



中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T 1008.1—2013

常见毒品的气相色谱、气相色谱-质谱 检验方法

第 1 部分：鸦片中五种成分

GC and GC-MS examination methods for drugs—
Part 1: Five components in opium

2013-01-16 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国公安部 发布

目 次

前言 Ⅲ

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂及标准物质、仪器及量器具 1

6 定性分析 2

7 定量分析 3

8 结果评价 5

附录 A（资料性附录） 鸦片中有有效成分的相关谱图 7

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利,本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

GA/T 1008《常见毒品的气相色谱、气相色谱-质谱检验方法》分为 12 个部分:

- 第 1 部分:鸦片中五种成分;
- 第 2 部分:吗啡;
- 第 3 部分:大麻中三种成分;
- 第 4 部分:可卡因;
- 第 5 部分:二亚甲基双氧安非他明;
- 第 6 部分:美沙酮;
- 第 7 部分:安眠酮;
- 第 8 部分:三唑仑;
- 第 9 部分:艾司唑仑;
- 第 10 部分:地西洋;
- 第 11 部分:溴西洋;
- 第 12 部分:氯氮卓。

本部分为 GA/T 1008 的第 1 部分。

本部分由全国刑事技术标准化技术委员会毒物分析标准化分技术委员会(SAC/TC 179/SC 1)提出并归口。

本部分起草单位:公安部物证鉴定中心。

本部分主要起草人:高利生、郑琿、张春水、钱振华、徐鹏、黄星、王一、王蔚昕、常颖、刘克林。

常见毒品的气相色谱、气相色谱-质谱 检验方法

第1部分：鸦片中五种成分

1 范围

GA/T 1008 的本部分规定了鸦片中有有效成分吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀的气相色谱-质谱(GC-MS)定性分析和吗啡的气相色谱(GC)定量分析。

本部分适用于毒品案件固体样品中吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀的定性检验鉴定及吗啡的定量检验鉴定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GA/T 122 毒物分析名词术语

JJF 1059—1999 测量不确定度的评定与表示

3 术语和定义

GA/T 122 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

本方法采用内标法或外标法进行质量控制,对疑似毒品固体样品中的吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀进行有机溶剂提取,用气相色谱-质谱联用(GC-MS)进行定性分析、气相色谱-氢火焰离子化检测器(GC-FID)对吗啡进行定量分析。

5 试剂及标准物质、仪器及量器具

5.1 试剂及标准物质

所用试剂均为分析纯:

- a) 甲醇。
- b) 氯仿。
- c) 异丙醇。
- d) 0.5%冰醋酸水溶液:取 0.5 mL 冰醋酸于 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,配制成 0.5%冰醋酸水溶液。
- e) 0.1M 氢氧化钠水溶液:取 0.46 g 氢氧化钠固体于 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,配制成 0.1M 氢氧化钠水溶液。

- f) 提取溶剂配制:将氯仿和异丙醇以 3:1 的比例混合,制备成提取溶剂。
- g) 可溯源标准物质:吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀。
- h) 5.0 mg/mL 吗啡标准储备液:称取吗啡标准物质(根据标准物质纯度换算后等于 125.0 mg 的吗啡),放入 25 mL 容量瓶中,加入 10 mL 甲醇振荡溶解后,用甲醇稀释至刻度,配制成 5.0 mg/mL 吗啡标准储备液,置冰箱冷冻保存,保存时间为 12 个月。
- i) 2 mg/mL 吗啡标准工作液:移取 5.0 mg/mL 吗啡标准储备液 10 mL 加入到 25 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,配制成 2 mg/mL 吗啡标准工作液,置冰箱中冷藏保存,保存时间为 6 个月。
- j) 1.0 mg/mL 混合标准工作液的配制:称取可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀标准物质(根据标准物质纯度换算后等于 25.0 mg 的各标准物质),放入同一个 25 mL 容量瓶中,向容量瓶中移入 5 mL 吗啡标准储备液,加入 10 mL 甲醇振荡溶解后,用甲醇稀释至刻度,配制成吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀各 1 mg/mL 的混合标准工作液,置冰箱中冷藏保存,保存时间为 12 个月。
- k) 内标物:丙基解痉素(SKF_{525A})。
- l) 内标物溶液:称取 SKF_{525A}(根据标准物质纯度换算后等于 500.0 mg 的 SKF_{525A}),放入 50 mL 容量瓶中,加入约 20 mL 甲醇,振摇至样品溶解,超声 5 min,用甲醇定容至刻度,配制成 10 mg/mL 的 SKF_{525A} 内标储备液(置于冰箱中冷冻保存,保存时间为 12 个月)。使用时用甲醇逐级稀释到 1.0 mg/mL。内标溶液应置于冰箱中冷藏保存,使用前取出放至室温后方可使用,保存时间为 3 个月。
- m) 内标定量用吗啡标准工作液:称取吗啡标准物质(根据标准物质纯度换算后等于 50.0 mg 的吗啡),放入 25 mL 容量瓶中,加入 1.0 mg/mL 的 SKF_{525A} 溶液 20 mL,振荡溶解后用 1.0 mg/mL 的 SKF_{525A} 溶液稀释至刻度,配制成 2.0 mg/mL 吗啡标准工作液,置冰箱中冷藏保存,使用前取出放至室温后方可使用,保存时间为 3 个月。

