



中华人民共和国国家标准

GB/T 39879—2021

疑似毒品中鸦片五种成分检验 气相色谱和气相色谱-质谱法

Examination methods for five components in opium in suspected drugs—
Gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry

2021-04-30 发布

2021-08-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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 试剂和材料	1
6 仪器和设备	2
7 操作方法	2
7.1 定性分析	2
7.2 定量分析	3
8 结果评价与表述	5
8.1 定性结果评价	5
8.2 定量结果评价	5
8.3 结果表述	6
8.4 测量不确定度的评定与表述	6
9 检出限	6
附录 A (资料性附录) 鸦片中有有效成分的相关资料	7

前 言

本标准按照 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。

本标准由中华人民共和国公安部提出。

本标准由全国刑事技术标准化技术委员会(SAC/TC 179)归口。

本标准起草单位:公安部物证鉴定中心。

本标准主要起草人:高利生、郑琿、张春水、赵阳、钱振华、常颖、翟晚枫、李彭、赵彦彪、杨虹贤、郑晓雨、闻武、刘克林、黄星、王一、王蔚昕。

疑似毒品中鸦片五种成分检验 气相色谱和气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了疑似毒品鸦片固体样品中有效成分吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀的气相色谱-质谱(GC-MS)定性检验方法和吗啡的气相色谱(GC)定量检验方法的原理、试剂和材料、仪器和设备、操作方法以及结果评价与表述。

本标准适用于疑似毒品鸦片固体样品中吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀的定性分析和吗啡的定量分析。

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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 27418 测量不确定度评定和表示

GA/T 122 毒物分析名词术语

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

对疑似毒品固体样品中的吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀进行提取。采用气相色谱-质谱检测,以保留时间、特征离子碎片和离子丰度比作为定性判断依据;采用气相色谱检测,以色谱峰面积作为定量依据,用外标单点法或内标单点法对吗啡进行定量分析。

5 试剂和材料

5.1 试剂

实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水。除非另有说明,在分析中使用的试剂均为色谱纯。

5.1.1 甲醇。

5.1.2 内标物:丙基解痉素(SKF_{525A})(纯度不小于 95%)。

5.1.3 0.5%冰醋酸溶液:以配制 100 mL 为例,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%冰醋酸溶液。

5.1.4 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液:以配制 100 mL 为例,取 4.0 g 氢氧化钠固体于 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,配制成 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液。

5.1.5 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液:以配制 100 mL 为例,取 0.4 g 氢氧化钠固体于 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,配制成 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液。

5.1.6 提取溶剂:将氯仿和异丙醇以 3 : 1(体积比)的比例混合,制备成提取溶剂。

5.1.7 标准物质储备液:1.0 mg/mL 吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀标准物质储备液,0 °C~4 °C 冷藏保存,有效期 12 个月。

5.1.8 内标储备液:以配制 50 mL 为例,称取 SKF_{525A} 500 mg,用甲醇定容到 50 mL 容量瓶中,配制成 10 mg/mL 的 SKF_{525A} 内标储备液。0 °C~4 °C 冷藏保存,有效期 12 个月。

5.1.9 定性用标准工作溶液:移取吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀标准物质储备液适量,用甲醇稀释,配制成 0.1 mg/mL 的吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀混合标准工作溶液。0 °C~4 °C 冷藏保存,有效期 3 个月。

5.1.10 定性质控标准工作溶液:移取吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀标准物质储备液适量,用甲醇稀释,分别配制成 0.01 mg/mL 的吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀标准工作溶液。0 °C~4 °C 冷藏保存,有效期 1 个月。

5.2 材料

pH 试纸。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪(GC):配有氢火焰离子化检测器(FID)。

