

ICS 13.310
CCS A 92

DB 44

广 东 省 地 方 标 准

DB44/T 2539—2024

44 种毒品的气相色谱-质谱定性检验方法

GC-MS examination method for forty-four drugs

2024-08-21 发布

2024-11-21 实施

广东省市场监督管理局 发布

目 次

前言	II
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 定性分析	2
8 结果评价与表述	3
附录 A (规范性) 44 种毒品基本信息	4
附录 B (资料性) 44 种毒品保留时间、质谱特征离子和检出限汇总表	11
附录 C (资料性) 44 种毒品质谱图	13

前　　言

本文件按照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。

本文件由广东省公安厅提出和归口。

本文件由广东省公安厅组织实施。

本文件起草单位：广东省毒品实验技术中心（国家毒品实验室广东分中心）、广东警官学院、广州市公安局禁毒支队。

本文件主要起草人：徐若沦、胡庆坤、高伟杰、黄楚舒、韦灿、刘昕、陈宁、郭靖、刘娟、杨伟明。

本文件系首次发布。

44 种毒品的气相色谱-质谱定性检验方法

1 范围

本文件描述了疑似毒品中甲基苯丙胺等44种毒品的气相色谱-质谱（GC-MS）定性检验方法。本文件适用于疑似毒品中甲基苯丙胺等44种毒品的定性分析。

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 13966 分析仪器术语

GA/T 122 毒物分析名词术语

3 术语和定义

GB/T 13966、GA/T 122 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

对疑似毒品中的甲基苯丙胺等44种毒品（44种毒品基本信息见附录A）进行提取。采用气相色谱-质谱检测，以保留时间、质谱特征离子和特征离子丰度比作为定性判断依据。

5 试剂和材料

5.1 试剂

在分析中使用的试剂均为分析纯及以上，试剂包括：

- a) 甲醇；
- b) 乙腈；
- c) 无水硫酸钠；
- d) 标准溶液：

- 1) 标准物质储备液：甲基苯丙胺等 44 种毒品的标准物质储备液。
- 2) 标准工作溶液：分别移取依托咪酯和佐匹克隆标准物质储备液各适量，用乙腈稀释，配制成 0.1 mg/mL 的标准工作溶液，分别移取甲基苯丙胺等 42 种毒品标准物质储备液各适量，用甲醇稀释，配制成 0.1 mg/mL 的甲基苯丙胺等 42 种毒品的标准工作溶液；密封，0 ℃～4 ℃冷藏保存，有效期 3 个月。
- 3) 质控标准工作溶液：分别移取依托咪酯和佐匹克隆 0.1 mg/mL 标准工作溶液各适量，用乙腈稀释，配制成 0.01 mg/mL 的质控标准工作溶液；分别移取甲基苯丙胺等 42 种毒品

0.1 mg/mL 标准工作溶液各适量，用甲醇稀释，配制成 0.01 mg/mL 的甲基苯丙胺等 42 种毒品的质控标准工作溶液，现配现用。

5.2 材料

材料包括：

- a) 具盖离心管；
- b) 玻璃进样瓶。

6 仪器和设备

仪器和设备包括：

- a) 气相色谱-质谱仪 (GC-MS)：配有电子轰击源 (EI)；
- b) 离心机：转速大于或等于 4000 r/min；
- c) 电子天平：实际分度值 (d) 小于或等于 0.1 mg；
- d) 涡旋振荡器；
- e) 移液器或移液管。

7 定性分析

7.1 样品制备

固体样品经均质化后，根据实际需求，称取约 10 mg~100 mg 于具盖离心管中，加入 10 mL 甲醇或乙腈（提取依托咪酯和佐匹克隆疑似毒品时），密封并振荡 10 min，以不低于 4000 r/min 离心 5 min，取上清液作为样品溶液，供 GC-MS 分析。当样品需要稀释时，加入甲醇或乙腈进行稀释，稀释液作为样品溶液，供 GC-MS 分析。

液体样品混匀后，根据实际需求，移取 10 μL~100 μL 于具盖离心管中，加入 10 mL 甲醇或乙腈，密封并振荡 10 min，加入适量无水硫酸钠，振荡 1 min，以不低于 4000 r/min 离心 5 min，取上清液作为样品溶液，供 GC-MS 分析。当样品需要稀释时，加入甲醇或乙腈进行稀释，稀释液作为样品溶液，供 GC-MS 分析。

