

# 采用液相色谱-质谱法分析毛发中

## 15种毒品及其代谢物

李悦

(广州禾信仪器股份有限公司, 广州 510530)

**摘要:**本文使用禾信LC-TQ 5100液相色谱质谱联用仪, 按照SF/Z JD0107025-2018《毛发中15种毒品及代谢物的液相色谱-串联质谱检验方法》标准, 优化实验条件, 对测试样品进行定性分析。实验结果表明, 定性参数保留时间的相对误差在标准要求的 $\pm 2.50\%$ 内, 定性参数相对离子对丰度比 $\leq 10\%$ , 且其相对误差在标准要求的 $\pm 50\%$ 内, 满足SF/Z JD0107025-2018标准要求。

**关键词:**毛发;毒品;代谢物

毒品是指鸦片、海洛因、甲基苯丙胺(冰毒)、吗啡、大麻、可卡因以及国家规定管制的其它能够使人形成瘾癖的麻醉药品和精神药品。由于其存在危害人体健康、威胁社会安全稳定等问题, 国家对其严令禁止和管控。虽然国家大力度打击毒品犯罪活动, 但新型毒品多、隐秘交易等问题导致不法分子犯罪屡禁不止, 对社会的稳定健康发展造成了严重威胁。

本文参考SF/Z JD0107025-2018《毛发中15种毒品及代谢物的液相色谱-串联质谱检验方法》, 使用液相色谱-质谱联用仪对毛发中15种毒品及代谢物进行检测分析, 通过定性准确性评估仪器性能, 证明LC-TQ 5100满足检测的需要。

## 1 材料和方法

### 1.1 试剂和材料

甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ): 色谱级

乙腈( $\text{CH}_3\text{CN}$ ): 色谱级

甲酸( $\text{HCOOH}$ ): 色谱级

丙酮( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ): 分析纯

甲氧那明溶液(乙腈):  $c(100 \mu\text{g}/\text{mL})$ ;

15种毒品标准溶液(甲醇):  $c(1000 \mu\text{g}/\text{mL})$ , 包含 $\text{O}^6$ -单乙酰吗啡、吗啡、可待因、甲基苯丙胺(MAMP)、苯丙胺(AMP)、3,4-亚甲双氧甲基苯丙胺(MDMA)、3,4-亚甲双氧苯丙胺(MDA)、3,4-亚甲双氧乙基苯丙胺(MDEA)、可卡因、苯甲酰爱康宁、氯胺酮、去甲氯

胺酮、 $\Delta^9$ -四氢大麻酚、大麻二酚和大麻酚；

实验用水:屈臣氏纯净水

## 1.2 仪器和设备

液相色谱质谱联用仪:禾信 LC-TQ 5100;色谱柱:菲罗门 Titank C18 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 3  $\mu$ m); 涡旋混合器:江苏天翎; 超声波清洗器:深圳洁盟; 注射泵: Lead Fluid

## 1.3 试剂配制

**标准溶液工作液:** 分别移取 50  $\mu$ L 1  $\mu$ g/mL 的 O<sup>6</sup>-单乙酰吗啡、吗啡、可待因、MAMP、AMP、MDMA、MDA、MDEA、可卡因、苯甲酰爱康宁、氯胺酮、去甲氯胺酮、 $\Delta^9$ -四氢大麻酚、大麻二酚和大麻酚标准溶液至 1 mL 样品瓶中, 再加入 250  $\mu$ L 甲醇, 涡旋混匀;

**内标工作液:** 移取 10  $\mu$ L 1  $\mu$ g/mL 的内标甲氧那明溶液至 1 mL 样品瓶中, 再加入 990  $\mu$ L 乙腈, 涡旋混匀。

## 1.4 样品前处理

毛发样品依次用适量的水和丙酮振荡洗涤两次, 晾干后剪成约 1 mm 段, 置冷冻研磨仪中粉碎, 呈粉末状。称取毛发粉末 20 mg, 加入 1.0 mL 内标甲氧那明标准工作液(甲氧那明 1 ng/mL), 冰浴超声 30 min, 离心, 移取上清液, 于 60°C 水浴空气流下吹干。残留物用 100  $\mu$ L 甲醇复溶, 待测。