6.2 气相色谱-质谱仪(GC-MS):配有电子轰击源(EI)。

6.3 离心机。

6.4 电子天平:定性检验实际分度值 d 小于或等于 0.1 mg,定量检验实际分度值 d 小于或等于 0.01 mg。

6.5 涡旋振荡器。

6.6 超声波清洗器。

6.7 移液器或移液管。

6.8 容量瓶。

6.9 具盖离心管。

7 操作方法

7.1 定性分析

7.1.1 样品制备

称取约 100 mg~250 mg 样品于具盖离心管中,加入 5 mL 0.5% 冰醋酸溶液,密封并超声提取 30 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取出上清液 4 mL 置于另一试管中,加入 1.0 mol/L 或 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液,调节 pH 值为 8.7 ± 0.2 ,加入 2 mL 提取溶剂,密封并振荡 10 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取下层有机相作为样品溶液,供 GC-MS 分析。或根据实际需要,将上清液用甲醇稀释,稀释液作为样品溶液,供 GC-MS 分析。

7.1.2 仪器检测

7.1.2.1 气相色谱-质谱仪条件

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) 色谱柱:DB-5 MS 石英玻璃毛细柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或其他等效柱;
- b) 色谱柱温程:初始温度 60 °C,以 15 °C/min 速率升温至 300 °C,保持 15 min;
- c) 进样口温度:280 °C;
- d) 传输线温度:250 °C;
- e) 离子源温度:230 °C;
- f) 进样方式:分流进样,分流比为 20:1;
- g) 载气:高纯氦气;
- h) 柱流量(恒流):1.0 mL/min;
- i) 质量范围:40 u~500 u;
- j) 采集方式:全扫描(Scan);
- k) 溶剂延迟时间:3 min。

7.1.2.2 进样

分别吸取样品空白(提取溶剂)、样品溶液、标准溶液空白(提取溶剂)和定性用标准工作溶液适量,按 7.1.2.1 条件进样分析。或根据实际需求,再分别吸取标准溶液空白(提取溶剂)和定性质控标准工作溶液,按 7.1.2.1 条件进行分析。

7.2 定量分析

7.2.1 外标单点法

7.2.1.1 标准添加溶液制备

取 4 mL 0.5%冰醋酸水溶液置于试管中,加入 1.0 mol/L 或 0.1 mol/L 氢氧化钠水溶液,调节 pH 值为 8.7±0.2,加入 1 mL 吗啡标准物质储备液,混匀。用 2 mL 提取溶剂振荡提取 10 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取下层有机相作为标准添加溶液,供 GC 分析。

7.2.1.2 样品制备

平行称取样品 2 份或 6 份(需要对定量结果进行不确定度评定时取 6 份)各约 100 mg 于具盖离心管中,加入 5 mL 0.5%冰醋酸水溶液,密封并超声提取 30 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取出上清液 4 mL 置于另一试管中,加入 1.0 mol/L 或 0.1 mol/L 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,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取下层有机相作为样品溶液,供 GC-FID 分析。

当下层有机相中目标物浓度过高或过低时,减少或增加样品称量质量,使样品溶液中目标物的浓度在所用标准样品溶液浓度的(100±30)%范围内。

7.2.1.3 仪器检测

7.2.1.3.1 气相色谱仪条件

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) 色谱柱:DB-5 石英玻璃毛细柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)或其他等效柱;

- b) 色谱柱温程:初始温度 160 ℃,保持 1 min,以 20 ℃/min 速率升温至 280 ℃,保持 18 min;
- c) 进样口温度:280 ℃;
- d) 检测器温度:300 ℃;
- e) 载气:高纯氮气;
- f) 进样方式:分流进样,分流比为 20 : 1;
- g) 柱流速(恒流):1 mL/min;
- h) 燃烧气:氢气;
- i) 燃烧气流速:仪器默认值;
- j) 助燃气:空气;
- k) 助燃气流速:仪器默认值。

7.2.1.3.2 进样

分别吸取样品空白(提取溶剂)、样品溶液、标准样品空白(提取溶剂)和标准添加溶液,按 7.2.1.3.1 条件进样分析。当称取 2 份样品时,每份样品进样 2 针~3 针。

7.2.1.4 计算含量

按照公式(1)计算样品中吗啡含量(质量分数)。

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

式中:

- ω ——样品中吗啡的含量(质量分数);
- m_{add} ——标准添加溶液提取时吗啡的添加量,单位为毫克(mg);
- A_{sam} ——样品溶液中吗啡的色谱峰面积值的平均值;
- A_{std} ——标准样品溶液中吗啡的色谱峰面积值;
- m ——样品的称量质量,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。

