

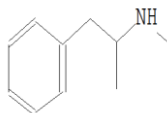
GC-MS/MS 法测定尿液中甲基苯丙胺含量

GCMSMS-059

摘要: 本文采用三重四极杆气相色谱质谱联用仪 GCMS-TQ8040 建立了一种测定人体尿液中甲基苯丙胺含量的方法。该方法在 20~1000 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内标准曲线线性关系良好, 仪器检出限为 7 $\mu\text{g/L}$ (3 倍信噪比计算), 100 $\mu\text{g/L}$ 甲基苯丙胺标样平行进样 6 次, 保留时间的 RSD 为 0.08 %, 峰面积的 RSD 为 1.91 %, 加标回收率平均值为 106.53 %。

关键词: GC-MS/MS 尿液 甲基苯丙胺

甲基苯丙胺, 又称为甲基安非他明或去氧麻黄素。结构如下:



甲基苯丙胺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。毒品

犯罪案件越来越多, 甲基苯丙胺的滥用问题表现的尤为突出。吸毒者吸食毒品后, 体内毒品含量随着时间的增长而代谢减少, 应用 GC-MS/MS 的 MRM 采集方式对分析体内痕量甲基苯丙胺。

本文利用岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8040 实现了对尿液的微量甲基苯丙胺的测定, 方法灵敏度高、准确性好。

实验部分

1.1 仪器

三重四极杆气质联用仪: GCMS-TQ8040

1.2 分析条件

色谱柱: Rxi-5 Sil MS, 30m \times 0.25 mm \times 0.25 μm
柱温程序: 100 $^{\circ}\text{C}$ (2 min) _30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _280 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (17 min)
进样口温度: 280 $^{\circ}\text{C}$
进样方式: 不分流 (1.0 min)
载气控制方式: 压力

柱流量: 1.5 mL/min

载气: 氦气

碰撞气: 氩气

溶剂切割时间: 3.0 min

检测器电压: 调谐电压 + 0.6 kv

接口温度: 280 $^{\circ}\text{C}$

离子源温度: 220 $^{\circ}\text{C}$

采集方式: MRM (多反应监测)

1.3 样品前处理

取 1 mL 尿样于 15 mL 塑料离心管中, 加入 NaCl 过饱和, 加 0.1mol/L NaOH 溶液调 pH=12, 加 0.5 mol/L 碳酸钠溶液 0.5 mL、环己烷 1.0 mL, 振荡 10 min, 离心, 提取 2 次, 合并有机相。加 30 μL 1 % 酸性乙醇液, 混匀, 氮气吹干, 1 mL 甲醇定容, 上机分析。

结果讨论

2.1 标准谱图

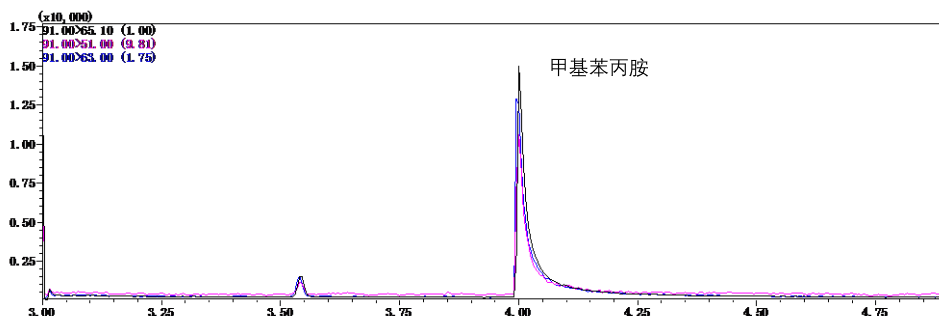


图 1 甲基苯丙胺 MRM 图

表 1 甲基苯丙胺 MRM 参数

组分	英文名称	CAS号	定量离子	CE	定性离子	CE
甲基苯丙胺	Methamphetamine	537-46-2	91.00>65.10	15	91.00>63.00	18

2.2 标准曲线

甲醇为溶剂，分别配制浓度为 20.0、50.0、100.0、200.0、500.0、1000.0 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液。以浓度为横坐标，定量离子峰面积为纵坐标进行线性拟合。甲基苯丙胺线性方程为： $Y = 1699.134X + 33712.84$ ，相关系数： $R^2 = 0.9995$ 。标准曲线如图 2。以 100.0 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液数据计算仪器检出限为 7 $\mu\text{g/L}$ （3 倍信噪比）。

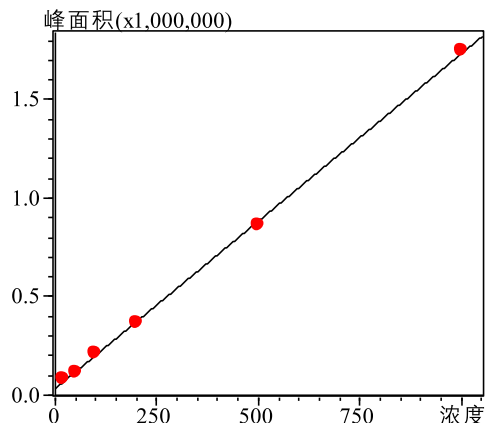


图 2 甲基苯丙胺校准曲线

2.3 重复性

选取 100 $\mu\text{g/L}$ 甲基苯丙胺标准溶液平行 6 针进样数据，6 次测定峰面积及保留时间的 RSD % 结果见表 2。

表 2 重复性试验结果 (n=6)

组分名称	峰面积 RSD%	保留时间 RSD%
甲基苯丙胺	1.91	0.08

2.4 样品测定结果及回收率测试结果

选取正常人空白尿样进行回收率试验。加标浓度为 50.0 $\mu\text{g/L}$ 和 150.0 $\mu\text{g/L}$ ，空白尿样及加标浓度回收率结果见表 3。

表 3 加标回收率结果 (%)

组分	测试结果	添加浓度 ($\mu\text{g/L}$)	
		50.0	150.0
甲基苯丙胺	N.D	108.72%	104.34%

结论

本文采用岛津公司三重四极杆气相色谱质谱联用仪 (GCMS-TQ8040) 建立了测定尿液中甲基苯丙胺残留量的方法。该方法操作简单，在 20.0~1000.0 $\mu\text{g/L}$ 标准曲线范围内线性良好，仪器检出限为 7 $\mu\text{g/L}$ （3 倍信噪比计算），加标回收率平均值为 106.53 %。本方法适合尿液中甲基苯丙胺残留量的定量。