

人体毛发中苯丙胺类兴奋剂、吗啡、6-单 乙酰吗啡和氯胺酮的检测方法

Determination of Amphetamines, Morphine, 6-Monoacetylmorphine and Ketamine in
human hair

2017-02-20 发布

2017-03-20 实施

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由浙江省公安厅提出并归口。

本标准起草单位：浙江迪恩生物科技股份有限公司，浙江省公安厅禁毒总队，舟山市公安局刑事科学技术研究所。

本标准主要起草人：高颖，林步算，郝云彬，缪敏红，梁力琿，周联盟，姜锋，汪衍明，周志刚，帅大尧，刘伟。

人体毛发中苯丙胺类兴奋剂、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮的检测方法

1 范围

本标准规定了人体毛发中苯丙胺（AMP）、甲基苯丙胺（MAMP）、3,4-亚甲二氧基苯丙胺（MDA）、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺（MDMA）、吗啡（MOR）、6-单乙酰吗啡（MAM）和氯胺酮（KET）的检测方法。

本标准适用于人体毛发中苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮的定性定量分析。

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，仅所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

GA/T 122 毒物分析名词术语

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

分子马达 Molecular Motor

ATP酶分子马达生物传感器。

第一法 分子马达法

4 原理

毛发中苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮和抗体以及预包被的分子马达通过单链连接，分子马达转动时负载越大转速越慢，加入显色剂后，分子马达转速越快颜色越深，样本颜色与其所含毒品的含量呈负相关。

5 试剂和材料

5.1 除另有规定外，所用试剂均为分析纯，试验用水符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.2 吗啡类检测试剂盒、苯丙胺类检测试剂盒、氯胺酮检测试剂盒，包括分子马达检测板，苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮标准

溶液，抗体，溶解液，清洗液，裂解液，缓冲液，显色剂，启动液，终止液。以上试剂均置于4℃冰箱保存。

6 仪器和设备

- 6.1 分子马达分析仪：检测波长 260nm~630nm。
- 6.2 分析天平：感量 0.1 mg。
- 6.3 恒温水浴锅。
- 6.4 计时器。
- 6.5 温度计。
- 6.6 量筒：500 mL。
- 6.7 烧杯：1000 mL。
- 6.8 移液器：200 μ L，1 mL，10 mL。

7 分析步骤

7.1 毛发样品采集

贴根（紧贴头皮）剪取头顶后部（枕骨部位）的头发，所采头发平放于清洁纸袋或铝箔袋中，标记发根位置，头发经纸和铝箔包裹和折叠后，置于纸袋中。记录个体信息、用药史、长度特征以及其他特殊处理情况。

采样示意图见附录A。

7.2 测定步骤

7.2.1 样品提取

称取 5.0 mg 剪碎至 1 mm 的头发样品（7.1）置于洁净容器中，加入 500 μ L 裂解液（5.2）95℃水浴（6.3）5 min。水浴结束后加入 500 μ L 缓冲液（5.2），混匀，待测。

7.2.2 样品测定

本步骤需在室温（22℃~25℃）下进行。

将除裂解液和缓冲液外所有试剂（5.2）从冷藏环境中取出，置于室温放置 60 min，注意每种液体试剂使用前均须摇匀。

分别向分子马达检测板（5.2）中加标准品（5.2）或样本（7.2.1）、启动液（5.2）和抗体（5.2）各 50 μ L/孔，放置 15 min。

将板内液体甩干后加入洗涤液（5.2）250 μ L/孔，振荡后甩干微孔中液体，重复 3 次。立即向板中加入显色液（5.2）100 μ L/孔，放置 10 min，加入终止液（5.2）100 μ L/孔，混匀，置于分子马达分析仪（6.1）中测定，5 min 内检测完成。

8 结果计算

标准品或样本的百分吸光率等于标准品或样本的吸光度值的平均值除以空白样品的吸光度值，再乘

以 100%，即公式（1）：

$$E = \frac{A}{A_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

E—百分吸光度值，%；

A—标准液或样品液吸光度值；

A₀—0标准液吸光度值。

以百分比吸光度值为纵坐标，以标准液浓度数值为横坐标，建立标准曲线。从标准曲线上读取待测液百分比吸光度值所对应的目标物浓度，再乘以其相应的稀释倍数，即为样品中毒品代谢物的浓度。

9 结果判定

当毛发取样量为5 mg时，吗啡类检测试剂盒检测结果小于10 ng/mg，可判为阴性，大于10 ng/mg时，判为可疑，需用第二法或第三法确认；苯丙胺类检测试剂盒检测结果小于8 ng/mg，可判为阴性，大于8 ng/mg时，判为可疑，需用第二法或第三法确认；氯胺酮检测试剂盒检测结果小于15 ng/mg，可判为阴性，大于15 ng/mg时，判为可疑，需用第二法或第三法确认。

第二法 气相色谱—质谱联用法

10 原理

人体毛发中苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮经甲醇提取并衍生后，利用气相色谱-质谱联用仪测定，特征碎片离子定性，外标法定量。

11 试剂和材料

11.1 原则

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

11.2 试剂

11.2.1 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。

11.2.2 丙酮（CH₃COCH₃）：色谱纯。

11.2.3 乙腈（CH₃CN）：色谱纯。

11.2.4 乙酸乙酯（CH₃COOC₂H₅）：色谱纯。

11.2.5 十二烷基磺酸钠（C₁₂H₂₅SO₃Na）。

11.2.6 0.1g/100mL 十二烷基磺酸钠水溶液：称取 0.10 g 十二烷基磺酸钠（11.2.5）用水溶解并定容至 100 mL 容量瓶，摇匀后备用。

11.2.7 三氟乙酸酐 (C₄F₆O₃)。

11.2.8 N,O-双(三甲基硅烷基)三氟乙酰胺 (C₈H₁₈F₃NOSi₂)。

11.3 标准品

苯丙胺(CAS: 300-62-9)、甲基苯丙胺(CAS: 33817-09-3)、3,4-亚甲二氧基苯丙胺(CAS: 4764-17-4)、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺(CAS: 42542-10-9)、吗啡(CAS: 57-27-2)、6-单乙酰吗啡(CAS: 2784-73-8)和氯胺酮(CAS: 6740-88-1)标准品: 纯度≥99%。

