

# Gas Chromatography/ Mass Spectrometry

# 作者:

Ethan McBride

Guido Verbeck

德克萨斯州丹顿北 德克萨斯大学

**Zachary Lawton** 

珀金埃尔默公司, 谢尔顿, CT

# 微萃取 - 便携式气质 联用仪在现场快速筛 选芬太尼类化合物

# 介绍

近年来,服用阿片类药物致死的人数,与日俱增,阿片类药物是一类人工合成的止痛药,类似于吗啡、鸦片、可待因和海洛因等天然的阿片类药物。阿片类药物正确服用适当的剂量,可作为治疗

剧烈疼痛的快速解决方案,并在世界卫生组织的基本药品清单上占有一席之地 ¹。但是阿片类药物和阿片剂类药物具有强烈的精神依赖和兴奋感,导致该类药物在全球范围内滥用严重。2017年,联合国毒品报告指出,阿片类药物不但有70%吸毒致病的,而且致死的比例相对高²。在美国,这个问题非常严重阿片类药物的滥用以及海洛因和芬太尼用量的增加,药物致死人数从1999年的16,849人/年增至2015年的52,404人/年²。



处方类阿片和阿片类药物的滥用是导致该类药物持续 蔓延的关键因素。新型精神药物的品种不断发展,使 得阿片类药物市场变得更加多样化。NPS 产自世界各 地的地下实验室,类似于药品含有芬太尼以及非阿片 类物质的仿制药<sup>2</sup>。因过量致死案件被查封的仿制药以 及海洛因,发现该类药物含有芬太尼类似物,如乙酰 芬太尼,3- 甲基芬太尼和高效阿片类药物卡芬太尼, 这类药物用于治疗大型动物的止痛药,其药效约为吗 啡的 1 万倍<sup>3</sup>。那些仿制药丸或粉末中药效和剂量变化, 对使用者、地下制毒者以及缉毒人员造成严重的危害。

阿片类药物的滥用日益严重,亟需建立一套用于滥用 药物和地下实验室中芬太尼类似物的筛查方法。

一直以来,气相色谱质谱联用仪作为管控药品的"黄金标准",可检测大部分的目标化合物。GC/MS 的样品从现场采集后,送至司法实验室进行检测,往往需要排期,花费数个月时间,而且台式 GC/MS 分析样品的时间比较长,需要 15-60min。

便携式 GC/MS, 在现场即可完成实验室的检测工作, 大大节省采样和分析的时间, 并获得快速、可靠的实验结果。

本文研究了 Torion T-9 便携式 GC/MS 筛查地下实验室 药物以及仿制类药剂中三种阿片类药物: 芬太尼、乙 酰芬太尼和卡芬太尼。采集得到的数据通过 Chromion 软件在 Wiley 的毒品数据库中进行检索匹配, 从样品 采集到结果确证, 只需短短的 8 分钟即可完成。

### Custodion®微萃取

微萃取针是 perkinelmer 公司一项全新的采样技术,集液体样品的采样和前处理为一体,适用于现场检测,如爆炸物和毒品。Custodion-CME 进样针内的线圈经惰性化处理,并精密地缠绕于针前段毛细管内,适用于液体样品的采集。Custodion®手柄由坚固耐用的塑料制作而成,一键操作控制捕集线圈的伸缩,如同使用圆珠笔一样简单方便。该微萃取针采用平头针设计,可避免扎伤,即使个人穿着防护装备也可单手灵活操作。

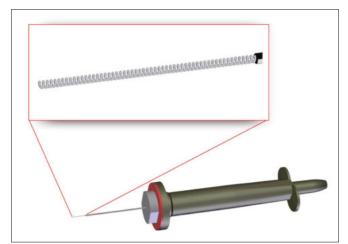


图 1. 配有可伸缩的捕集线圈 Custodion® 微萃取 (CME)。

# Torion T-9 便携式 GC-MS

Torion® T-9 便携式 GC/MS 在设计上特别注重便携性和快速分析,同时为您提供与实验室色谱仪器相媲美的工作性能。集低热质毛细管气相色谱和微型化环状离子阱质谱仪于一体,为您提供快速、可靠,简便的气相色谱质谱联用仪。该系统消耗功率极低,非常适合现场检测。Torion® T-9 便携式气质联用仪,总重量为 14.5kg,通用型样品采集设计,可满足现场快速的筛查分析,如环境中 VOCs/SVOCs、毒品检测、爆炸物、化学危险品和有害物质等方面的筛查。

#### 实验

#### 样品前处理

芬太尼、乙酰芬太尼、卡芬太尼和海洛因的分析纯级标准品购自 Cerilliant 公司。(Round Rock, TX, USA),浓度为 1.0 mg/mL。在北德克萨斯大学(美国德克萨斯州丹顿)模拟非法实验室合成芬太尼、乙酰芬太尼和卡芬太尼等药品

Custodion-CME 进样针对样品进行采集和进样。采用气密针,吸取 5µL 标准溶液直接注入 Custodion-CME 进样针的线圈上,并干吹 3-5 分钟。在现场,采样甲醇或乙腈对实验室合成的产品,以及在玻璃容器上的残留物进行溶解后筛查分析。微萃取针将捕集线圈伸出并浸入上述溶液中,萃取 10 秒钟后,移开液面并干吹 3-5 分钟,可降低溶剂的残留,然后置于 GC/MS 中分析。

