执、焦虑、恐慌、被害妄想症等反应, 严重的会精神错乱, 甚至抽搐、休克、脑中风死亡。

目前, 氟硝西洋的检测方法并不常见, 仅有液相色谱质谱联用法。本文建立了一种气相色谱质谱联用法, 可快速、有效地监测吸食“蓝精灵”人员尿液中的氟硝西洋的含量, 方便公安系统禁毒工作的开展

实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050NX 三重四极杆气相色谱质谱联用仪

1.2 分析条件

色谱柱: SH-Rtx-5MS, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱温程序: 80 $^{\circ}\text{C}$ _25 $^{\circ}\text{C}$ /min_300 $^{\circ}\text{C}$ (5.0 min)

进样口温度: 280 $^{\circ}\text{C}$

流速控制方式: 恒线速度方式

线速度: 40.9 cm/s

进样方式: 不分流进样

离子化方式: EI

离子源温度: 200 $^{\circ}\text{C}$

色谱质谱接口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$

检测器电压: 调谐电压 +0.6 kV

采集模式: MRM, 离子信息见表 1

1.3 样品前处理

准确称量 1 mL 尿液加入 15 mL 离心管中, 加入 3 mL 乙酸乙酯, 充分震荡后, 5000 rpm 离心 6 min, 取上层溶液于另一离心管 15 mL 离心管中, 重复提取一次, 合并上层清液, 氮气吹至近干, 再加入 200 μL 正己烷复溶, 过膜待测。

结果与讨论

2.1 氟硝西洋标准溶液谱图

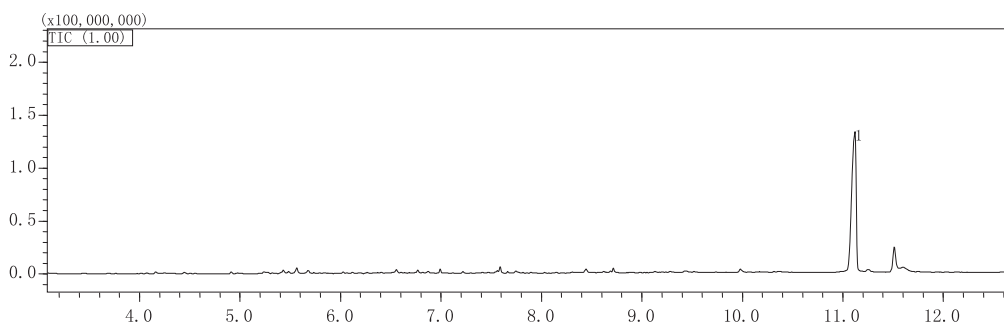


图1 氟硝西洋标准溶液TIC图 (1.0 mg/L)

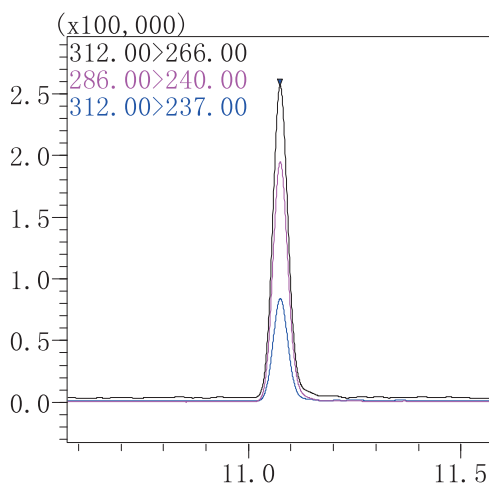


图2 氟硝西洋质量色谱图 (1 µg/L)

表1 组分信息

No.	中文名称	英文名称	CAS号	保留时间(min)	定量离子对	定性离子对
1	氟硝西洋	Flunitrazepam	1622-62-4	11.075	312.00>266.00	286.00>240.00, 312.00>237.00

2.2 标准曲线和检出限

分别配制 0.1、1.0、2.0、5.0、10.0 µg/L 的氟硝西洋标准溶液，取 1 µL 进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做标准曲线，化合物标准曲线如图 3 所示。根据 0.1 µg/L 标样数据，以 3 倍信噪比（峰至峰）计算检出限，各化合物检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

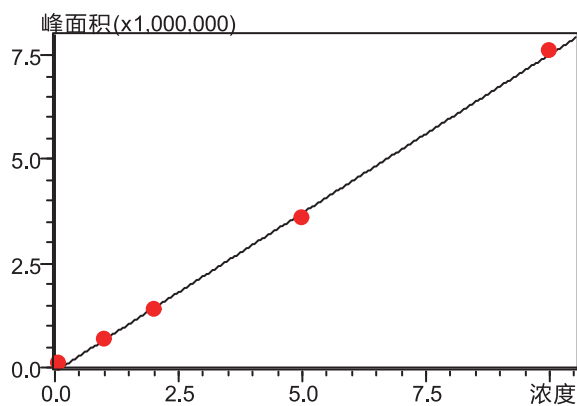


图3 氟硝西洋标准曲线

表2 各组分相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数 (R)	检出限 (µg/L)
1	氟硝西洋	0.9996	0.009

2.3 重复性实验

取 0.1 µg/L 标准品溶液, 连续进样 6 次, 考察仪器的重复性, 测定结果见表 3。

表3 重复性结果

组分名称	1	2	3	4	5	6	RSD(%)
氟硝西洋	137380	135983	138189	130272	132799	124016	4.01

2.4 加标回收率

将健康人员尿液进行 0.12 和 0.8 µg/L 浓度加标后, 按照上述前处理方法处理后上机, 平行测定 3 份样品考察回收率和 RSD, 具体结果见表 4。

表4 样品添加回收率结果

No.	添加水平 (µg/L)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	0.12	58.7	6.6
2	0.8	59.3	2.9

结论

本方法采用岛津 GCMS-TQ8050NX 检测吸毒人员尿液中的氟硝西洋, 在 0.1~10.0 µg/L 浓度范围内标准曲线线性良好, 相关系数均在 0.999 以上, 检出限为 0.009 µg/L。0.1 µg/L 标准品溶液连续进样 6 针, 峰面积 RSD 均小于 5.0%, 精密度良好。0.12~0.8 µg/L 加标浓度的加标回收率为 58.7~59.3%。该方法操作较简单, 能够有效的监测吸毒人员尿液中氟硝西洋的含量。