11.4 标准溶液制备

11.4.1 苯丙胺类兴奋剂标准储备溶液(1 mg/mL): 分别精密称取苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺和3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺标准品各0.01 g(精确至0.01 mg)于10 mL常量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,置于-18℃冰箱保存。保存期为1年。

11.4.2 吗啡和6-单乙酰吗啡标准储备液(1 mg/mL): 分别精密称取吗啡和6-单乙酰吗啡标准品各0.01 g(精确至0.01 mg)于10 mL常量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,置于-18℃冰箱保存。保存期为1年。

11.4.3 氯胺酮标准储备液(1 mg/mL): 精密称取氯胺酮标准品0.01 g(精确至0.01 mg)于10 mL常量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,置于-18℃冰箱保存。保存期为1年。

11.4.4 苯丙胺类兴奋剂混合标准工作液: 分别吸取适量体积的苯丙胺类兴奋剂标准储备液(11.4.1),用甲醇稀释,配成浓度分别为10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、500 ng/mL的系列标准工作溶液。置于4℃冰箱保存,保存期为1个月。

11.4.5 吗啡和6-单乙酰吗啡混合标准工作液: 分别吸取适量体积的吗啡和6-单乙酰吗啡标准储备液(11.4.2),用甲醇稀释,配成浓度分别为10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、500 ng/mL的系列标准工作溶液。置于4℃冰箱保存,保存期为1个月。

11.4.6 氯胺酮标准工作液: 分别吸取适量体积的氯胺酮标准储备液(11.4.3),用甲醇稀释,配成浓度分别为10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、500 ng/mL的系列标准工作溶液。置于4℃冰箱保存,保存期为1个月。

12 仪器和设备

12.1 气相色谱-质谱联用仪,配有电子轰击源(EI)

12.2 分析天平:感量0.1 mg和0.01mg。

12.3 离心机:最大转速10 000 r/min。

12.4 涡旋混合器。

12.5 旋转蒸发仪。

12.6 氮吹仪。

12.7 移液器。

12.8 恒温水浴锅。

12.9 超声波清洗机。

12.10 具塞玻璃试管：10 mL。

13 分析步骤

13.1 毛发样品采集

见7.1。

13.2 毛发洗涤

取毛发（13.1）样品依次用0.1%十二烷基磺酸钠溶液（11.2.6）10 mL、水（11.1）和丙酮（11.2.2）10 mL振荡洗涤一次，晾干后清洁无污染的剪刀剪成约1 mm段，密封于洁净纸袋或铝箔袋中并标识，将毛发样品置于避光阴凉处保存中。

13.3 提取

取20.0 mg（精确至0.1mg）毛发样品（13.2），置于10 mL具塞玻璃试管（12.10）中。加入2.0 mL甲醇（11.2.1）60℃水浴超声3 h，4000 r/min离心5 min，转移上清液至另一离心管中，重复上述提取步骤一次，合并上清液，40℃氮气吹干。

按以上操作处理三份试样，一份用于检测苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺，一份用于检测吗啡和6-单乙酰吗啡，一份用于检测氯胺酮。

13.4 衍生

13.4.1 苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺和3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺

离心管残渣（13.3）中加入250 μL乙酸乙酯（11.2.4）和250 μL三氟乙酸酐（11.2.7）置于60℃保温30 min，冷却置室温后40℃氮气吹干，加入500 μL乙酸乙酯（11.2.4），取2 μL进气相色谱-质谱联用仪分析。

标准曲线衍生：取苯丙胺类兴奋剂混合标准工作液（11.4.4）各250 μL，40℃氮气吹干后按照上述同样步骤操作。

13.4.2 吗啡和6-单乙酰吗啡

离心管残渣（13.3）中加入250 μL乙腈和250 μL N,O-双（三甲基硅烷基）三氟乙酰胺（11.2.8）置于60℃保温30 min，冷却置室温后40℃氮气吹干，加入500 μL乙腈溶解，取2 μL进气相色谱-质谱联用仪分析。

标准曲线衍生：取吗啡和6-单乙酰吗啡混合标准工作液（11.4.5）各250 μL，40℃氮气吹干后按照上述同样步骤操作。

注：衍生过程中注意保持无水条件。

13.5 氯胺酮

离心管残渣（13.3）用500 μL甲醇（11.4）溶解，取2 μL，进气相色谱-质谱联用仪分析。

标准曲线：取氯胺酮工作液（11.4.6）各2 μL ，进气相色谱-质谱联用仪分析。

13.6 样品测定

13.6.1 气相色谱-质谱参考条件

气相色谱质谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：HP-5 毛细管柱（30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm ）或相当者；
- b) 柱温：100 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1.0 min，以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 程序升温至 150 $^{\circ}\text{C}$ ，以 25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 程序升温至 280 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 10min；
- c) 载气：氦气，纯度 \geq 99.999%，流速：1.0 mL/min；
- d) 进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$ ；
- e) 进样量：2 μL ；
- f) 电子轰击源：70 eV；
- g) 四极杆温度：150 $^{\circ}\text{C}$ ；
- h) 离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$ ；
- i) 接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$ ；
- j) 检测方式：SIM。

