

# ICPMS-2030 快速定性定量测定甲基苯丙胺中的金属元素杂质

## ICPMS-040

**摘要：**本文参考公安行业内部对甲基苯丙胺中金属元素杂质的测定方法，利用电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 定性、定量测定了甲基苯丙胺样品中的多种金属元素杂质的含量。实验结果表明：各元素的相关系数  $r > 0.9992$ ，毒品样品的定性分析结果和定量分析结果具有较好的一致性，实验可以通过定性分析进行筛查后，精确定量其中的特定元素，该方法可满足公安行业对甲基苯丙胺样品中金属元素杂质含量分析的要求用以筛查和溯源毒品来源。

**关键词：**毒品 甲基苯丙胺 全定性 定量 ICP-MS

随着毒品来源、制备工艺的多样化，确定缴获毒品的来源成为缉毒工作不可或缺的一环，如何快速鉴定毒品来源成为法庭科学的一个研究热点。传统上对海洛因来源的判别有三种方式：研究样品中各种有机杂质及相对比例、研究样品中痕量无机元素和研究样品中稳定同位素比值。通过研究样品中痕量无机元素来判别毒品来源是一个重要内容。由于各地的气候、土壤环境差异，植物内的无机元素含量有很大差异，因此可以通过研究

植物内无机元素的种类和含量来对毒品来源进行筛查和溯源。

本文建立了一种电感耦合等离子体质谱法定量样品中无机杂质元素含量的方法，相比于传统的原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法及毛细管电泳法等，ICP-MS 具有灵敏度高、线性范围宽、分析速度快、分析元素多等优点，是毒品中无机金属杂质元素分析的最佳工具。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用  $\text{HNO}_3$  为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的采集和样品前处理

准确称取 5 mg (允许范围  $5 \pm 0.5$  mg) 研磨均匀的甲基苯丙胺样品，置于 50 mL 的 PET 塑料小瓶中，用 5 mL 的瓶口移液器加入 5 mL 的 5% 硝酸溶液，震荡混匀，在超声波清洗器中超声 10 min 后，静置待用。同法制备样品空白溶液和样品加标溶液。

### 1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5℃

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：7.0V

## 结果与讨论

### 2.1 定性分析

选用软件定性分析模式，分别对样品进行全质量范围扫描，得到所有元素的定性分析结果。详细结果见表 1。

表1 样品中含有杂质元素定性分析结果

元素	样品名称 (单位: $\mu\text{g/L}$ )									
	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	M10
Al	0.77	1.7	38	1.2	ND	1.5	ND	ND	1.6	1.4
As	ND	ND	ND	ND	ND	1.8	ND	ND	ND	ND
Ba	0.62	1.2	0.92	1.4	0.87	1.1	2.8	0.46	7.6	1.1
Br	250	170	91	12	57	6.4	53	22	350	47
Ce	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.23	ND
Co	0.07	0.04	0.05	0.31	0.02	0.02	0.03	0.02	0.03	0.08
Cr	2	2.4	2.1	4.8	2.3	2.2	2.9	2.1	2.5	12
I	ND	0.24	0.16	0.73	0.28	1200	7.4	0.83	0.75	0.76
K	140	56	120	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
La	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.13	ND
Mg	75	120	67	19	23	3.2	39	46	150	18
Mn	1	2.5	0.62	5.9	0.23	ND	1.6	0.7	2.5	1.3
Na	13000	17000	9700	16000	10000	330	21000	11000	21000	7200
Ni	2.5	1.3	2	13	1.1	0.43	1.3	0.28	1.5	2.7
Pd	3.24	0.15	0.38	0.83	0.27	0.02	5.66	1.7	1.36	0.29
Sc	0.68	0.62	0.81	0.92	0.77	0.89	0.97	0.73	1.1	1.2
Si	3000	2200	3500	3500	3300	2800	2300	3900	3700	2900
Sr	1.1	1.8	1.6	2.5	1	0.09	2.6	1.9	2.2	1
Zn	4.1	4.6	5	4	4.3	4.5	5.2	3.7	19	5.7