5.2 仪器及量器具

仪器及量器具包括:

- a) 气相色谱仪,配有火焰离子化检测器(FID);
- b) 气相色谱-质谱联用仪,配有电子轰击源(EI);
- c) 高速离心机,最大转速 8 000 r/min;
- d) 电子天平,实际分度值 $d=0.01\text{mg}$;
- e) 电动振荡器;
- f) 10 mL 和 1 mL 移液器或移液管;
- g) 10 mL 瓶口移液器。

6 定性分析

6.1 样品制备

称取约 100 mg 样品,加入 5 mL 0.5%冰醋酸水溶液,密封并超声提取 30 min,离心后取出上清液 4 mL 置于另一试管中,加入 0.1 M 的氢氧化钠水溶液,调节 pH 值为 8.7 ± 0.2 ,加入 2 mL 提取溶剂,密封并振荡 10 min,离心后取下层有机相,用 GC/MS 分析。如果样品溶液中目标物浓度过低,可适当增加样品称量重量 2 倍~5 倍,或浓缩后用 GC-MS 分析。

同时用 GC-MS 分析 0.01 mg/mL 的吗啡标准溶液、0.01 mg/mL 的可待因标准溶液、0.01 mg/mL 的蒂巴因标准溶液、0.01 mg/mL 的罂粟碱标准溶液、0.01 mg/mL 的那可汀标准溶液进行质量控制。

6.2 气相色谱-质谱联用仪参考条件

以下为参考条件,可根据不同品牌仪器和不同样品等实际情况进行调整:

- a) 离子源:EI;
- b) 质量范围:40 amu~500 amu;
- c) 采集方式:全扫描(Scan);
- d) 色谱柱类型:DB-5 MS 石英玻璃毛细柱(5%苯基+95%聚二甲基硅氧烷)或其他等效柱;
- e) 色谱柱参数:30 m×0.25 mm×0.25 μm;
- f) 色谱柱温程:初始温度 60 ℃,以 15 ℃/min 升温至 280 ℃ 保持 15 min;
- g) 进样口温度:280 ℃;
- h) 传输线温度:250 ℃;
- i) 离子源温度:230 ℃;
- j) 分流比:20:1;
- k) 载气:高纯氮气(He);
- l) 柱流量(恒流):1.0 mL/min;
- m) 倍增器电压:参考调谐状况;
- n) 溶剂切割:3 min。

7 定量分析

7.1 外标法

7.1.1 样品溶液的制备

平行称取样品 6 份,加入 5 mL 0.5%冰醋酸水溶液,密封并超声提取 30 min,离心后取出上清液 4 mL 置于另一试管中,加入 0.1 M 的氢氧化钠水溶液,调节 pH 值为 8.7±0.2,加入 1 mL 甲醇、2 mL 提取溶剂,密封并振荡 10 min,离心后取下层有机相,用 GC-FID 分析。

如果样品溶液中目标化合物的浓度过高或过低,可适当减少或增加样品称量重量。

7.1.2 标准样品溶液的制备

取 4 mL 0.5%冰醋酸水溶液置于试管中,加入 0.1 M 的氢氧化钠水溶液,调节 pH 值为 8.7±0.2,加入 1 mL 吗啡标准工作液,混匀。用 2 mL 提取溶剂振荡提取 10 min,离心后取下层有机相,用 GC-FID 分析。