每种化合物分别选择 3 个特征碎片离子。苯丙胺衍生物、甲基苯丙胺衍生物、3,4-亚甲二氧基苯丙胺衍生物、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺衍生物、吗啡衍生物、6-单乙酰吗啡衍生物和氯胺酮的保留时间与特征碎片离子见表 1。

表1 苯丙胺类兴奋剂衍生物、吗啡类衍生物和氯胺酮保留时间与碎片离子

化合物	参考保留时间 (min)	碎片离子 (m/z)
苯丙胺衍生物	5.8	140*, 118, 91
甲基苯丙胺衍生物	6.9	154*, 110, 118
3,4-亚甲二氧基苯丙胺衍生物	8.6	135*, 162, 275
3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺衍生物	9.3	154*, 135, 162
吗啡衍生物	12.7	429*, 414, 236
6-单乙酰吗啡衍生物	13.1	340*, 399, 287
氯胺酮	10.0	180*, 209, 152

注：带“*”的为定量离子对。

13.6.2 定性测定

进行样品测定时，如果检出的色谱峰保留时间与标准样品一致，并且在扣除背景后的样品谱图中，各定性离子的相对丰度比与浓度接近的同样条件下得到了标准溶液谱图相比，最大允许相对偏差不超过表 2 规定的范围，则可判断待测样品中存在对应的目标物。

表2 相对离子丰度比的最大允许相对误差(%)

相对离子丰度比	≥ 50	20~50	10~20	≤ 10
允许的相对误差	± 20	± 25	± 30	± 50

13.6.3 定量测定

采用工作曲线法或单点校正法。

采用工作曲线法时样品中目标物浓度应在工作曲线范围内。将配制好的标准系列溶液按照浓度由低到高的顺序进样测定，以目标物定量离子的色谱峰面积对相应的浓度作图，得到标准曲线回归方程。将试样注入气相色谱—质谱仪中，得到目标物定量离子峰面积，根据标准曲线计算试样溶液中目标物的浓度。若峰面积超过标准工作曲线的线性范围，应将样液用空白基质稀释，或减少取样量按照 13.3~13.5 步骤重新处理后进气相色谱—质谱仪分析。

采用单点校正法时待测毛发中目标物浓度在空白检材中添加目标物浓度的±50%内。

13.7 平行试验

待测样品应按以上步骤同时平行测定两份。

14 结果计算

14.1 工作曲线法

工作曲线法按式（2）计算待测样品中苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡及氯胺酮浓度：

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- X——毛发中目标物的浓度，单位为纳克每毫克（ng/mg）；
- c——由标准曲线计算出的毛发中目标物的浓度，单位为纳克每微升（ng/μL）；
- V——试样的定容体积，单位为微升（μL）
- m——试样质量，单位为毫克（mg）。

14.2 单点校正法

根据毛发样品及添加样品中目标物定量离子对峰面积，按式（3）计算出其中目标物的质量浓度。

$$X = \frac{A \times c}{A_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- X——毛发中目标物的含量，单位为纳克每毫克（ng/mg）；
- A——待测毛发中目标物的峰面积；
- A₀——添加毛发样品中目标物峰面积；
- c——添加毛发样品中目标物的质量浓度，单位为纳克每毫克（ng/mg）

15 结果评价

15.1 定性

若待测毛发样品中检出苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮的一种或几种成份，且空白样品无干扰，可判定毛发样品中含有相应目标物，否则不含有相应目标物。

15.2 定量

在平行试验中两份检材测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%，结果按两份检材浓度的平均值计算。

16 定量限和回收率

当毛发取样量为 20 mg 时，苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮的方法检出限为 0.3 ng/mg，定量限为 1 ng/mg。

本方法添加浓度为 1 ng/mg~25 ng/mg 时，回收率为 70%~110%。

第三法 液相色谱—串联质谱法

17 原理

人体毛发中苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮经甲醇提取后，利用液相色谱串联质谱仪测定，特征碎片离子定性，外标法定量。

18 试剂和材料

18.1 原则

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

18.2 试剂

18.2.1 甲醇 (CH₃OH)：色谱纯。

18.2.2 丙酮 (CH₃COCH₃)：色谱纯。

18.2.3 乙腈 (CH₃CN)：色谱纯。

18.2.4 甲酸 (HCOOH)：色谱纯。

18.2.5 0.1%甲酸水溶液：移取 1 mL 甲酸 (18.2.4) 于 1000mL 容量瓶中，定容至刻度，摇匀后备用。

18.2.6 十二烷基磺酸钠 (C₁₂H₂₅SO₃Na)。

18.2.7 0.1g/100mL 十二烷基磺酸钠水溶液：称取 0.10 g 十二烷基磺酸钠 (18.2.6) 用水溶解并定容至 100 mL 容量瓶，摇匀后备用。

18.2.8 微孔滤膜：水系 0.22 μm。

18.3 标准品

苯丙胺(CAS: 300-62-9)、甲基苯丙胺(CAS: 33817-09-3)、3,4-亚甲二氧基苯丙胺(CAS: 4764-17-4)、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺(CAS: 42542-10-9)、吗啡(CAS: 57-27-2)、6-单乙酰吗啡(CAS: 2784-73-8)和氯胺酮(CAS: 6740-88-1)标准品: 纯度 \geq 99%。

18.4 标准溶液制备

18.4.1 混合标准储备溶液(1 mg/mL): 分别精密称取苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮标准品各 0.01 g(精确至 0.01 mg)于 10 mL 常量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,置于-18 °C 冰箱保存。保存期为 1 年。

18.4.2 混合标准工作液: 分别吸取适量体积的混合标准储备液(18.4.1)用 0.1%甲酸水(18.2.5)+甲醇(18.2.1)(9+1)配成浓度为 2 ng/mL、4 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、40 ng/mL、100 ng/mL 的系列标准工作溶液。使用前配制。