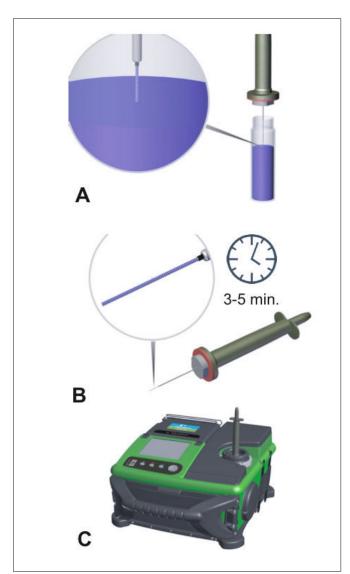


图 2. 展示了 CME 进样针的样品采集和进样的过程

#### 表 1. GC/MS 方法参数。

采样	微萃取针(CME)
采样方式	不分流进样
GC 进样口温度	270 °C
气相色谱柱	MXT-5, 5 m x 0.1 mm, 0.4 $\mu$ m d <sub>f</sub>
气相色谱柱温度	在 2°C/s 下 50-300°C,保持 60s
GC 载气	氦气,0.2 mL/min。
传输线温度	250 °C
电离源	EI
质量分析器	环状离子阱
质量范围	41 - 500 Da
检测器	电子倍增检测器
分辨率	在 300 amu 时 <0.5 m/z (最高至 500 amu)

# 结果与讨论

图 3 展示了甲醇溶液中卡芬太尼的 GC/MC 分析结果。 所有化合物在 Torion T-9 系统上得到确证。在芬太尼类 似物的筛查过程中,采用去卷积算法同时在 Wiley Designer Drug 2017 毒品数据库中进行搜库匹配,获得 准确的实验结果。

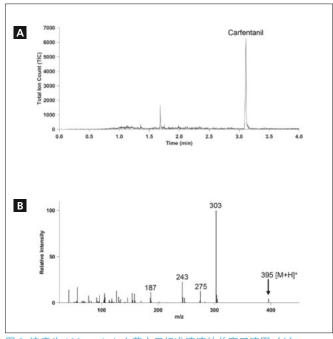


图 3. 浓度为 100 mg/mL 卡芬太尼标准溶液的总离子流图 (A)。 卡芬太尼的阳性的质谱图,其准分子离子峰为 m/z 395 (B)。

利用 Torion T-9 CME-GC/MS 系统成功建立滥用药物的 采集、分析和确证的方法,用于测定包括掺假的海洛因 以及人工合成的芬太尼类药物等司法鉴定相关的目标化 合物,图 4展示了CME-GC/MS系统用于筛查在海洛因 样品中芬太尼, 芬太尼含量为 5%, 溶剂为甲醇。图 5A 展示了 CME-GC/MS 筛查玻璃器皿上用于合成芬太尼类 药物的残留物, 经质谱图匹配等数据处理, 确证了玻璃 器皿上的残留物为芬太尼。图 5B展示了 Torion 环状离 子阱获得质谱图与 NIST 数据库质谱图比较, 质谱峰的响 应值有所不同, 芬太尼在 Torion 环状离子阱诱导碰撞下 可获得 [Fentanyl+H]+ 的准分子离子峰。

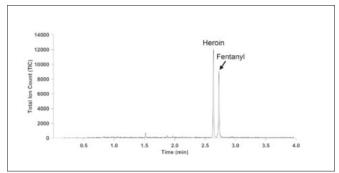


图 4 CME-GC/MS 系统用于筛查在海洛因样品中芬太尼, 芬太尼含量为5%,溶剂为乙腈

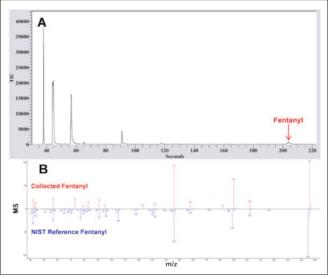


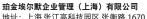
图 5 CME-GC/MS 分析在玻璃器皿上残留的芬太尼及其类似物的总 离子流图(A),溶剂为乙腈;Torion环状离子阱获得芬太尼质谱图 (蓝色)与 NIST 数据库芬太尼质谱图(红色)比较(B)

# 结论

本文利用微萃取针采样结合 Torion T-9 便携式 GC/MS 系统成功建立了模拟缉毒现场对芬太尼、乙酰芬太尼、 卡芬太尼以及海洛因等毒品的筛查方法。CME-GC/MS 系统与 Wiley 毒品数据库联用, 仅需 8 分钟即可快速地 确证滥用药物以及新型精神药物, 为现场筛查和获得司 法证据提供有力的工具。

#### 参考文献

- 1. World Health Organization. Executive Summary The Selection and Use of Essential Medicines 2017; Geneva, 2017.
- 2. United Nations Office on Drugs and Crime. World Drug Report 2017: Global Overview of Drug Demand and Supply. In World Drug Report 2017; 2017; p 68.
- 3. Marinetti, L. J.; Ehlers, B. J. A Series of Forensic Toxicology and Drug Seizure Cases Involving Illicit Fentanyl Alone and in Combination with Heroin, Cocaine or Heroin and Cocaine. J. Anal. Toxicol. 2014, 38 (8), 592-598.
- 4. Quick, D.; Choo, K.-K. R. Impacts of Increasing Volume of Digital Forensic Data: A Survey and Future Research Challenges. Digit. Investig. 2014, 11 (4), 273-294.
- 5. Science, N. A. of. Strengthening Forensic Science in the United States: A Path Forward; National Academies Press: Washington D.C., 2009.



地址: 上海 张江高科技园区 张衡路 1670 号

邮编: 201203 电话: 021-60645888 传真: 021-60645999 www.perkinelmer.com.cn