7.1.3 气相色谱仪参考条件

以下为参考条件,按照本法所获得的气相色谱图参见图 A.1,可根据不同品牌仪器和不同样品等实际情况进行调整:

- a) 检测器:FID;
- b) 色谱柱型号:DB-5 石英玻璃毛细柱(5%苯基+95%聚二甲基硅氧烷)或其他等效柱;
- c) 色谱柱参数:30 m×0.25 mm×0.25 μm;
- d) 色谱柱温程:初始温度 160 ℃保持 1 min,以 20 ℃/min 升温至 280 ℃,保持 18 min;
- e) 进样口温度:280 ℃;
- f) 检测器温度:300 ℃;
- g) 载气:高纯氮气(N₂);

- h) 分流比:20:1;
- i) 柱流速(恒流):1 mL/min;
- j) 燃烧气:H₂;
- k) 燃烧气流速:按仪器默认值;
- l) 助燃气:空气;
- m) 助燃气流速:按仪器默认值。

7.1.4 含量计算

按照式(1)计算样品中吗啡的百分含量。

$$w = \frac{m_{\text{add}} \times A_{\text{sam}}}{A_{\text{std}} \times m} \times 1.25 \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w —— 鸦片样品中吗啡的百分含量;
- m_{add} —— 制备标准样品溶液时吗啡的添加量,单位为毫克(mg)(等于吗啡标准工作液的浓度);
- A_{sam} —— 鸦片样品溶液中吗啡的色谱峰面积值;
- A_{std} —— 标准样品溶液中吗啡的色谱峰面积值;
- m —— 用于测定的鸦片样品的称量重量,单位为毫克(mg);
- 1.25 —— 用于修正从 5 mL 冰醋酸提取液中移取 4 mL 进行下一步操作所形成的含量结果差异。

7.2 内标法

7.2.1 样品溶液的制备

平行称取样品 2 份(各 100 mg),加入 5 mL 0.5%冰醋酸水溶液,密封并超声提取 30 min,离心后取出上清液 4 mL 置于另一试管中,加入 0.1 M 的氢氧化钠水溶液,调节 pH 值为 8.7±0.2,加入 1 mL 1.0 mg/mL 的 SKF_{525A} 内标溶液,用 2 mL 提取溶剂振荡提取 10 min,离心后取下层有机相,用 GC-FID 分析。

7.2.2 标准样品溶液的制备

取 4 mL 0.5%冰醋酸水溶液置于试管中,加入 0.1 M 的氢氧化钠水溶液,调节 pH 值为 8.7±0.2,加入 1 mL 吗啡标准工作液,混匀,用 2 mL 提取溶剂振荡提取 10 min,离心后取下层有机相,用 GC-FID 分析。

7.2.3 气相色谱仪参考条件

同 7.1.3。

7.2.4 含量计算

按照式(2)计算样品中吗啡的百分含量。

$$w = \frac{m_{\text{add}} \times A_{\text{sam}/\text{Is}}}{A_{\text{st}/\text{Is}} \times m} \times 1.25 \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- w —— 鸦片样品中吗啡的百分含量;
- m_{add} —— 制备标准样品溶液时吗啡的添加量,单位为毫克(mg)(等于吗啡标准工作液的浓度);
- $A_{\text{sam}/\text{Is}}$ —— 鸦片样品溶液中吗啡的色谱峰面积与内标物色谱峰面积的比值;
- $A_{\text{st}/\text{Is}}$ —— 标准样品溶液中吗啡的色谱峰面积与内标物色谱峰面积的比值;

m ——用于测定的鸦片样品的称量重量,单位为毫克(mg);

1.25 ——用于修正从 5 mL 冰醋酸提取液中移取 4 mL 进行下一步操作所形成的含量结果差异。

8 结果评价

8.1 定性结果评价

8.1.1 GC-MS 分析 0.01 mg/mL 吗啡标准溶液,检测出吗啡 m/z 285 特征离子峰,样品浓度 100 mg/mL,未检测出吗啡 m/z 285 特征离子峰,阴性结果可靠。检验结果表述为:样品中未检出吗啡成分。

8.1.2 如果样品出峰时间与吗啡标准物质保留时间一致,且质谱特征峰及其丰度比与吗啡标准物质一致[吗啡的特征离子: m/z 285(基峰)、 m/z 268、 m/z 215、 m/z 162,吗啡的质谱图参见图 A.2],阳性结果可靠。检验结果表述为:样品中检出吗啡成分。