19 仪器和设备

19.1 液相色谱-串联质谱仪, 带电喷雾离子源(ESI)。

19.2 分析天平: 感量 0.1 mg 和 0.01 mg。

19.3 离心机: 最大转速 10 000 r/min。

19.4 涡旋混合器。

19.5 旋转蒸发仪。

19.6 氮吹仪。

19.7 移液器。

19.8 恒温水浴锅。

19.9 超声波清洗机。

19.10 具塞玻璃试管: 10 mL。

20 分析步骤

20.1 毛发样品采集和洗涤

见13.1和13.2。

20.2 提取

称取 20.0 mg(精确至 0.1mg) 毛发样品(20.1), 置于 10 mL 具塞玻璃试管(19.10)中。加入 2.0 mL 甲醇(18.2.1) 60 °C 水浴超声 3 h, 4 000 r/min 离心 5 min, 转移有机层至另一离心管中, 重复上述提取步骤一次, 合并有机层, 40 °C 氮气吹干, 残渣加入 1 mL 0.1% 甲酸水(18.2.5)+甲醇(18.2.1)(9+1) 定容, 过滤膜(18.2.8) 后待上机测定。

20.3 样品测定

20.3.1 液相色谱-串联质谱参考条件

液相色谱-串联质谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：C18 柱（2.1×75 mm，2 μm）或相当者；
- b) 流动相：A 相 0.1 % 甲酸水溶液 B 相 0.1 % 甲酸乙腈；
- c) 流速：0.2 mL/min；
- d) 柱温：40 °C；
- e) 进样量：5 μL；
- f) 洗脱方式：梯度洗脱，时间程序见表 3；

表3 梯度洗脱程序

时间 (min)	0.1%甲酸水	0.1%甲酸乙腈
0.00	90	10
3.50	75	25
4.50	5	95
5.00	5	95
5.01	90	10
6.50	90	10

- g) 离子化模式：ESI (+)；
- h) 离子喷雾电压：4.5 kV；
- i) 雾化气：氮气 3.0 L/min；
- j) 干燥气：氮气 15 L/min；
- k) 碰撞气：氩气，99.99%；
- l) DL 温度：250 °C；
- m) 加热模块温度：400 °C；
- n) 扫描模式：多反应监测 (MRM)；
- o) 每个化合物分别选择 2 对母离子/子离子对作为定性离子对，MRM 参数见表 4；

表4 苯丙胺类兴奋剂、吗啡、单乙酰吗啡及氯胺酮 MRM 参数

化合物名称	参考保留时间 (min)	定性和定量离子对	(dwell time)/ms	Q1 Pre Bias (DP) /V	(CE) /eV	Q3 Pre Bias (DP) /V
苯丙胺	2.1	136.0/91.0*	17	-14	-20	-30
		136.0/119.0	17	-14	-15	-11
甲基苯丙胺	2.4	150.0/91.0*	17	-15	-22	-16
		150.0/119.0	17	-15	-18	-11
3,4-亚甲二氧基苯丙胺	1.9	180.1/163.1*	17	-19	-21	-25
		180.1/135.1	17	-18	-13	-29
3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺	2.1	194.2/135.3*	17	-19	-21	-25
		194.2/163.4	17	-19	-13	-29
吗啡	0.9	286.0/201.0*	17	-14	-26	-21
		286.05/185.0	17	-29	-44	-30

表4 苯丙胺类兴奋剂、吗啡、单乙酰吗啡及氯胺酮 MRM 参数 (续)

化合物名称	参考保留时间 (min)	定性和定量离子对	(dwell time)/ms	Q1 Pre Bias (DP) /V	(CE) /eV	Q3 Pre Bias (DP) /V
6-单乙酰吗啡	2.4	328.0/165.0*	17	-15	-35	-15
		328.0/211.0	17	-15	-35	-15
氯胺酮	3.5	238.0/124.9*	17	-25	-26	-22
		238.00/207.10	17	-26	-14	-20

注：带“*”的为定量离子对。

20.3.2 定性测定

进行样品测定时，如果检出的色谱峰保留时间与标准样品一致，并且在扣除背景后的样品谱图中，各定性离子的相对丰度比与浓度接近的同样条件下得到了标准溶液谱图相比，最大允许相对偏差不超过表5规定的范围，则可判断样品中存在对应的待测物。

表5 相对离子对丰度比的最大允许相对误差 (%)

相对离子丰度比	≥50	20~50	10~20	≤10
允许的相对误差	±20	±25	±30	±50

20.3.3 定量测定

采用工作曲线法或单点校正法。

采用工作曲线法时样品中目标物浓度应在工作曲线范围内。将配制好的标准系列溶液按照浓度由低到高的顺序进样测定，以目标物定量离子的色谱峰面积对相应的浓度作图，得到标准曲线回归方程。将试样注入气相色谱—质谱仪中，得到目标物定量离子峰面积，根据标准曲线计算试样溶液中目标物的浓度。若峰面积超过标准工作曲线的线性范围，应将样液用空白基质稀释，或减少取样量按照20.2步骤重新处理后进液相色谱—串联质谱仪分析。

采用单点校正法时待测毛发中目标物浓度在空白检材中添加目标物浓度的±50%内。

20.4 平行试验

待测样品应按以上步骤同时平行测定两份。

21 结果计算

21.1 工作曲线法

工作曲线法按式(4)计算待测样品中苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡及氯胺酮浓度：

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

X——毛发中目标物的浓度，单位为纳克每毫克 (ng/mg)；

c ——由标准曲线计算出的毛发中目标物的浓度，单位为纳克每微升（ng/μL）；

V ——试样的定容体积，单位为微升（μL）

m ——试样质量，单位为毫克（mg）。

21.2 单点校正法

根据毛发样品及添加样品中目标物定量离子对峰面积，按式（3）计算出其中目标物的质量浓度。

$$X = \frac{A \times c}{A_0} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