7.2.2 内标单点法

7.2.2.1 标准添加溶液制备

取 4 mL 0.5%冰醋酸溶液置于试管中,加入 1.0 mol/L 或 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液,调节 pH 值为 8.7 ± 0.2 ,加入 1 mL 吗啡标准储备液、100 μL 内标储备液,混匀,用 2 mL 提取溶剂振荡提取 10 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取下层有机相作为标准添加溶液,供 GC 分析。

7.2.2.2 样品制备

平行称取样品 2 份或 6 份(需要对定量结果进行不确定度评定时取 6 份)各约 100 mg 于具盖离心管中,加入 5 mL 0.5%冰醋酸溶液,密封并超声提取 30 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取出上清液 4 mL 置于另一试管中,加入 1.0 mol/L 或 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液,调节 pH 值为 8.7 ± 0.2 ,加入 1 mL 甲醇、100 μL 内标储备液,混匀,用 2 mL 提取溶剂振荡提取 10 min,以不低于 4 000 r/min 离心 5 min,取下层有机相作为样品溶液,供 GC 分析。

7.2.2.3 仪器检测

7.2.2.3.1 气相色谱仪条件

同 7.2.1.3.1。

7.2.2.3.2 进样

分别吸取样品空白(提取溶剂)、样品溶液、标准样品空白(提取溶剂)和标准添加溶液,按 7.2.1.3.1 条件进样分析。当称取 2 份样品时,每份样品进样 2 针~3 针。

7.2.2.4 计算含量

按照公式(2)计算样品中吗啡含量(质量分数)。

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

式中:

ω ——样品中吗啡的含量(质量分数);

m_{add} ——标准添加溶液提取时吗啡的添加量,单位为毫克(mg),等于吗啡标准物质储备液的浓度值;

$A_{\text{sam/IS}}$ ——样品溶液中吗啡与内标物的色谱峰面积比的平均值;

$A_{\text{st/IS}}$ ——标准样品溶液中吗啡与内标物的色谱峰面积比;

m ——样品的称量质量,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 结果评价与表述

8.1 定性结果评价

8.1.1 阳性结果评价:在相同条件下进行测定时,样品溶液中的目标物与浓度接近的定性用标准工作溶液中的目标物相比,色谱峰保留时间一致(相对误差在 $\pm 1\%$ 之内)、质谱特征离子一致,且各离子丰度比相对偏差不超过表 1 规定的范围,样品空白无干扰,则可判断样品中检出目标物。吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀质谱图、质谱特征离子参见附录 A。

表 1 特征离子丰度比的最大允许相对偏差范围

特征离子丰度比	>50%	>20%~50%	>10%~20%	≤10%
最大允许相对偏差	±10%	±15%	±20%	±50%

8.1.2 阴性结果评价:扣除背景后,100 mg/mL 样品溶液中未出现与定性质控标准工作溶液中目标物一致的特征离子,标准溶液空白无干扰,则可判断样品中未检出目标物。

8.2 定量结果评价

8.2.1 相对相差检验

平行称取 2 份样品时,测定数据按照公式(3)计算相对相差(RD)。

$$RD = \frac{|w_1 - w_2|}{\bar{w}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

RD ——相对相差;

w_1, w_2 ——两份样品平行定量测定的含量(质量分数)数值;

$\bar{w}$ ——两份样品平行定量测定的含量(质量分数)平均值。

当 RD 小于或等于 10% 时,数据有效;当 RD 大于 10% 时,需要重新检验。

8.2.2 异常值检验

平行称取 6 份样品时,测定数据按照公式(4)进行 Grubbs 可疑值判别。

$$G_i = \frac{|w_i - w_0|}{s} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

G_i ——Grubbs 统计值;

w_i ——可疑值;

w_0 ——6 个(5 个)数据的平均值;

s ——6 个(5 个)数据的单次测定标准差。

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

G_i 小于 $G_{n(95)}$ 时,数据有效; G_i 大于或等于 $G_{n(95)}$ 时,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。