8.1.3 GC-MS 分析 0.01 mg/mL 标准溶液,检测出可待因 m/z 299 特征离子峰,样品浓度 100 mg/mL,未检测出可待因 m/z 299 特征离子峰,阴性结果可靠。检验结果表述为:样品中未检出可待因成分。

8.1.4 如果样品出峰时间与可待因标准物质保留时间一致,且质谱特征峰及其丰度比与可待因标准物质一致[可待因的特征离子: m/z 299(基峰)、 m/z 282、 m/z 229、 m/z 162,可待因的质谱图参见图 A.3],阳性结果可靠。检验结果表述为:样品中检出可待因成分。

8.1.5 GC-MS 分析 0.01 mg/mL 蒂巴因标准溶液,检测出蒂巴因 m/z 311 特征离子峰,样品浓度 100 mg/mL,未检测出蒂巴因 m/z 311 特征离子峰,阴性结果可靠。检验结果表述为:样品中未检出蒂巴因成分。

8.1.6 如果样品出峰时间与蒂巴因标准物质保留时间一致,且质谱特征峰及其丰度比与蒂巴因标准物质一致[蒂巴因的特征离子: m/z 311(基峰)、 m/z 296,蒂巴因的质谱图参见图 A.4],阳性结果可靠。检验结果表述为:样品中检出蒂巴因成分。

8.1.7 GC-MS 分析 0.01 mg/mL 那可汀标准溶液,检测出那可汀 m/z 220 特征离子峰,样品浓度 100 mg/mL,未检测出那可汀 m/z 220 特征离子峰,阴性结果可靠。检验结果表述为:样品中未检出那可汀成分。

8.1.8 如果样品出峰时间与那可汀标准物质保留时间一致,且质谱特征峰及其丰度比与那可汀标准物质一致[那可汀的特征离子: m/z 220(基峰)、 m/z 205,那可汀的质谱图参见图 A.5],阳性结果可靠。检验结果表述为:样品中检出那可汀成分。

8.1.9 GC-MS 分析 0.01mg/mL 罂粟碱标准溶液,检测出罂粟碱 m/z 338 特征离子峰,样品浓度 100 mg/mL,未检测出可待因 m/z 338 特征离子峰,阴性结果可靠。检验结果表述为:样品中未检出罂粟碱成分。

8.1.10 如果样品出峰时间与罂粟碱标准物质保留时间一致,且质谱特征峰及其丰度比与罂粟碱标准物质一致[罂粟碱的特征离子: m/z 338(基峰)、 m/z 324、 m/z 308、 m/z 154,罂粟碱的质谱图参见图 A.6],阳性结果可靠。检验结果表述为:样品中检出罂粟碱成分。

8.2 定量结果评价

8.2.1 外标法

8.2.1.1 异常值检验

根据 Grubbs 方程,按照式(3)对 6 份(或 5 份)平行测定数据进行可疑值判别,如果 $G_i < G_{\alpha(95)}$,则数

据有效,否则应剔除该数据,但只能剔除 1 个数据,否则本次测定无效,需要重新检验。

$$G_i = \frac{|x_i - x_0|}{s} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

x_i ——可疑值;

x_0 ——平均值;

s ——6 个(或 5 个)数据的单次测定标准差。

当测定次数 $n=6$ 时, $G_{6(95)}=1.822$; 当测定次数 $n=5$ 时, $G_{5(95)}=1.672$ 。

8.2.1.2 含量结果计算

以 6 份(或 5 份)样品含量测定的平均值作为含量结果。

8.2.2 内标法

8.2.2.1 含量结果有效性

对两个平行测定数据按照式(4)进行相对相差(RD)计算, RD 不超过 10%, 数据有效; 否则, 应重新检验。

$$RD = \frac{|X_1 - X_2|}{\bar{X}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

RD ——相对相差;

X_1 、 X_2 ——两个样品平行定量测定的含量数值;

\bar{X} ——两个样品平行定量测定含量的平均值。

8.2.2.2 含量结果计算

以两份样品测定含量的平均值作为含量结果。

8.3 含量结果表述

定量检验完成后, 检验结果应表述为: 从样品中检出吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀成分, 其中吗啡含量为 $\times\times.\times\%$ 。