X ——毛发中目标物的含量，单位为纳克每毫克（ng/mg）；

A ——待测毛发中目标物的峰面积；

A_0 ——添加毛发样品中目标物峰面积；

c ——添加毛发样品中目标物的质量浓度，单位为纳克每毫克（ng/mg）

22 结果评价

22.1 定性

若待测毛发样品中检出苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮的一种或几种成份，且空白样品无干扰，可判定毛发样品中含有相应目标物，否则不含有相应目标物。

22.2 定量

在平行试验中两份检材测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%，结果按两份检材浓度的平均值计算。

23 定量限和回收率

当毛发取样量为 20 mg 时，苯丙胺、甲基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基苯丙胺、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮的方法检出限为 0.04 ng/mg，定量限为 0.1 ng/mg。

本方法添加浓度为 0.1 ng/mg~5 ng/mg 时，回收率为 70%~110%。

附录 A
(资料性附录)
头发的取样参考方法

A.1 头发取样方法见图A.1。



图A.1 头发的取样方法

注：

- 1) 在毛发样品袋上一定要标注发根位置。
- 2) 取样量：贴到头皮取样，若头发长度4.5—5.5 cm，5 mg的毛发数量大约为15-20根，20 mg的数量大约在60—65根。毛发质量可根据此规律累加。
- 3) 当无头发可采或个体头发极短，可采取人体其他部位的毛发，如腋毛、阴毛等，作为头发替代品。

附录 B
(资料性附录)