## 1.5 仪器条件

表1 仪器方法参数

模块	参数	值
色谱	色谱柱	Titank C18柱 (2.1 mm×100 mm, 3 $\mu$ m)
	柱温	40°C
	流动相	A相: 0.1%甲酸水溶液 B相: 0.1%甲酸乙腈
	流速	0.3 mL/min
	进样量	5 $\mu$ L
	洗脱	梯度洗脱,梯度洗脱条件见表 2
	采集时间	8 min
	离子源	ESI+
	检测模式	多反应监测 (MRM)
	检测器电压	2350 V
质谱	碰撞气 (CAD)	15 psi
	气帘气 (CUR)	5 psi
	雾化气 (GS1)	30 psi
	加热气 (GS2)	30 psi
	喷雾电压 (IS)	5500 V

表2 梯度洗脱条件

时间(min)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	20	80
1.5	20	80
4	10	90
5	10	90
6	20	80
8	20	80

## 2 结果与讨论

### 2.1 标准谱图和物质信息

含15种目标物及内标甲氧那明标准溶液的总离子流图见图1，案件样品的总离子流图见图2，O<sup>6</sup>-单乙酰吗啡、吗啡、可待因、MAMP、AMP、MDMA、MDA、MDEA、可卡因、苯甲酰爱康宁、氯胺酮、去甲氯胺酮、 $\Delta^9$ -四氢大麻酚、大麻二酚、大麻酚和甲氧那明等15种目标物及内标的MRM色谱图见图3。各目标物和内标的保留时间以及特征离子信息见表3。

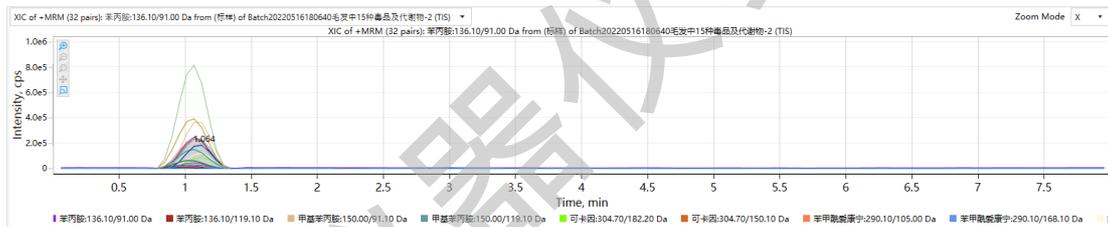


图1 15种目标物及内标甲氧那明标准溶液总离子流图

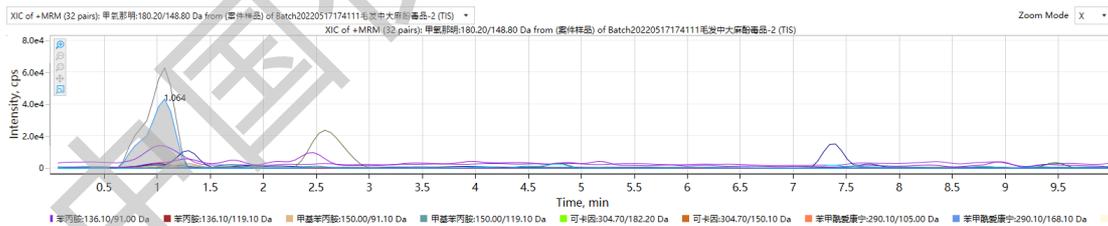
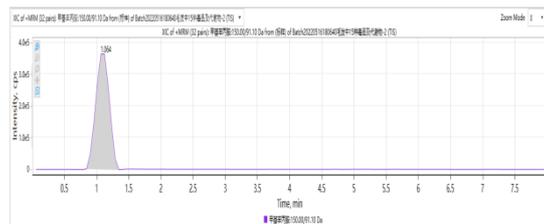
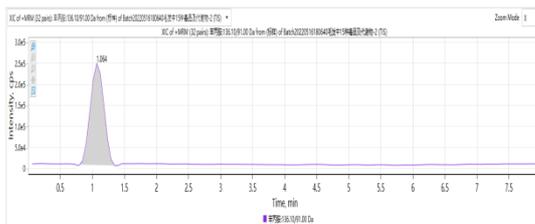