7.2 仪器条件

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：HP-5 MS 石英玻璃毛细柱（5%苯基+95%聚二甲基硅氧烷，30 m×0.25 mm×0.25 μm）或其他等效柱；
- b) 色谱柱温程：初始温度 120 °C，保持 3 min，以 15 °C/min 速率升温至 240 °C，保持 3 min，以 5 °C/min 速率升温至 280 °C，保持 8 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) 进样量：1 μL；
- g) 分流比：20:1；
- h) 载气：高纯氦气 (He)；
- i) 柱流量（恒流）：1.0 mL/min；

- j) 采集方式：全扫描（Scan）；
- k) 质量范围：35 amu～500 amu；
- l) 溶剂延迟时间：2 min。

7.3 进样

分别吸取样品空白（甲醇或乙腈）、样品溶液、标准溶液空白（甲醇或乙腈）和标准工作溶液，按7.2条件进样分析。根据实际需求，再分别吸取标准溶液空白（甲醇或乙腈）和质控标准工作溶液，按7.2条件进样分析。

8 结果评价与表述

8.1 定性结果评价

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标准工作溶液中的对应标准物质相比，色谱峰保留时间一致（相对误差在±1%之内）、质谱特征离子（不少于3个）一致，且各离子丰度比的相对偏差不超过表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。44种毒品的质谱特征离子见附录B，质谱图见附录C。

表1 离子丰度比的最大允许相对偏差范围

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

阴性结果评价：扣除背景后，10.0 mg/mL或10 μL/mL样品溶液中未出现与质控标准工作溶液中对应标准物质一致的特征离子，质控标准工作溶液中检出对应标准物质的特征离子，标准溶液空白无干扰，则可判定样品中未检出目标物。

8.2 结果表述

阳性结果应表述为：样品中检出XX成分。

阴性结果应表述为：样品中未检出XX成分。

8.3 检出限

甲基苯丙胺等44种毒品的检出限见附录B。

附录 A
(规范性)
44种毒品基本信息

44种毒品的基本信息见表A.1。

表A.1 44种毒品的基本信息

序号	中文名称	英文名称	化学式	结构式	CAS 编号
1	甲基苯丙胺	Methamphetamine	C ₁₀ H ₁₅ N		537-46-2/ 7632-10-2
2	卡西酮	Cathinone	C ₉ H ₁₁ NO		71031-15-7
3	4-甲基甲卡西酮	4-Methylmethcathinone	C ₁₁ H ₁₅ NO		1189805-46-6
4	二亚甲基双氧安非他明	(±)-N, alpha-dimethyl-3, 4-(methylenedioxy)phenethylamine	C ₁₁ H ₁₅ NO ₂		42542-10-9
5	4-氯乙卡西酮	1-(4-Chlorophenyl)-2-(ethylamino)propan-1-one	C ₁₁ H ₁₄ ClN		14919-85-8
6	氟胺酮	2-(2-Fluorophenyl)-2-(methylamino)cyclohexan-1-one	C ₁₃ H ₁₆ FNO		111982-50-4
7	哌醋甲酯	Methylphenidate	C ₁₄ H ₁₉ NO ₂		113-45-1

表 A.1 44 种毒品的基本信息 (续)

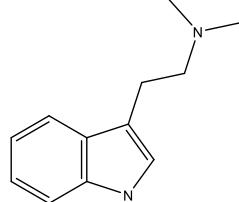
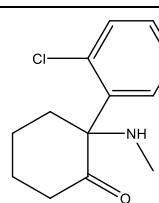
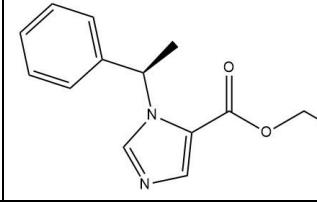
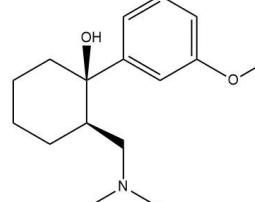
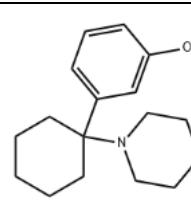
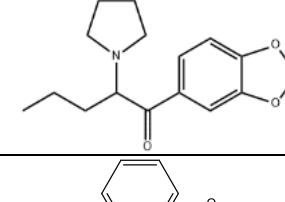
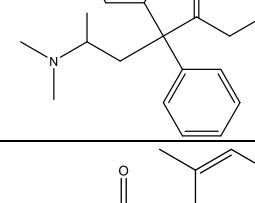
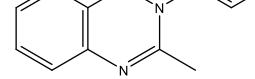
序号	中文名称	英文名称	化学式	结构式	CAS 编号
8	二甲基色胺	3-[2-(Dimethylamino)ethyl]indole	C ₁₂ H ₁₆ N ₂		61-50-7
9	氯胺酮	Ketamine	C ₁₃ H ₁₆ ClN ₀		6740-88-1
10	依托咪酯	Etomide	C ₁₄ H ₁₆ N ₂ O ₂		33125-97-2
11	曲马多	Tramadol	C ₁₆ H ₂₅ NO ₂		27203-92-5
12	1-[1-(3-甲氧基苯基)环己基]哌啶	3-MeO-PCP	C ₁₈ H ₂₇ NO		72242-03-6
13	亚甲基二氧吡咯戊酮	Methylenedioxypyrovalerone (MDPV)	C ₁₆ H ₂₁ NO ₃		687603-66-3
14	美沙酮	Methadone	C ₂₁ H ₂₇ NO		76-99-3
15	甲喹酮	Methaqualone	C ₁₆ H ₁₄ N ₂ O		72-44-6