苯丙胺类兴奋剂衍生物、吗啡衍生物、6-单乙酰吗啡衍生物和氯胺酮气相色谱质谱图

B.1 苯丙胺衍生物的气相色谱质谱图见图B.1。

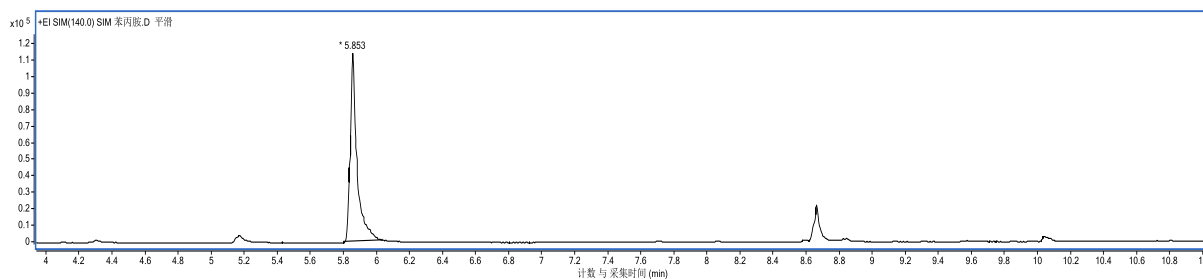


图 B.1 苯丙胺衍生物的气相色谱质谱图

B.2 甲基苯丙胺衍生物的气相色谱质谱图见图B.2。

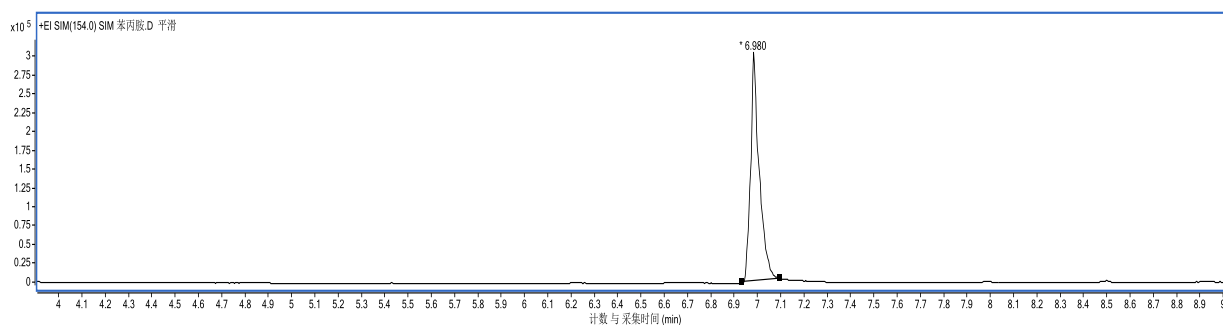


图 B.2 甲基苯丙胺衍生物的气相色谱质谱图

B.3 3,4-亚甲二氧基苯丙胺衍生物的气相色谱质谱图见图B.3。

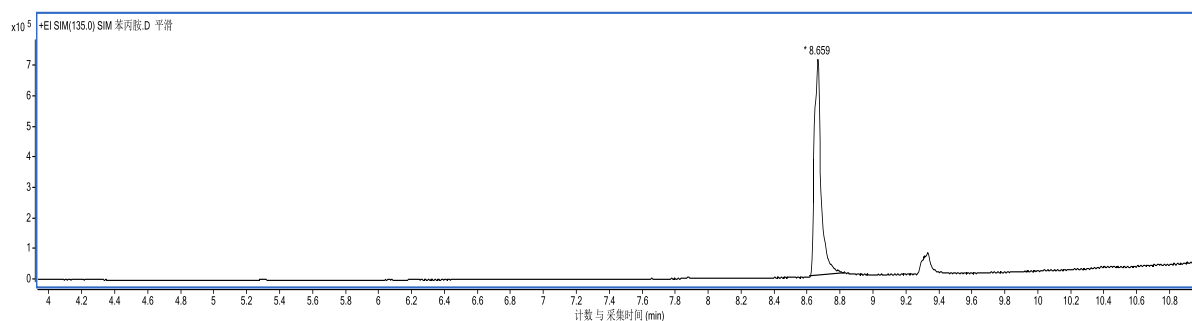


图 B.3 3,4-亚甲二氧基苯丙胺衍生物的气相色谱质谱图

B.4 3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺衍生物的气相色谱质谱图见图B.4。

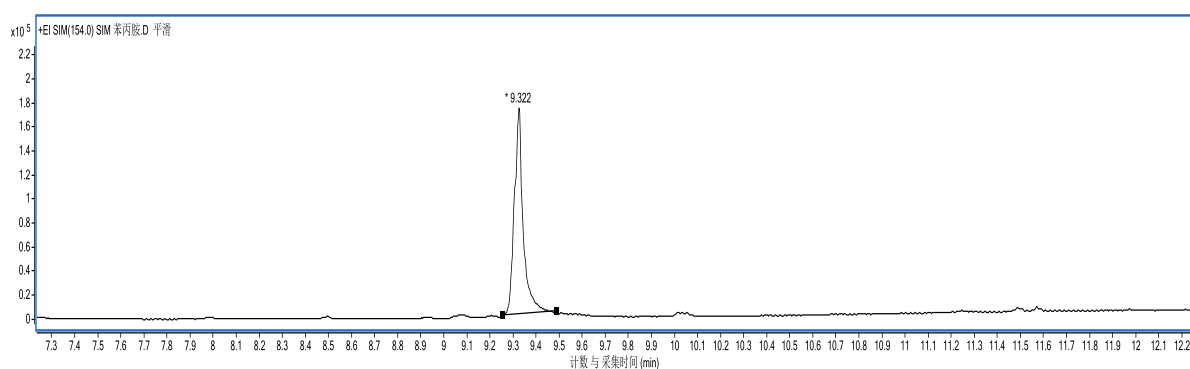


图 B.4 3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺衍生物的气相色谱质谱图

B.5 吗啡衍生物的气相色谱质谱图见图B.5。

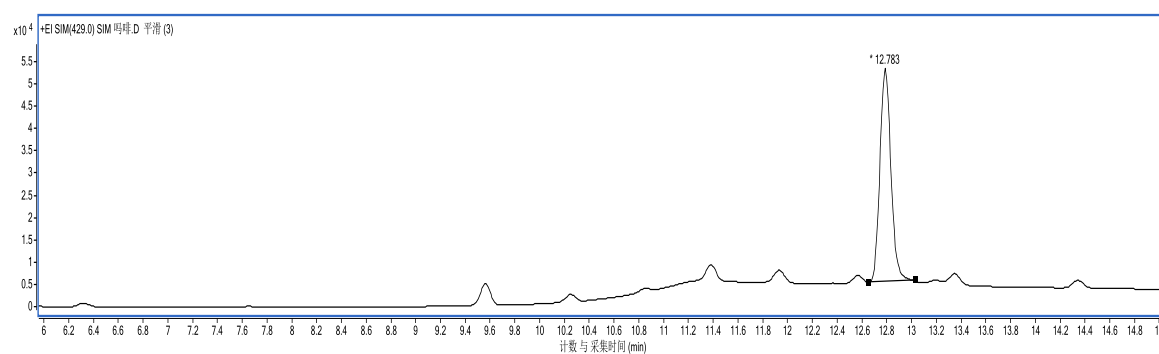


图 B.5 吗啡衍生物的气相色谱质谱图

B.6 6-单乙酰吗啡衍生物的气相色谱质谱图见图B.6。

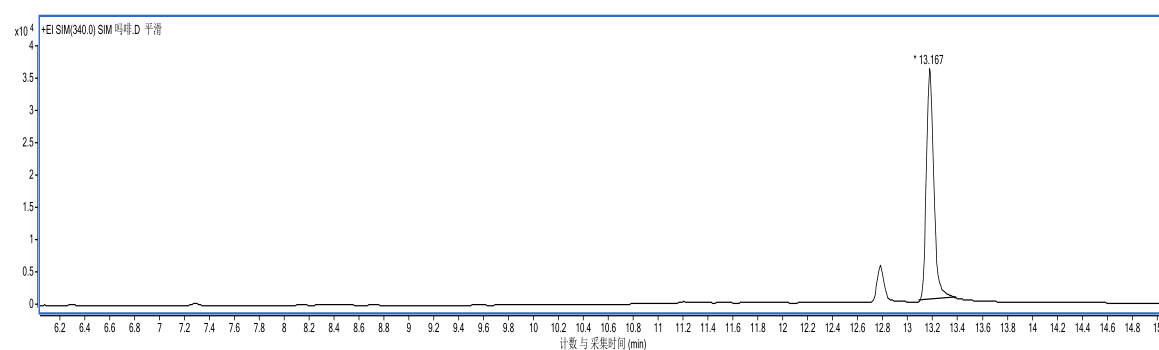


图 B.6 6-单乙酰吗啡衍生物的气相色谱质谱图

B.7 氯胺酮标准溶液的气相色谱质谱图见图B.7。

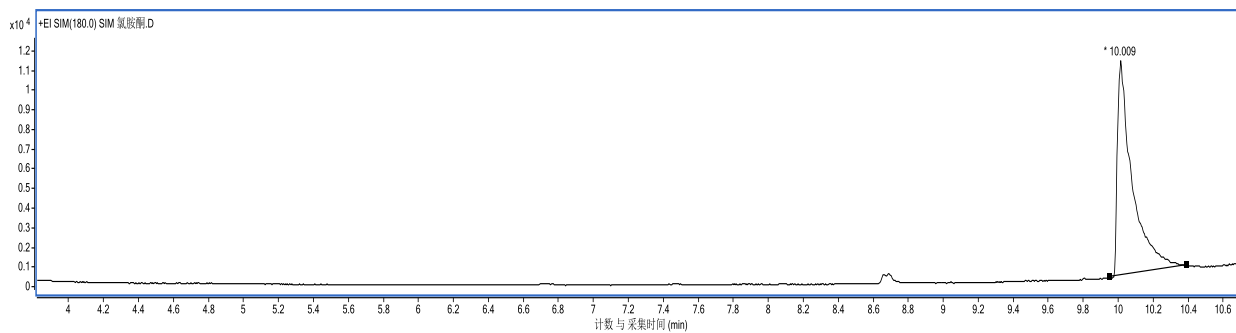


图 B.7 氯胺酮标准溶液的气相色谱质谱图

附录 C
(资料性附录)