图2 案件样品的总离子流图



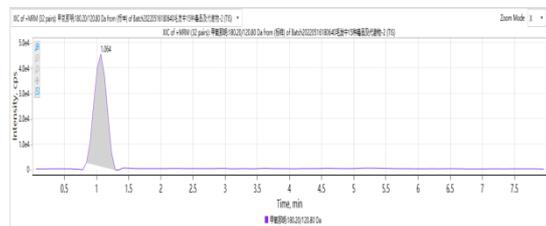
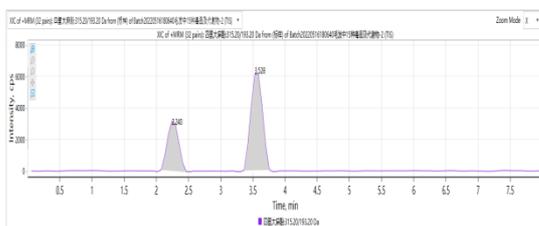
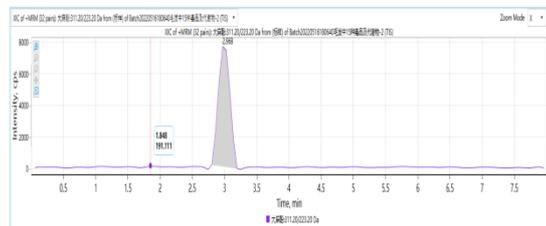
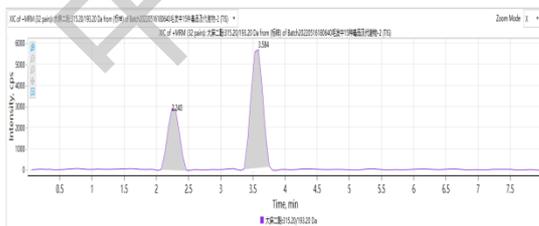
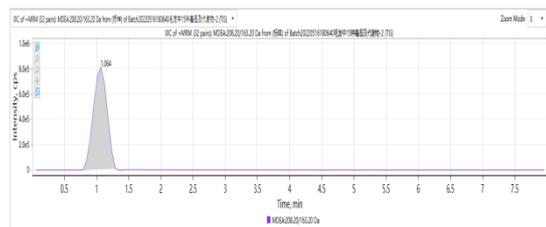
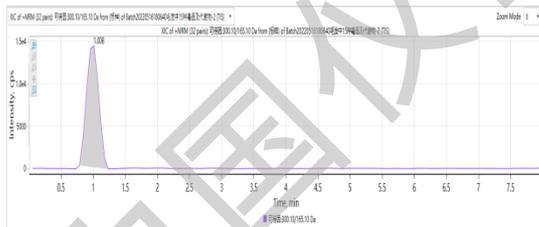
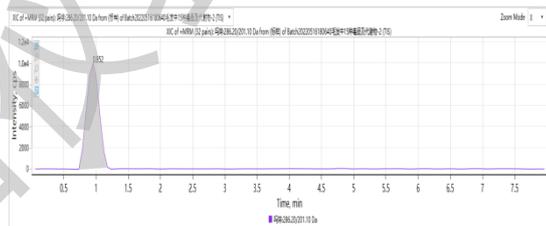
