

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 439—2023

毛发中氟胺酮、去甲氟胺酮的测定 液相色谱-串联质谱法

Detection of F-Ketamine and Nor-F-Ketamine hydrochloride in hair by
liquid chromatography-tandem mass spectrometry

2023 - 01 - 16 发布

2023 - 01 - 22 实施

广西标准化协会 发布

前 言

本文件参照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由广西司法鉴定协会提出、归口并宣贯。

本文件起草单位：广西警察学院刑事科学技术学院、广西金桂司法鉴定中心、广西公安厅禁毒情报技术中心、南宁市公安局禁毒支队毒品检验技术鉴定科、柳州市公安局禁毒支队六大队（技术大队）、梧州市公安局物证鉴定所、贺州市公安局物证鉴定所、珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司。

本文件主要起草人：何国标、莫旖、李秋兰、杨艳芳、李海燕、李骏波、伍文坚、陆莉冬、魏东英、洪乙文、李宏森、李承虎、蒙卫宁、李可、何晓东、谢晓英、张礎静、何秋义、韦崇林、林广、李想。

毛发中氟胺酮、去甲氟胺酮的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件描述了用液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)测定毛发中氟胺酮、去甲氟胺酮的方法。本文件适用于毛发中氟胺酮及去甲氟胺酮的定性分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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

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

4.1 毛发样品经清洗和冷冻研磨后,用甲醇超声提取,用液相色谱-串联质谱进行检测,以保留时间作为参考,以质谱特征碎片离子峰和离子对相对丰度比作为判断依据进行定性分析,以平行操作的空白样品、添加样品作为对照进行判定。

4.2 氟胺酮、去甲氟胺酮基本信息参见附录 A。

5 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的要求。

5.1 甲醇:HPLC 级。

5.2 50%甲酸溶液:HPLC 级。

5.3 乙酸铵:HPLC 级。

5.4 丙酮。

5.5 甲氧那明(内标物)。

5.6 含 0.1%甲酸的 5 mmol/L 乙酸铵水溶液(以配制 500 mL 为例):称取 0.1925 g 乙酸铵(5.3),加水溶解后,再加入 0.5 mL 甲酸(5.2),用水稀释至 500 mL,混匀。

5.7 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 氟胺酮、去甲氟胺酮标准液:市售氟胺酮、去甲氟胺酮标准物质溶液。密封,置于冰箱中冷冻保存,保存时间 12 个月。

5.8 100 ng/mL 氟胺酮、去甲氟胺酮混合标准物质工作溶液:移取 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 氟胺酮、去甲氟胺酮标准液(5.7)各 10 μL 置于 10 mL 容量瓶中,加入适量甲醇溶解并定容至刻度,配制成 100 ng/mL 氟胺酮、去甲氟胺酮混合标准物质工作溶液。密封,置于冰箱中冷藏保存,保存时间 3 个月。

5.9 1.0 mg/mL 甲氧那明标准储备溶液:称取甲氧那明(5.5) 10 mg 于 10 mL 容量瓶中,加入适量甲醇溶解并定容至刻度,配制成 1.0 mg/mL 甲氧那明标准储备溶液。密封,置于冰箱中冷冻保存,保存时间 12 个月。

5.10 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 甲氧那明标准工作溶液:移取 1.0 mg/mL 甲氧那明标准储备溶液(5.9) 10 μL 置于 10 mL 容量瓶中,加入适量甲醇溶解并定容至刻度,配制成 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 甲氧那明标准工作溶液。密封,置于冰箱中冷藏保存,保存时间 3 个月。

5.11 2.0 ng/mL 甲氧那明标准工作溶液:移取 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 甲氧那明标准工作溶液(5.10) 100 μL 置于 50 mL 容量瓶中,加入甲醇定容至刻度,配制成 2.0 ng/mL 甲氧那明标准工作溶液。密封,置于冰箱中

冷藏保存，保存时间3个月。

5.12 具盖离心管。

5.13 具盖研磨管。

6 仪器设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源(ESI)。

6.2 电子天平：感量 0.1 mg。

6.3 高速离心机。

6.4 超声波清洗仪。

6.5 冷冻研磨仪。

6.6 恒温水浴锅。

6.7 微量移液器：200 μ L。

6.8 移液管或移液器：1.0 mL。

7 操作方法

7.1 样品前处理

7.1.1 毛发清洗

毛发样品依次用适量(以泡过样品为宜)的水和丙酮(5.4)各振荡洗涤两次，晾干后剪成约1 mm段，置于冷冻研磨仪中粉碎4 min，呈粉末状。

7.1.2 案件样品

称取毛发粉末20 mg，加入1.0 mL内标甲氧那明标准工作液(5.11)，超声30 min，10 000 r/min下离心5 min，移取上清液，于60 $^{\circ}$ C水浴空气流下吹干。残留物用200 μ L甲醇复溶，供仪器分析。