苯丙胺类兴奋剂、吗啡、6-单乙酰吗啡和氯胺酮液相色谱串联质谱图

C.1 苯丙胺标准溶液的液相色谱串联质谱图见图C.1。

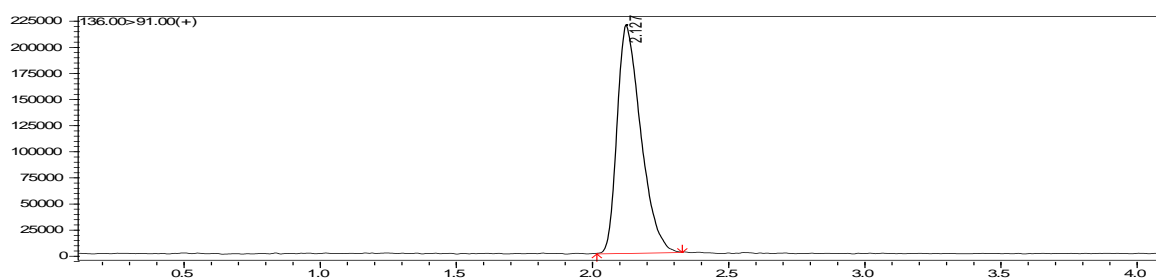


图 C.1 苯丙胺标准溶液的液相色谱串联质谱图

C.2 甲基苯丙胺标准溶液的液相色谱串联质谱图见图C.2。

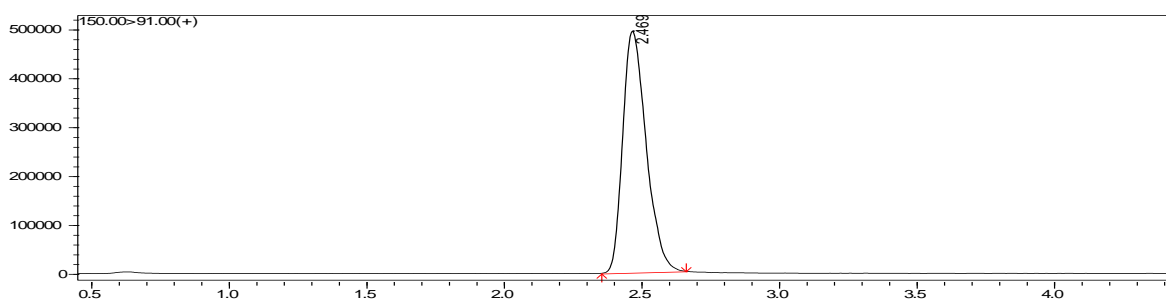
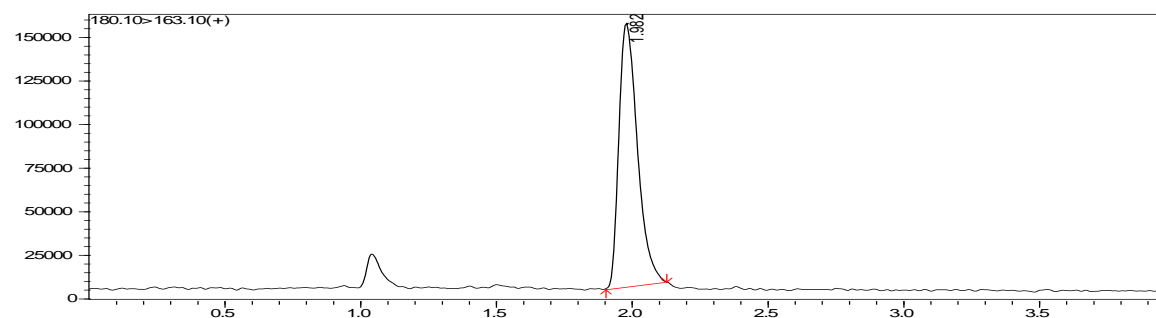