由定性结果可以看出，不同的甲基苯丙胺样品中所含杂质元素的种类和含量均有所不同，这就为建立数据库进行毒品来源筛选提供了数据支撑。

### 2.2 定量分析

#### 2.2.1 部分元素标准曲线如下：

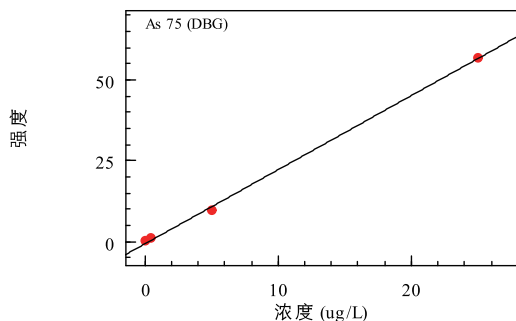


图1 As元素的标准曲线  $r=0.99956$

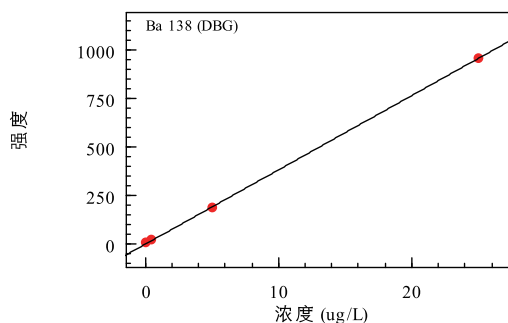


图2 Ba元素的标准曲线  $r=0.99998$

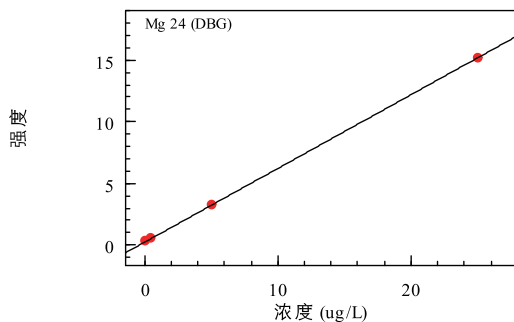


图3 Mg元素的标准曲线  $r=0.99999$

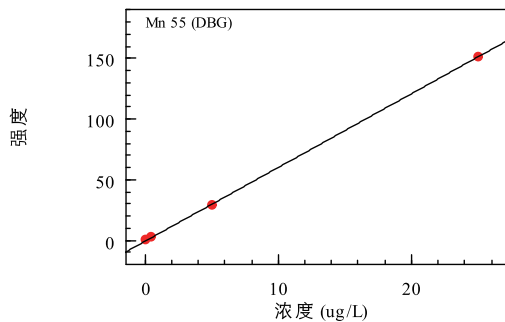


图4 Mn元素的标准曲线  $r=0.99998$

### 2.2.2 部分元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除多原子离子干扰、难熔氧化物干扰和双电荷离子干扰等。当分析结果异常，需要经验去识别甄选时，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断，对结果做出“Best”，“Good”和“NG”的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

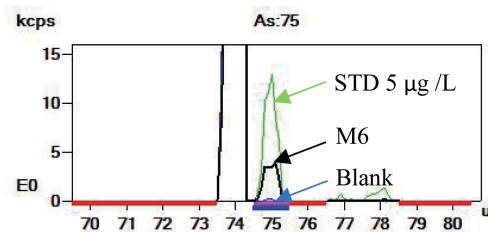


图5 As元素质量轮廓图

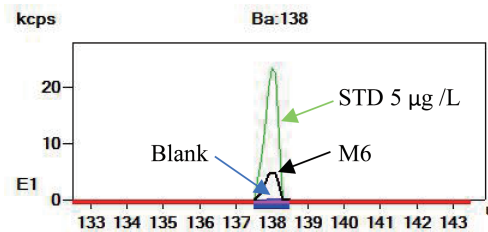


图6 Ba元素质量轮廓图

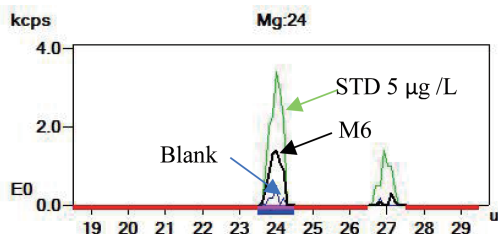


图7 Mg元素质量轮廓图

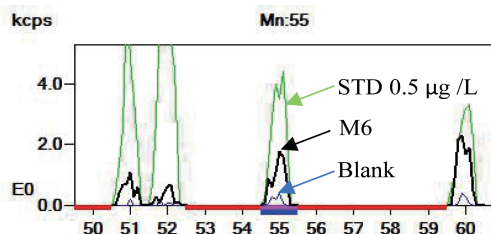


图8 Mn元素质量轮廓图

### 2.2.3 定量分析结果

对于定性结果中可能影响合成过程的部分元素进行定量分析。分析结果见表 2。

表2 样品中部分杂质元素定量分析结果

元素	质量数	内标	样品名称 (单位: µg/g)									
			M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	M10
As	75	<sup>74</sup> Ge	ND	ND	ND	ND	ND	1.83	ND	ND	ND	ND
Ba	138	<sup>74</sup> Ge	0.69	1.25	1.03	1.60	0.97	1.33	2.97	0.63	8.13	1.26
Cr	52	<sup>74</sup> Ge	0.90	0.94	1.19	4.35	0.26	ND	0.67	ND	0.49	1.05
Mg	24	<sup>45</sup> Sc	81	139	74	20	29	3.6	43	50	144	20
Mn	55	<sup>74</sup> Ge	0.76	3.0	0.72	7.0	0.39	0.23	1.39	0.39	2.8	1.6
Ni	60	<sup>74</sup> Ge	2.5	1.8	2.1	13.5	1.1	0.65	1.55	0.41	1.6	3.2
Pd	108	<sup>74</sup> Ge	4.4	0.36	0.57	1.1	0.45	0.14	9.7	2.5	1.7	0.54
Sr	88	<sup>74</sup> Ge	1.0	2.2	1.6	2.5	1.1	0.17	2.7	2.0	2.2	1.1
Zn	66	<sup>74</sup> Ge	5.9	7.4	6.7	6.5	6.6	7.7	7.7	6.1	24	6.8

注ND: 未检出

对比定性分析结果和定量结果，对于多数元素，定性分析结果和定量结果具有较高的一致性。在定性分析的筛查中可以用定性数据进行比对，可极大提高分析效率。

## ■ 结论

采用岛津公司电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定甲基苯丙胺中多种杂质元素的含量，样品的定性分析结果和定量分析结果具有较好的一致性，实验可以通过定性分析进行筛查后，精确定量其中的特定元素，该方法可满足公安行业对甲基苯丙胺样品中金属元素杂质含量分析的要求用以筛查和溯源毒品来源。