7.1.3 空白样品

空白毛发样品按7.1.1的要求处理后，取20 mg按7.1.2的要求与案件样品平行提取操作。

7.1.4 添加样品

空白毛发样品按7.1.1的要求处理后，取20 mg加入10 μ L氟胺酮、去甲氟胺酮混合标准物质工作溶液(5.8)，按7.1.2的要求，与案件样品平行提取操作。

7.2 仪器检测

7.2.1 仪器条件

7.2.1.1 液相色谱条件

以下为参考条件，可根据不同仪器实际进行调整：

a) 色谱柱：ZORBAX Eclipse Plus C18(2.1 cm \times 50 mm, 1.8 μ m)，或其他等效柱；

b) 流动相：A为5 mmol/L 乙酸铵和0.1%甲酸缓冲液，B为甲醇，流动相洗脱梯度见表1；

表1 流动相梯度洗脱程序

时间(min)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0.00	95	5
0.50	70	30
3.50	70	30
5.00	30	70
6.00	30	70
6.50	5	95

表1 流动相梯度洗脱程序 (续)

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
8.00	5	95
8.10	95	5
10.00	95	5

c) 流速: 0.3 mL/min;

d) 柱温: 35 °C;

e) 进样量: 1.0 μL。

7.2.1.2 质谱条件

以下条件作为参考, 可根据不同仪器实际情况进行调整:

a) 离子源: 电喷雾电离-正离子模式 (ESI+);

b) 检测方式: 多反应监测 (MRM);

c) 离子源电压 (IS): 4 800V;

d) 碰撞气 (CAD)、气帘气 (CUR)、雾化气 (GS1)、辅助气 (GS2) 均为高纯氮气, 使用前调节各气流流量以使质谱灵敏度达到检测要求;

e) 喷雾电压 (IS)、去簇电压 (DP)、碰撞能量 (CE) 等电压值应优化至最佳灵敏度。

7.2.1.3 定性离子对和保留时间

在以上色谱、质谱条件下, 氟胺酮、去甲氟胺酮和内标物甲氧那明的定性离子对和保留时间见表2。氟胺酮、去甲氟胺酮和甲氧那明的MRM色谱图参见附录B图B. 1~图B. 3。

表2 氟胺酮、去甲氟胺酮和甲氧那明的定性离子对和保留时间

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (V)	碰撞能量 (eV)	保留时间 (min)
氟胺酮 (F-Ketamine)	222.30	109.10	24	47	1.60
		163.00	26	21	
去甲氟胺酮 (Nor-F-Ketamine)	208.20	191.10	26	14	1.58
		109.10	24	38	
甲氧那明 (Orthoxine)	180.20	121.08	10	24	2.01
		148.80	10	16	

7.2.2 进样

分别吸取案件样品、空白样品和添加样品提取液, 按7.2.1的条件进样分析。

7.2.3 记录

记录案件样品、空白样品和添加样品中氟胺酮和去甲氟胺酮可疑色谱峰的保留时间、特征离子和离子对丰度比。

7.2.4 定性判断依据

7.2.4.1 以保留时间作为参考, 以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。

7.2.4.2 如果案件样品中出现氟胺酮和去甲氟胺酮的两对定性离子对的特征色谱峰, 保留时间与添加样品中相应标准物质的色谱峰保留时间一致 (相对误差在±2.5%内), 且定性离子对丰度比与浓度相近添加样品的离子对丰度比的最大允许偏差不超过表3规定的范围, 则可判断案件样品中存在该种目标物。

表3 离子对丰度比的最大允许偏差范围

相对离子对丰度比/(%)	>50	20<X≤50	10<X≤20	≤10
最大允许的相对误差/(%)	±20	±25	±30	±50

8 结果评价

8.1 阴性结果评价

- 8.1.1 如果案件样品中仅检出内标甲氧那明，未检出氟胺酮和去甲氟胺酮，则阴性结果可靠。
- 8.1.2 如果案件样品中未检出内标甲氧那明，则阴性结果不可靠。

8.2 阳性结果评价

- 8.2.1 如果案件样品中检出氟胺酮或去甲氟胺酮、并检出内标甲氧那明，且空白样品无干扰，则阳性结果可靠。
- 8.2.2 如果案件样品中检出氟胺酮或去甲氟胺酮但未检出内标甲氧那明，则阳性结果不可靠。
- 8.2.3 如果空白样品中检出氟胺酮或去甲氟胺酮，则阳性结果不可靠。

9 检出限

氟胺酮的方法检出限为0.01 ng/mg，去甲氟胺酮的方法检出限为0.01 ng/mg。

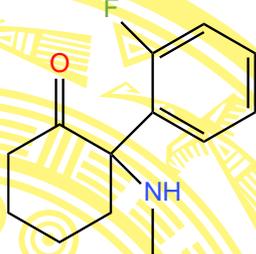
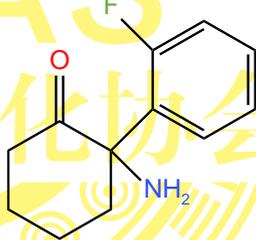
附录 A

(资料性)