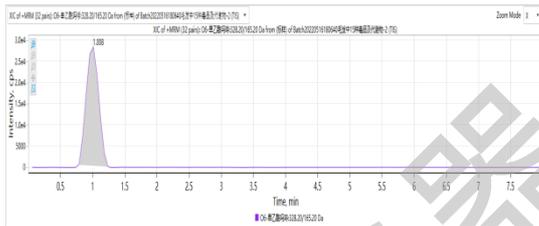
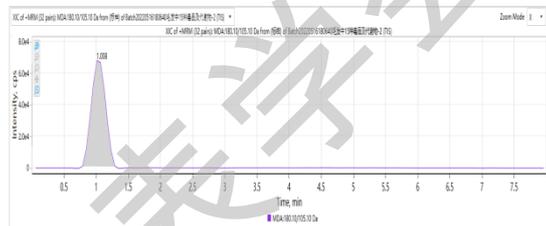
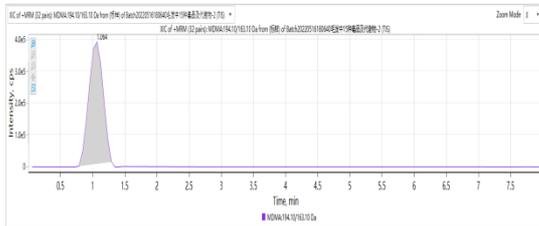
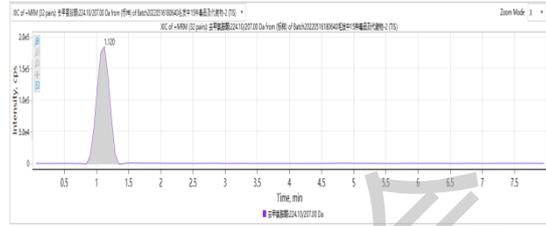
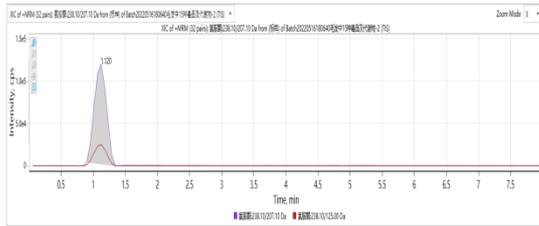
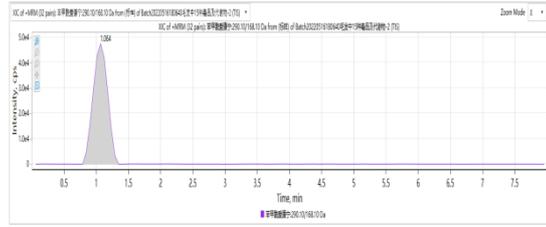
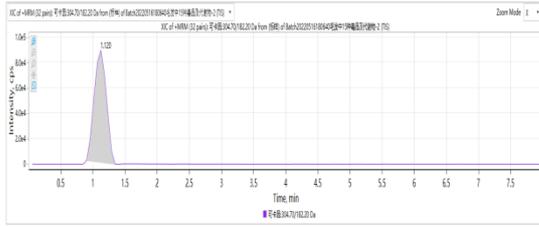