8.2.3 定量结果计算

8.2.3.1 平行称取 2 份样品时,以 2 份样品含量测定的平均值作为定量结果。

8.2.3.2 平行称取 6 份样品时,以 6 份(5 份)样品含量测定的平均值作为定量结果。

8.3 结果表述

8.3.1 阳性结果应表述为: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……。含量用百分数表示。

8.3.2 阴性结果应表述为:从样品中未检出吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀成分。

8.4 测量不确定度的评定与表述

如需提供测量不确定度,定量结果的不确定度评定和表述按 GB/T 27418 执行。

9 检出限

本方法鸦片中有效成分吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可汀的方法检出限均为 0.05%。

附录 A (资料性附录)

鸦片中有有效成分的相关资料

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。

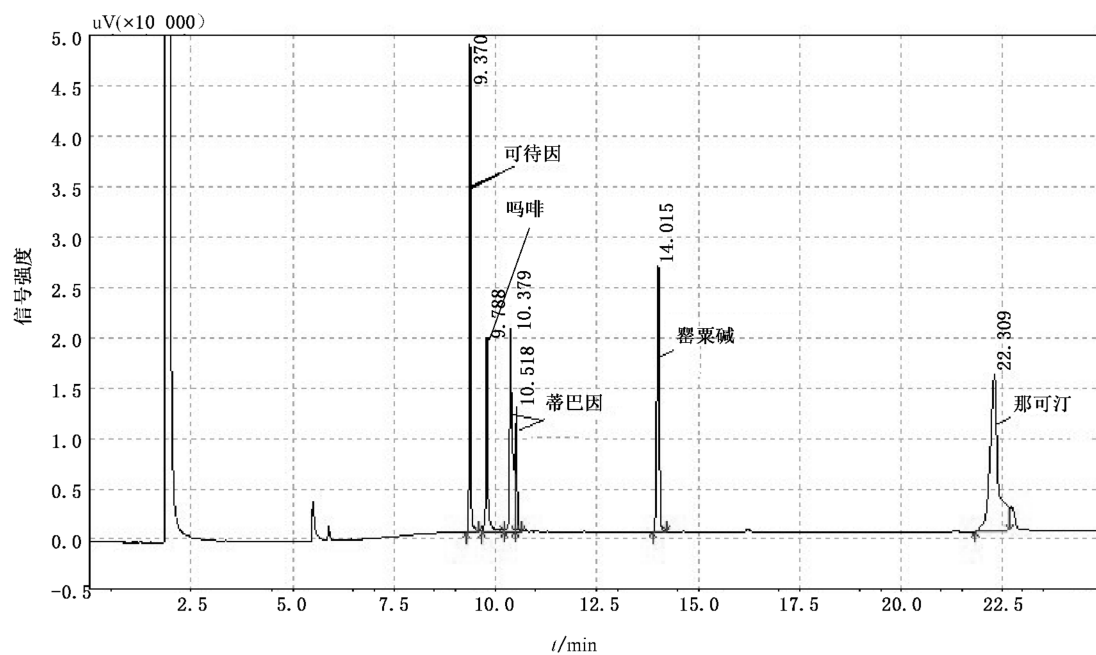


图 A.1 鸦片中有有效成分气相色谱图

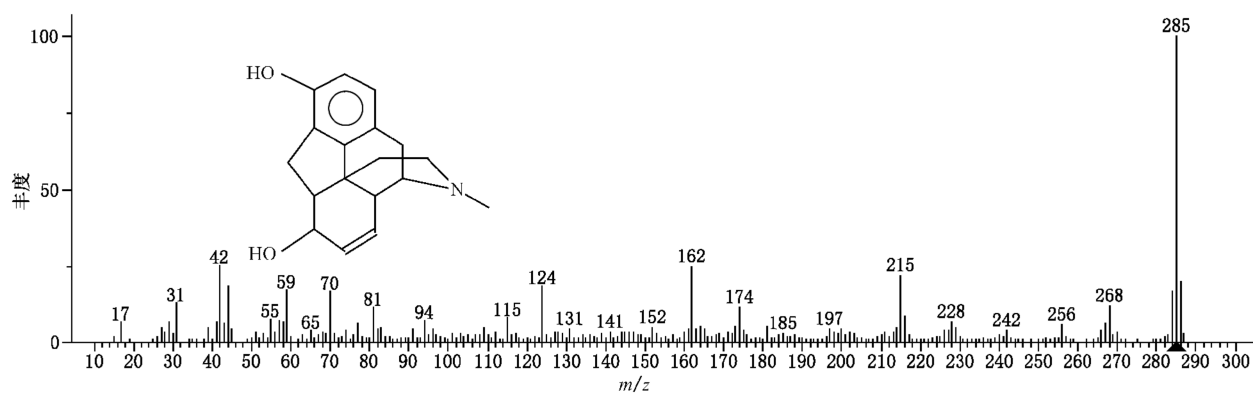


图 A.2 吗啡质谱图

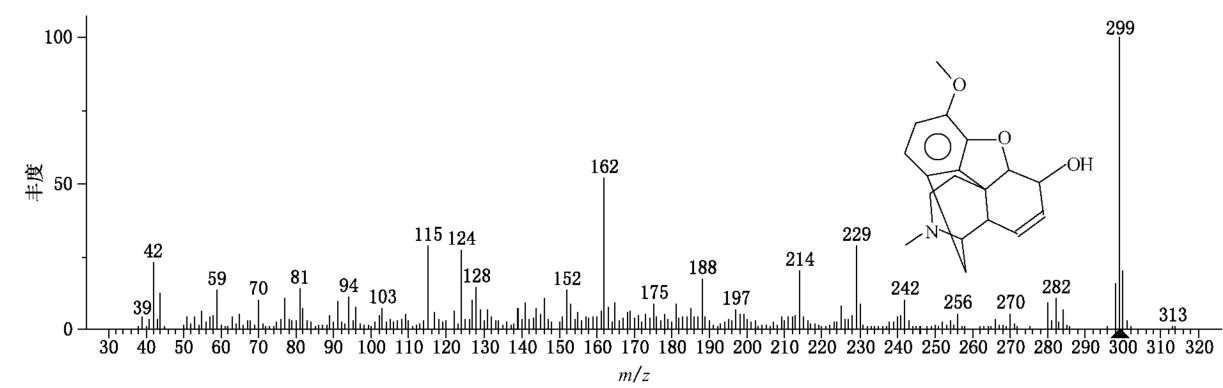


图 A.3 可待因质谱图

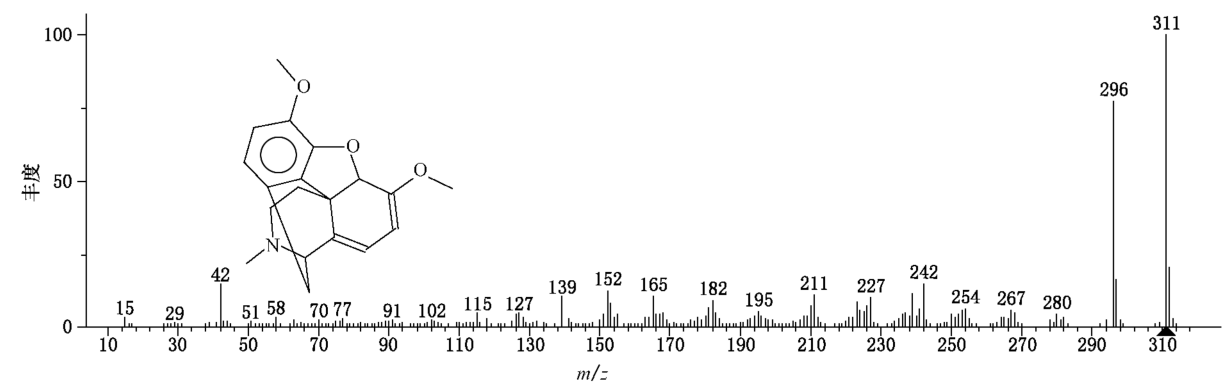


图 A.4 蒂巴因质谱图

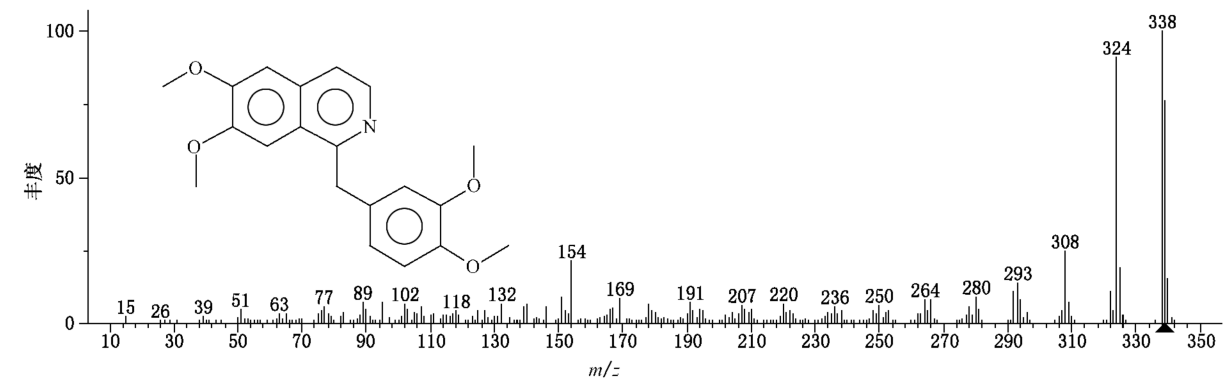


图 A.5 罂粟碱质谱图

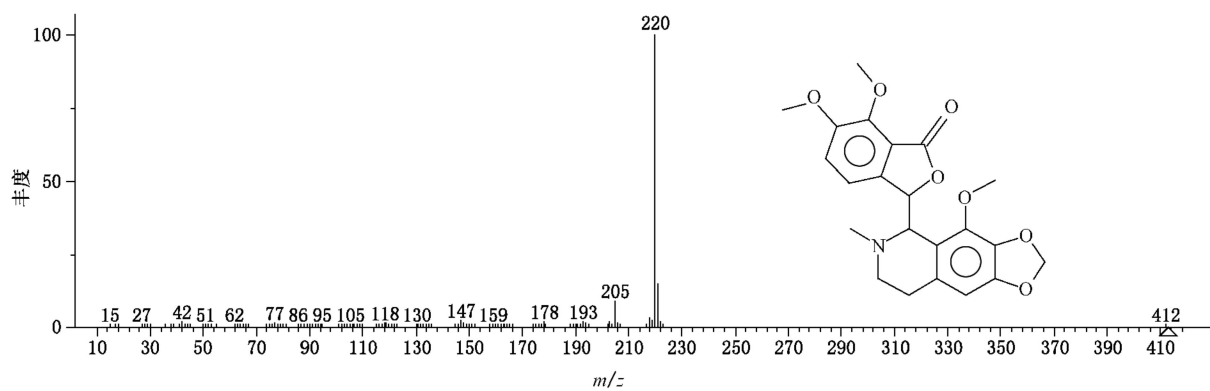


图 A.6 那可汀质谱图

A.2 质谱特征离子见表 A.1。

表 A.1 质谱特征离子

名称	质谱特征离子 m/z
吗啡	285 *、268、215
可待因	299 *、282、229
蒂巴因	311 *、296
罂粟碱	338 *、324、308
那可汀	220 *、205
注：* 表示基峰。	

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
疑似毒品中鸦片五种成分检验
气相色谱和气相色谱-质谱法

GB/T 39879—2021

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

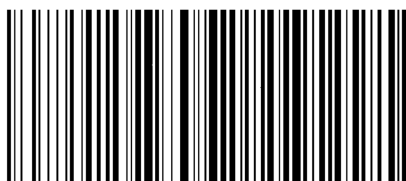
服务热线: 400-168-0010

2021年4月第一版

*

书号: 155066 · 1-67001

版权专有 侵权必究



GB/T 39879-2021



码上扫一扫 正版服务到