氟胺酮、去甲氟胺酮基本信息

氟胺酮、去甲氟胺酮基本信息见表A.1。

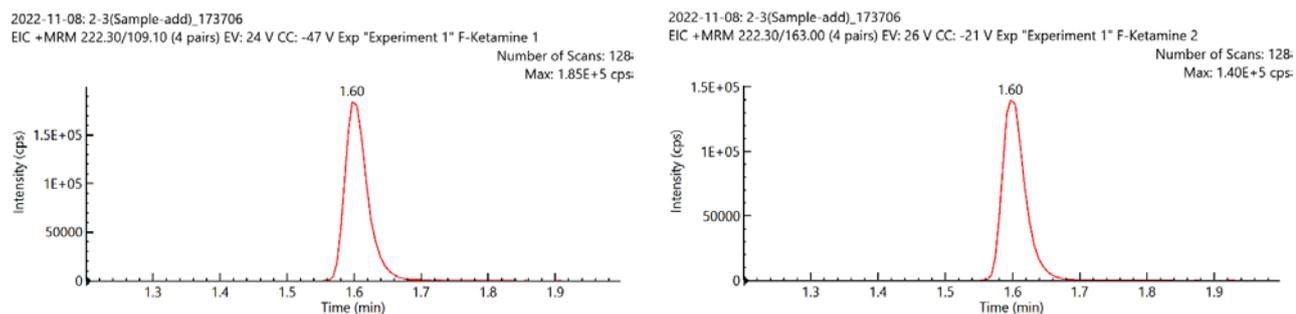
表A.1 氟胺酮、去甲氟胺酮基本信息表

化合物	化学式	结构式	CAS 编号
氟胺酮 (F-Ketamine)	$C_{13}H_{16}OFN$		111982-50-4
去甲氟胺酮 (Nor-F-Ketamine)	$C_{12}H_{15}OFN$		1956327-92-6

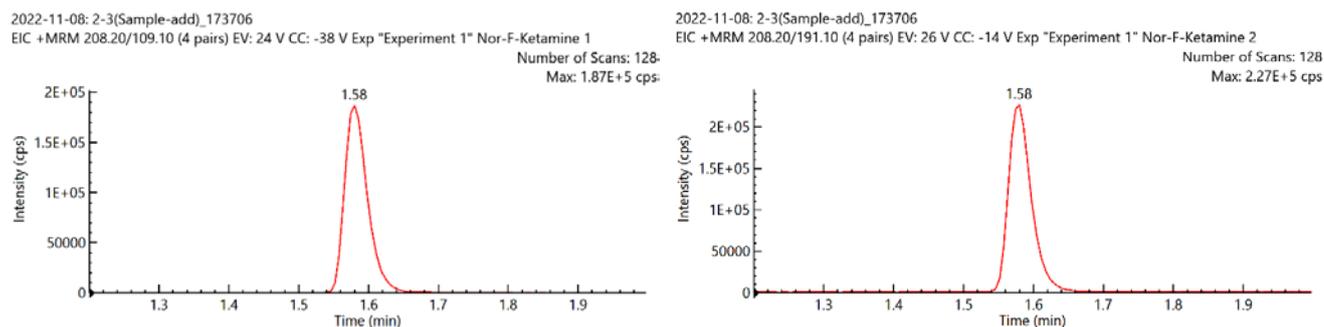
附录 B
(资料性)

氟胺酮、去甲氟胺酮和甲氧那明的 MRM 色谱图

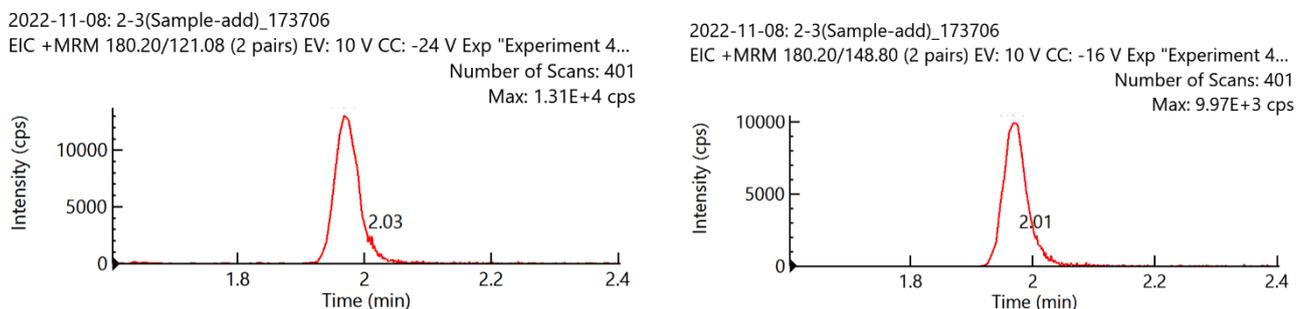
氟胺酮、去甲氟胺酮和甲氧那明的 MRM 色谱图见图 B. 1、B. 2、B. 3。



图B. 1 氟胺酮的 MRM 色谱图



图B. 2 去甲氟胺酮的 MRM 色谱图



图B. 3 甲氧那明的 MRM 色谱图

中华人民共和国团体标准
毛发中氟胺酮、去甲氟胺酮的测定
液相色谱-串联质谱法
T/GXAS 439—2023
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究