8.4 测量不确定度的评定与表述

如需提供测量不确定度, 测定结果的不确定度评定与表述应符合 JJF 1059—1999 的要求。

附 录 A
(资料性附录)
鸦片中有有效成分的相关谱图

A.1 鸦片中有有效成分的色谱图及质谱图见图 A.1~图 A.6。

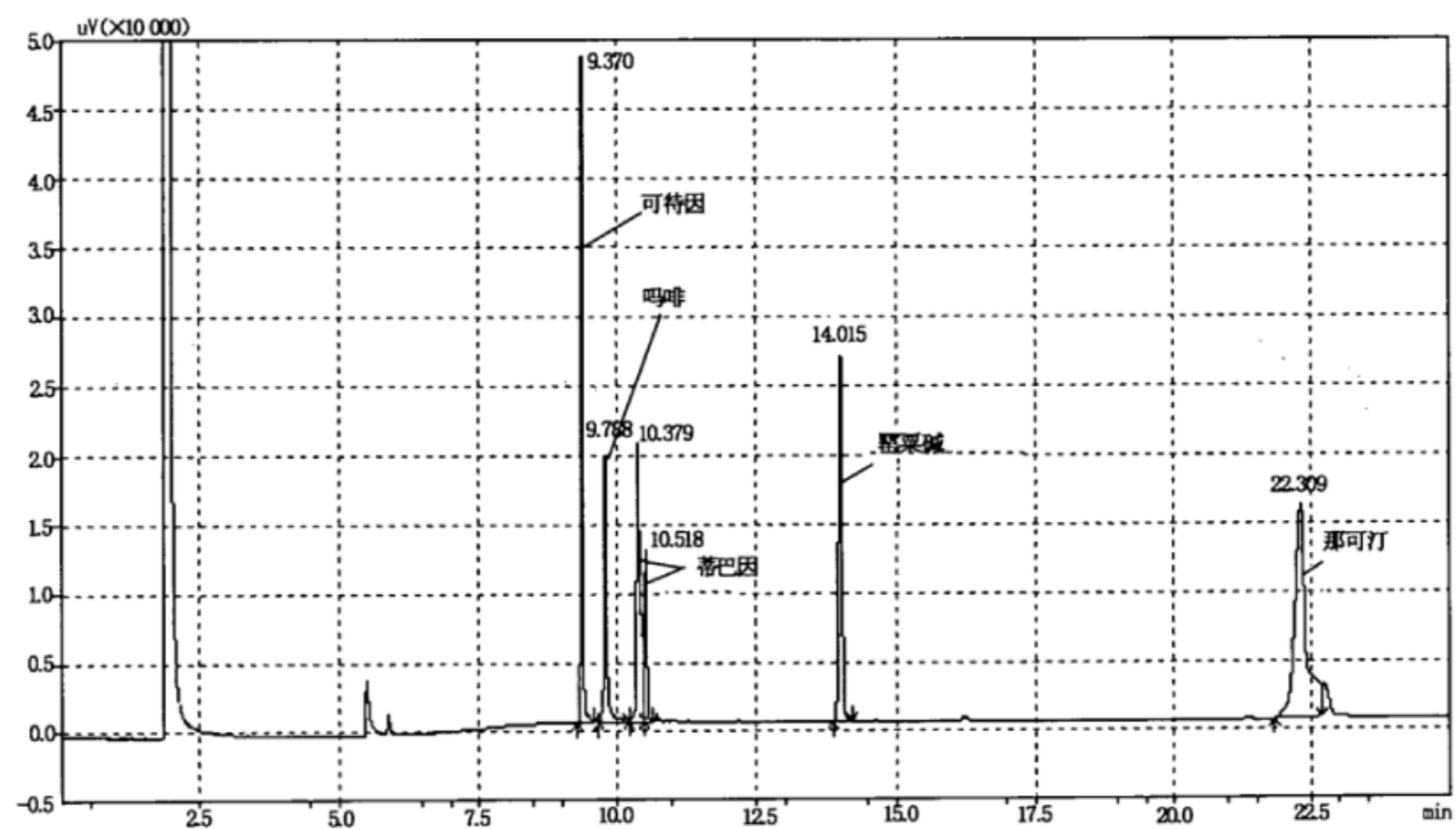


