

一例“冰毒”晶体的GC/MS分析

郑 琨¹, 黄 星¹, 张素波², 王 一¹

(1. 公安部物证鉴定中心, 北京 100038; 2. 营口市海联石油化工有限公司, 辽宁 营口 115001)

Analysis of the Seized Amphetamine Using GC/MS

ZHENG Hui¹, HUANG Xing¹, ZHANG Su-bo², WANG Yi¹

(1. Institute of Forensic Science of Public Security Ministry of China, Beijing 100038, China;

2. Yingkou HaiLian Petroleum Chemical Co.Ltd, Yingkou 115001, China)

Abstract: Analysis of the seized amphetamine was performed using GC/MS. The method was investigated in terms of extraction methods, aiming at the effective removal of adulterants in high concentration, which interfere amphetamine analysis. This research is supposed to be useful for analyzing the seized drugs similar with the one in this paper.

Key words: Amphetamine; GC/MS

中图分类号: O 657.63

文献标识码: A

文章编号: 1004-2997 (2008) 增刊-167-02

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

QP2010气相色谱-质谱联用仪: 日本岛津公司出品; EI电离源; 环己烷、甲醇均为分析纯。

1.2 仪器参数

色谱柱: DB-5MS石英毛细管柱 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm); 进样口温度280 °C; 载气 (高纯氦气) 流量为1.0 mL·min⁻¹; 分流比为20:1; 离子源温度250 °C; 质量扫描范围 *m/z* 40~450; 程序升温为初始温度80 °C, 保持2 min, 以20 °C·min⁻¹升至285 °C, 保持14 min。

1.3 样本处理

1.3.1 直接溶解法 称取5 mg甲基苯丙胺样本于试管中, 加入1 mL甲醇溶解, 离心后供GC/MS分析。

1.3.2 提取法 称取4份甲基苯丙胺样本, 每份各5 mg于4支试管中, 分别加入pH 8、10、12缓冲溶液及0.5%冰醋酸水溶液各1 mL, 再各加1 mL环己烷, 振荡提取10 min, 离心5 min, 供GC/MS分析。

2 结果与讨论

2.1 样本形态

本案中查获的浅粉色结晶外观形态与高纯度的冰毒十分相似, 但透明度、亮度和湿润程度略差, 手感上硬度比一般的高纯度冰毒硬。

2.2 成分分析

所分析的冰毒晶体中, 除检出甲基苯丙胺成分外, 其他主要添加成分为糖类碳水化合物, 冰毒晶体直接溶解后的GC/MS总离子流图示于图1。甲基苯丙胺的保留时间为3.277 min, 在3.422 min处的色谱峰为糖类碳水化合物。

2.3 不同pH值对提取效率的影响

由于本案晶体中甲基苯丙胺含量较低, 糖类掺杂剂的含量较高, 因此在样本检测过程中, 如果

将样本直接溶解后进行分析则会由于掺杂剂的浓度过大对进样口、色谱柱和检测器造成污染,特别是进行GC/MS分析时,由于掺杂剂的浓度过高而导致灯丝关闭,使后续的检测无法进行。为了有效地消除掺杂剂对检测的干扰,本文将样本用不同pH值的缓冲液溶解后,以溶剂提取,再进行GC/MS分析,由图2可见,在碱性条件pH 10、12条件下提取,能有效的降低或消除干扰,获得满意结果。

甲基苯丙胺结构中有氨基存在,在碱性条件下易溶于有机溶剂,为了考察溶液中pH值对提取效率的影响,分别在pH 8、10、12酸性条件用环己烷对甲基苯丙胺的提取效率进行研究,结果列于表1。

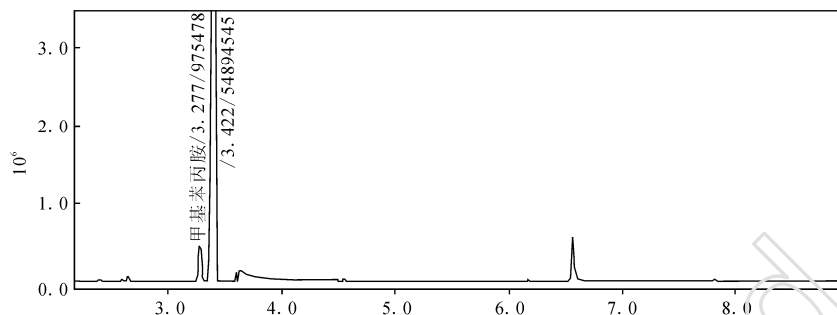


图1 样本直接溶解后的GC/MS分析总离子流图

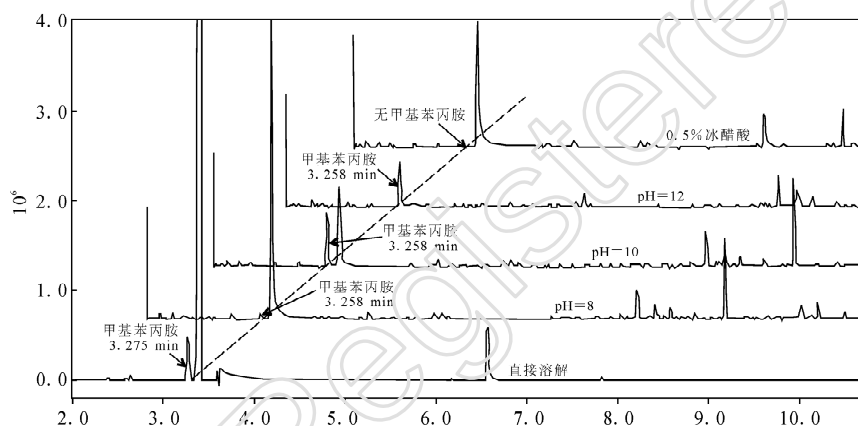


图2 不同pH值条件下的总离子流图比较

表1 不同pH值条件下的提取效率比较

提取条件	直接溶解	pH 8	pH 10	pH 12	0.5%冰醋酸
<i>m/z</i> 58离子的峰面积	710 914	52 419	651 507	537 803	0
提取效率/%	100	7.4	91.6	75.6	0

从表1可以看出,如果以直接溶解后所测得的甲基苯丙胺提取率为100%计算,则pH 10条件下的提取效率最高,达91.6%,pH 12时的提取效率则明显降低,为75.6%,说明甲基苯丙胺的提取并不是碱性越强越好,而是应当控制在一定pH值范围内。酸性条件下无回收,说明酸度是将盐态的甲基苯丙胺转变成游离态的重要因素。

相同色谱条件下,由于碱性提取后的药物以游离碱的形式存在,其分子量比盐形式的药物分子量小,因此色谱峰的保留时间稍有提前。

参考文献:

- [1] THURMAN E M. Distinguishing sympathamines from amphetamine and methamphetamine in urine by GC/MS [J]. J Anal Toxicology, 1992, 16: 14-16.
- [2] 孙 静. 非法苯丙胺类化合物简介及其分析技术[J]. 刑事技术, 1997, (4): 90-92.