

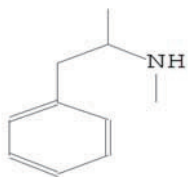
气相色谱法测定疑似毒品中甲基苯丙胺含量

GC-065

摘要: 本文利用岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪,依据国家标准 GB/T 29636-2013《疑似毒品中甲基苯丙胺的气相色谱、高效液相色谱和气相色谱-质谱检验方法》,建立了疑似毒品中甲基苯丙胺含量的内标测定方法。该方法在 0.01~0.5 mg/mL 浓度范围内标准曲线线性关系良好,相关系数 r 为 0.999。0.05 mg/mL 和 0.5 mg/mL 甲基苯丙胺分别平行进样 10 次,峰面积比值的 RSD 分别为 0.93% 和 3.81%。

关键词: 气相色谱仪 内标方法 疑似毒品 甲基苯丙胺 正十烷

甲基苯丙胺结构式见下图。



其原料外观为纯白结晶体,晶莹剔透,毒性剧烈,人们称之为“冰毒”。又称为甲基安非他明或去氧麻黄素。是一种有拟交感神经兴奋作用的精神药物。长期或大量服用后容易产生耐受性和依赖性。甲基苯丙胺药用为片剂,作为毒品用时多为粉末,也有液体与丸剂。近年来,毒品犯罪案件的不断发生已经成为一个不容忽视的现实。特别是作为常见毒品的甲基苯丙胺,其滥用问题表现的尤为突出。本文依据国家标准 GB/T 29636-2013《疑似毒品中甲基苯丙胺的气相色谱、高效液相色谱和气相色谱-质谱检验方法》。采用岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪,建立了疑似毒品中甲基苯丙胺的内标测定方法。

实验部分

1.1 仪器配置

GC-2010 Plus 气相色谱仪

1.2 实验条件

GC 参数:

进样口温度: 280°C

进样量: 1 μ L

进样方式: 分流进样

分流比: 20: 1

载气: 氮气

载气控制模式: 恒压

柱压: 87.5 kPa

色谱柱: Rtx-5, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m

柱温: 80°C _10°C /min_240°C _40°C /min_280°C (3 min)

检测器: FID

检测器温度: 300°C

氢气: 40 mL/min

空气: 400 mL/min

尾吹气: 30 mL/min

1.3 样品制备

1.3.1 内标溶液配制

1.0 mg/mL 内标储备液的配制: 称取正十烷(根据标准物质纯度换算后等于 100.0 mg 的正十烷), 放入 100 mL 容量瓶中, 加入约 20.0 mL 甲醇, 振摇至样品溶解, 超声 5 min, 甲醇定容至刻度。

0.1 mg/mL 内标工作液的配制: 准确移取 1.0 mg/mL 内标储备液 10.0 mL 至 100 mL 容量瓶中, 甲醇定容至刻度。

1.3.2 甲基苯丙胺标准溶液配制

称取甲基苯丙胺标准物质(根据标准物质纯度和盐型换算后等于 25.0 mg 的甲基苯丙胺)。放入 50 mL 容量瓶中, 加入 0.1 mg/mL 内标工作液 20 mL, 振荡溶解后用 0.1 mg/mL 内标工作液稀释至刻度, 配制成 0.5 mg/mL 甲基苯丙胺标准溶液, 并依次用 0.1 mg/mL 内标工作液稀释到 0.2 mg/mL、0.1 mg/mL、0.05 mg/mL、0.01 mg/mL 浓度。