图 A.1 鸦片中有有效成分气相色谱图

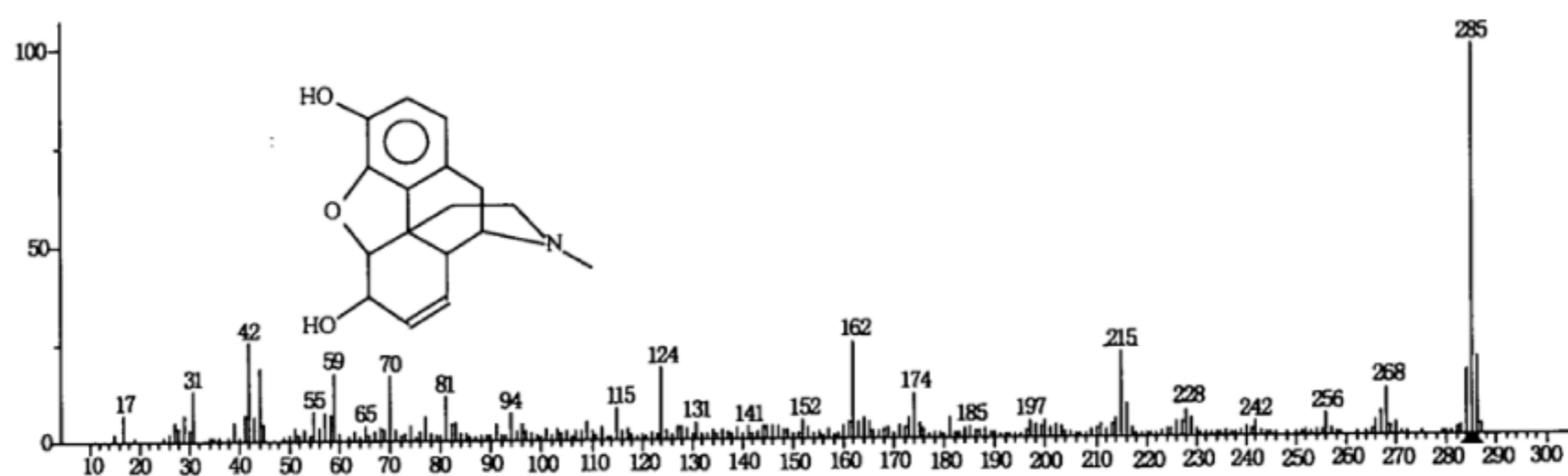


图 A.2 吗啡质谱图

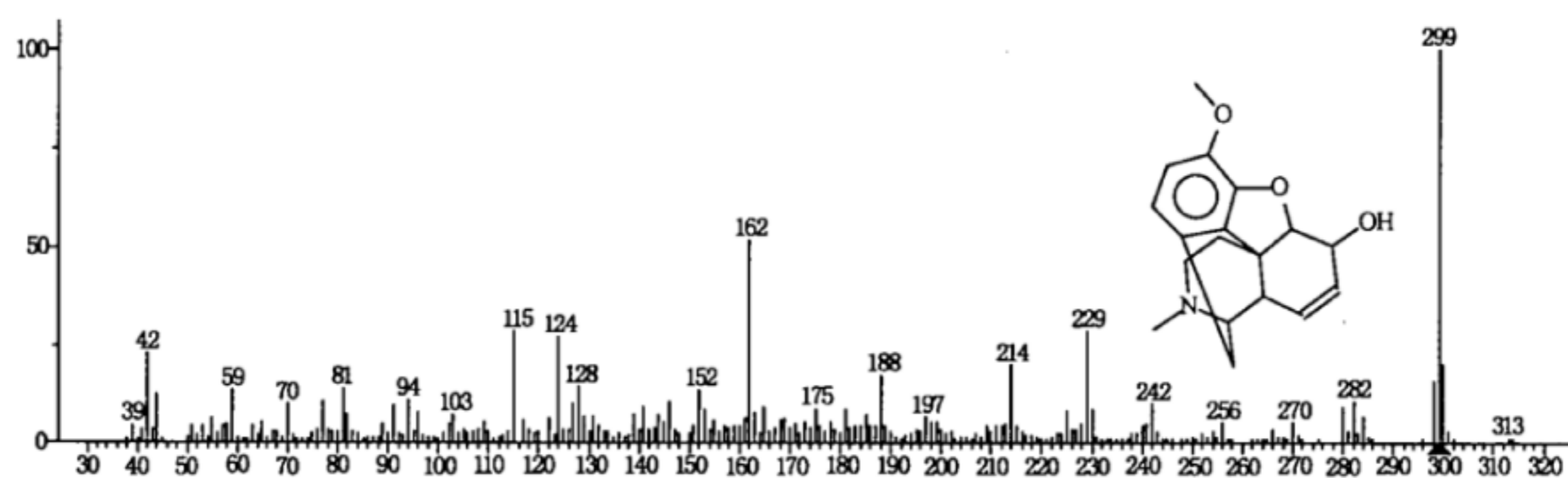


图 A.3 可待因质谱图

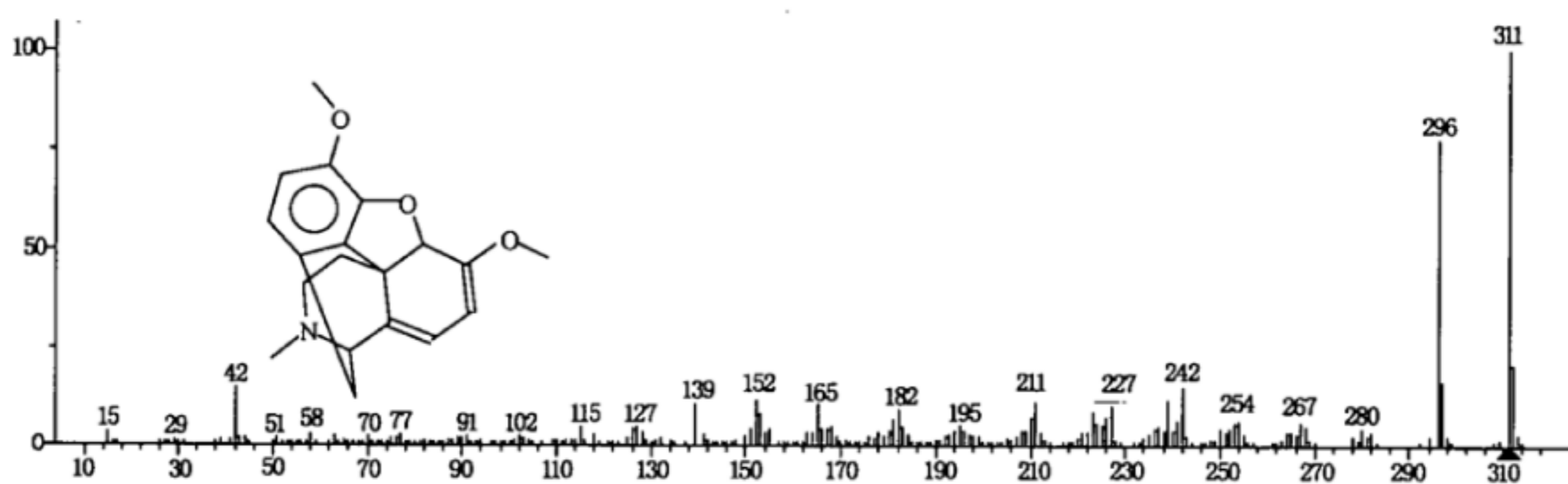


图 A.4 蒂巴因质谱图