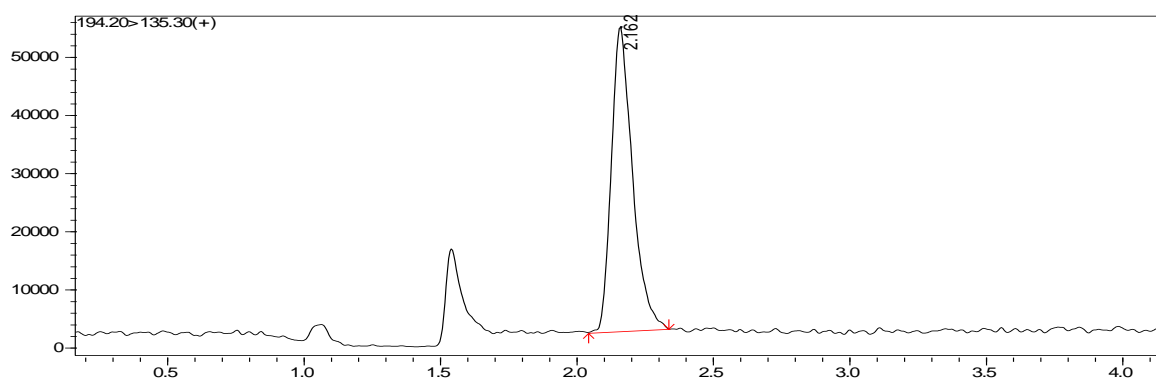
图 C.2 甲基苯丙胺标准溶液的液相色谱串联质谱图

C.3 3,4-亚甲二氧基苯丙胺标准溶液的液相色谱串联质谱图见图C.3。



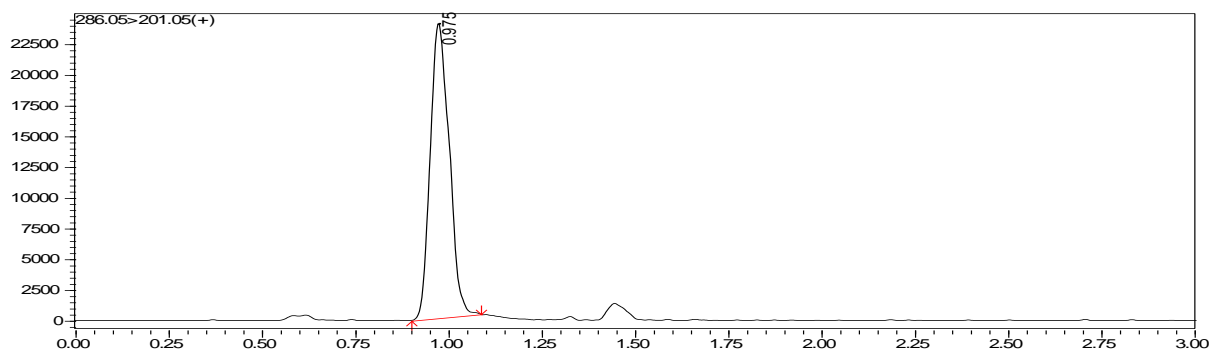
图C.3 3,4-亚甲二氧基苯丙胺标准溶液的液相色谱串联质谱图

C.4 3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺标准溶液的液相色谱串联质谱图见图C.4。



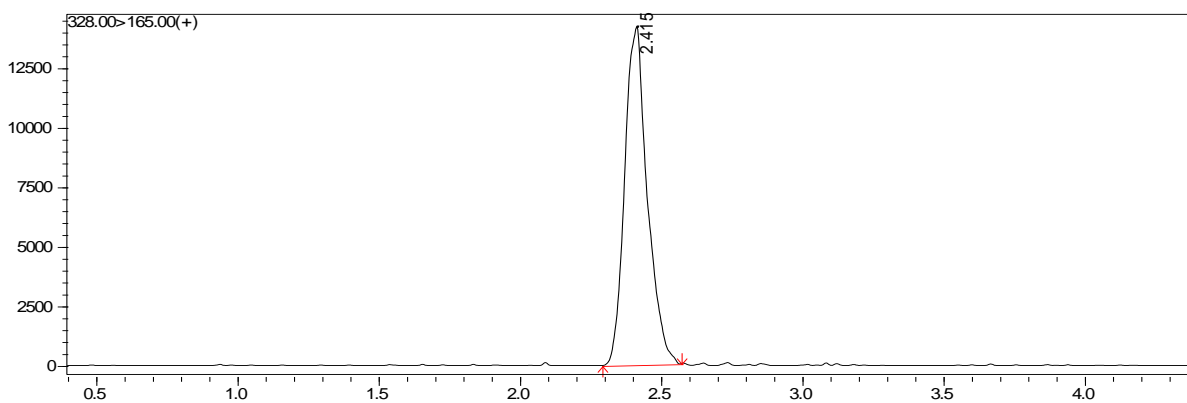
图C.4 3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺标准溶液的液相色谱串联质谱图

C.5 吗啡标准溶液的液相色谱串联质谱图见图C.5。



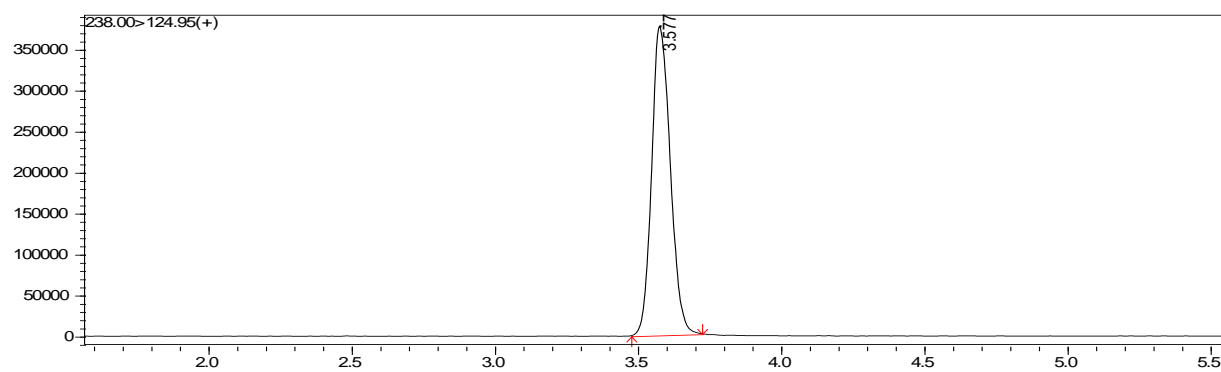
图C.5 吗啡标准溶液的液相色谱串联质谱图

C.6 单乙酰吗啡标准溶液的液相色谱串联质谱图见图C.6。



图C.6 单乙酰吗啡标准溶液的液相色谱串联质谱图

C.7 氯胺酮标准溶液的液相色谱串联质谱图见图C.7。



图C.7 氯胺酮标准溶液的液相色谱串联质谱图