图3 15种目标物及内标甲氧那明标准溶液MRM色谱图

表3 15种目标物及内标甲氧那明的保留时间和特征离子信息表

序号	目标物	CAS	RT (min)	定量离对	定性离对	DP (V)	EP (V)	CE (V)	CX P (V)
1	吗啡	57-27-2	0.952	286.2/165.1	286.2/165.1	72	9	58	8
2	O <sup>6</sup> -单乙酰吗啡	2784-73-8	1.008	328.2/165.2	286.1/201.1	85	6	36	10
					328.2/211.1	73	11	36	11
3	甲基苯丙胺	7632-10-2	1.064	150.0/91.1	150.1/91.1	42	7	29	22
					150.1/119.1	40	7	16	5
4	苯丙胺	300-62-9	1.064	136.1/91.0	136.1/91.0	29	10	17	5
					136.1/119.1	30	2	13	5
5	氯胺酮	1867-66-9	1.120	238.1/125.0	238.1/125.0	50	6	20	38
					238.1/207.1	47	6	20	10
6	去甲氯胺酮	79499-59-5	1.120	224.1/125.0	224.1/125.0	38	7	28	6
					224.1/207.0	39	4	17	5
7	MDMA	42542-10-9	1.064	194.1/163.1	194.1/163.1	35	5	18	11
					194.1/105.1	47	11	35	5
8	MDA	4764-17-4	1.008	180.1/105.1	180.1/105.1	31	4	27	4
					180.1/133.1	36	7	24	6
9	可卡因	50-36-2	1.120	304.7/182.2	304.7/182.2	67	6	29	9
					304.7/150.1	58	6	36	8
10	苯甲酰爱康宁	519-09-5	1.064	290.1/168.1	290.1/168.1	72	8	29	9
					290.1/105.0	54	5	48	4
11	可待因	76-57-3	1.008	300.1/165.1	300.1/165.1	83	5	60	8
					300.1/199.1	88	5	40	10
12	MDEA	82801-81-8	1.064	208.2/163.2	208.2/163.2	40	9	19	8
					208.2/133.2	43	10	28	6
13	大麻二酚	13956-29-1	2.240	315.2/193.2	315.2/259.1	75	3	28	6
					315.2/193.2	40	5	33	8
14	大麻酚	521-35-7	2.968	311.2/223.2	315.2/293.3	68	10	26	7
					311.2/223.2	70	7	30	11
15	Δ <sup>9</sup> -四氢大麻酚	1972-08-3	2.240	315.2/193.2	315.2/259.1	55	6	26	13
					315.2/193.2	59	5	30	12
16	甲氧那明	93-30-1	1.064	180.2/148.8	180.2/148.8	38	8	17	8
					180.2/120.8	38	8	26	5

## 2.2 定性分析

以保留时间、质谱特征碎片离子峰和离子对相对丰度比作为定性判断依据。若案件样品中仅检出内标甲氧那明，未检出 15 种毒品及代谢物成分，则阴性结果可靠；若案件样品中检出目标物且空白样品无干扰，则阳性结果可靠。

案件样品 1 中仅检出内标甲氧那明，未检出 15 种毒品及代谢物成分，即案件样品 1 为阴性样品。

案件样品 2 中除内标甲氧那明检出外，还检出大麻二酚，即案件样品 2 为阳性样品。案件样品 2 中大麻二酚的保留时间与添加样品中的大麻二酚的色谱峰保留时间相比较，相对误差为 $\pm 2.17\%$ （标准要求：相对误差在 $\pm 2.5\%$ 内），且相对离子对丰度比为 1.92%，相对离子对丰度比相对误差为 $\pm 16.4\%$ （标准要求：相对离子对丰度比 $\leq 10\%$ 时，允许的相对误差为 $\pm 50\%$ ），定性结果可靠，满足标准要求。大麻二酚的定性参数保留时间及其相对误差、特征峰相对离子对丰度比及其相对误差信息见表 4。

表4 大麻二酚的保留时间和相对离子对丰度比信息表

序号	名称	RT, min	保留时间误差	相对离子对丰度比	相对离子对丰度比相对误差
1	大麻二酚	2.240	$\pm 2.17\%$	1.92%	$\pm 16.4\%$

### 2.3 结论

本文依据SF/Z JD0107025-2018，采用禾信LC-TQ 5100分析了实际毛发样品中的15种毒品及其代谢物。实验结果：定性目标物的特征峰保留时间和相对离子对丰度比及其相对误差均在标准要求内，样品定性结果可靠，符合标准要求。上述结果表明禾信LC-TQ 5100具有优异的重现性和检测灵敏度，完全满足SF/Z JD0107025-2018标准要求。

### 参考文献

[1] SF/Z JD0107025-2018 毛发中15种毒品及代谢物的液相色谱-串联质谱检验方法