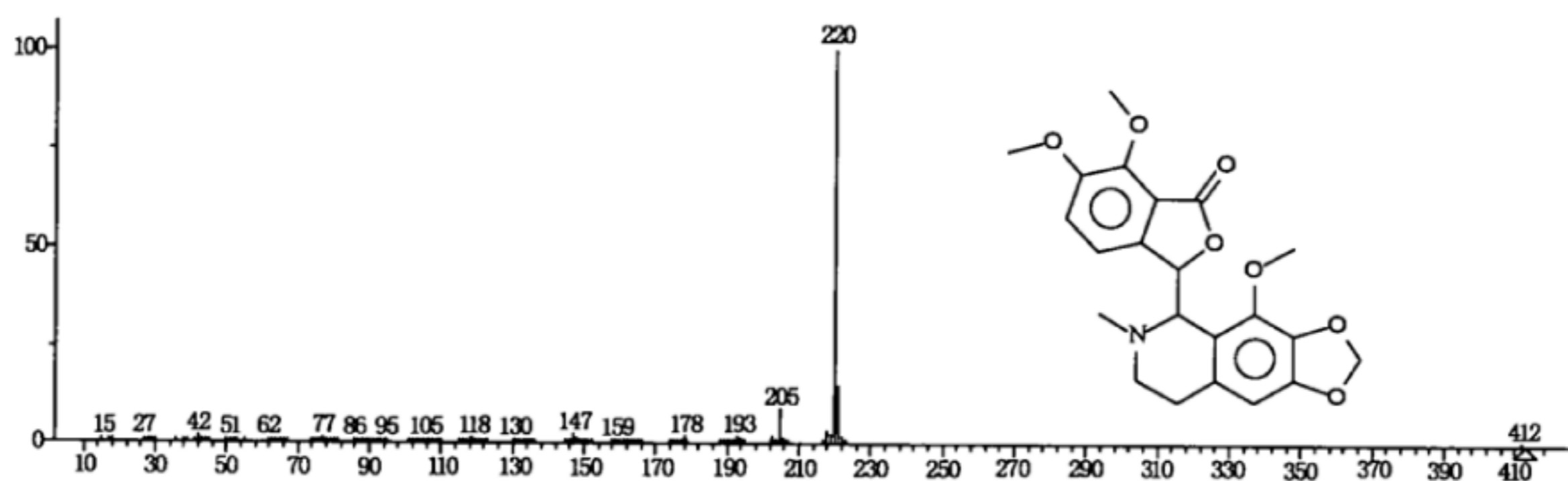


图 A.5 那可汀质谱图

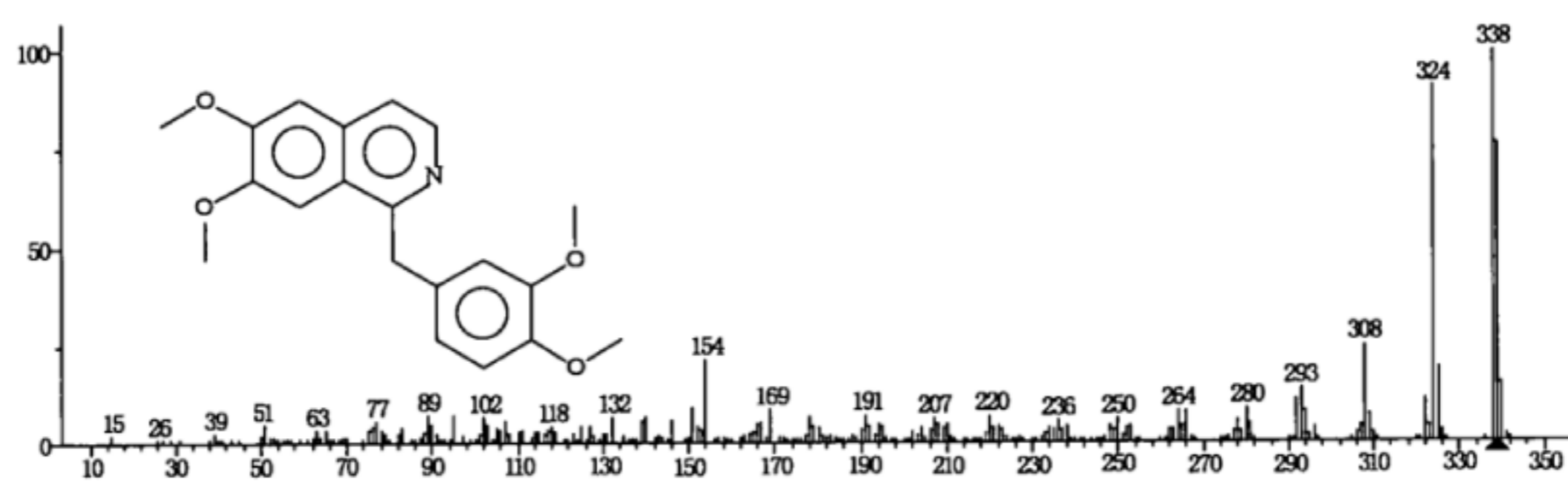


图 A.6 罂粟碱质谱图

中华人民共和国公共安全
行 业 标 准
常见毒品的气相色谱、气相色谱-质谱
检验方法

第 1 部分：鸦片五种成分

GA/T 1008.1—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2013 年 9 月第一版 2013 年 9 月第一次印刷

*

书号: 155066·2-25708 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GA/T 1008.1-2013