1.3.3 样品处理方法

平行称取样品 2 份各约 15 mg, 加入 0.1 mg/mL 内标溶液 30 mL, 充分振荡, 离心后备用。

实验结果

2.1 标准谱图

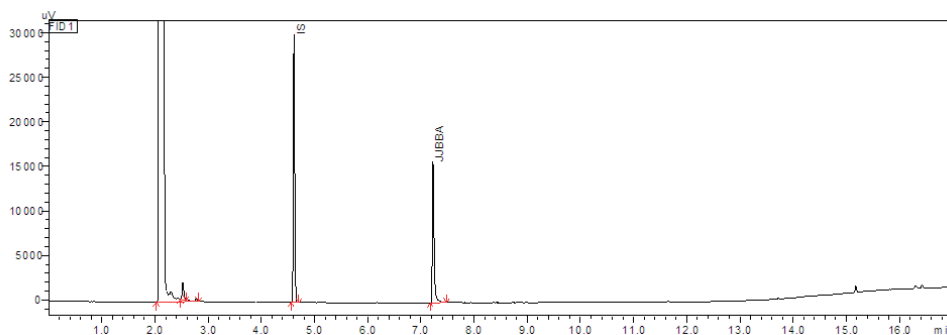


图1 甲基苯丙胺标准溶液谱图(JJBBA: 甲基苯丙胺0.05 μ g/mL; IS: 正十烷)

表1 组分保留时间、中英文名称、CAS号

No.	名称	英文名称	CAS号	保留时间 (min)
1	甲基苯丙胺	methylamphetamine	33817-09-3	7.253
2	正十烷	Decane	124-18-5	4.632

2.2 标准曲线

依次分析 0.01、0.05、0.1、0.2 和 0.5 mg/mL 的甲基苯丙胺内标液，得到甲基苯丙胺内标标准曲线如图 2 所示。

2.3 标准曲线有效性判断

采用浓度为 0.05 mg/mL 和 0.5 mg/mL 的标准物质溶液作为监测样品，建立标准工作曲线时，每个监测样品各分析 10 次，计算甲基苯丙胺和正十烷峰面积比值的平均值及标准偏差，见表 2。监测样品的结果在平均值 $\pm 3SD$ 之间，标准工作曲线有效。

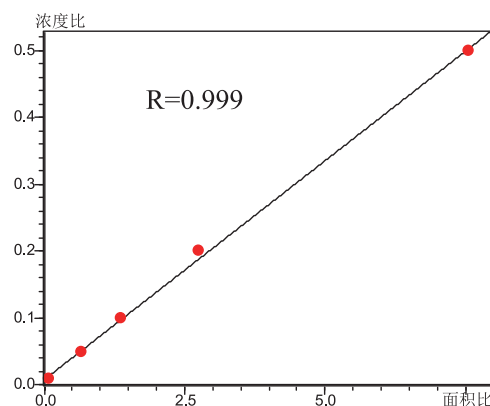


图2 甲基苯丙胺内标标准曲线

表2 甲基苯丙胺重复性

No.	浓度 0.05mg/mL					浓度 0.5mg/mL				
	峰面积 比值	平均值	SD值	平均值 $\pm 3SD$	RSD	峰面积 比值	平均值	SD值	平均值 $\pm 3SD$	RSD
1	0.661					7.947				
2	0.662					8.166				
3	0.662					7.809				
4	0.672					8.537				
5	0.670	0.670	0.006	0.651~ 0.688	0.93%	8.666	8.398	0.320	7.439~ 9.357	3.81%
6	0.670					8.623				
7	0.678					8.367				
8	0.677					8.748				
9	0.671					8.551				
10	0.675					8.565				

2.4 含量结果有效性判断及含量结果计算

对 2 组平行测定数据进行相对相差 (RD) 计算, RD 数值分别为 1.626% 和 2.532%, 不超过 10%, 数据有效。

表3 未知样品平行测定数据

No.	结果(mg/mL)	平均值(mg/mL)	RD
样品1—1	0.062	0.0615	1.626%
样品1—2	0.061		
样品2—1	0.080	0.0790	2.532%
样品2—2	0.078		

未知样品 1 中甲基苯丙胺含量为 0.123 g/g, 未知样品 2 中甲基苯丙胺含量为 0.158 g/g。

■ 结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2010 Plus 分析疑似毒品中甲基苯丙胺含量, 在 0.01~0.5 mg/mL 浓度范围内标准曲线线性良好, 0.05 mg/mL 和 0.5 mg/mL 甲基苯丙胺分别平行进样 10 次, 甲基苯丙胺与内标物质正十烷峰面积比值的 RSD 分别为 0.93% 和 3.81%, 可用于疑似毒品中甲基苯丙胺含量的检测。