表 A.1 44 种毒品的基本信息（续）

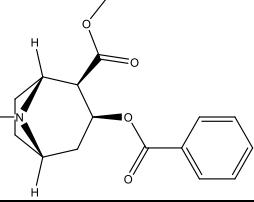
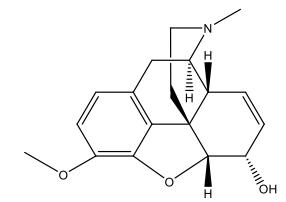
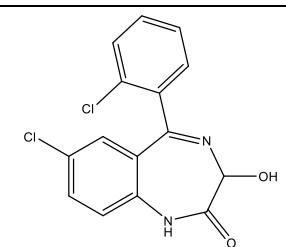
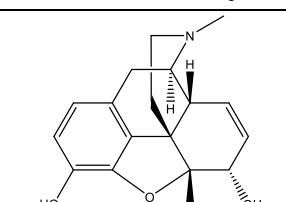
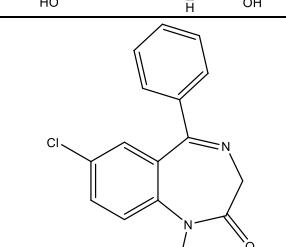
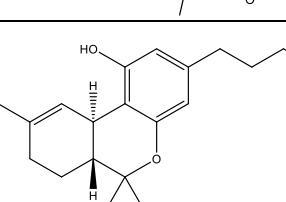
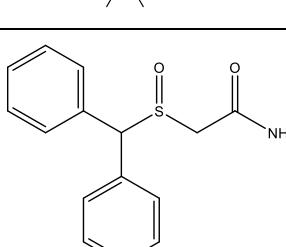
序号	中文名称	英文名称	化学式	结构式	CAS 编号
16	可卡因	Cocaine	C ₁₇ H ₂₁ NO ₄		50-36-2
17	可待因	Codeine	C ₁₈ H ₂₁ NO ₃		76-57-3
18	劳拉西泮	Lorazepam	C ₁₅ H ₁₀ Cl ₂ N ₂ O ₂		846-49-1
19	吗啡	Morphine	C ₁₇ H ₁₉ NO ₃		57-27-2
20	地西泮	Diazepam	C ₁₆ H ₁₃ ClN ₂ O		439-14-5
21	四氢大麻酚	Δ ⁹ -Tetrahydrocannabinol	C ₂₁ H ₃₀ O ₂		1972-08-3
22	莫达非尼	Modafinil	C ₁₅ H ₁₅ NO ₂ S		68693-11-8

表 A.1 44 种毒品的基本信息 (续)

序号	中文名称	英文名称	化学式	结构式	CAS 编号
23	3, 3-二甲基-2-[1-(4-戊烯-1-基)-1H-吲唑-3-甲酰氨基]丁酸甲酯	MDMB-4en-PINACA	C ₂₀ H ₂₇ N ₃ O ₃		暂无
24	2-[1-(4-氟丁基)-1H-吲哚-3-甲酰氨基]-3, 3-二甲基丁酸甲酯	4F-MDMB-BUTINACA	C ₁₉ H ₂₆ FN ₃ O ₃		暂无
25	溴西洋	Bromazepam	C ₁₄ H ₁₀ BrN ₃ O		1812-30-2
26	海洛因	Heroin	C ₂₁ H ₂₃ NO ₅		561-27-3
27	N-(1-氨基甲酰基-2, 2-二甲基丙基)-1-丁基-1H-吲唑-3-甲酰胺	ADB-BUTINACA	C ₁₈ H ₂₆ N ₄ O ₂		2682867-55-4

表 A.1 44 种毒品的基本信息（续）

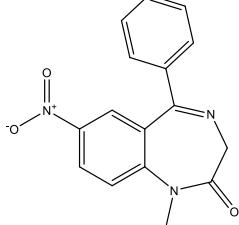
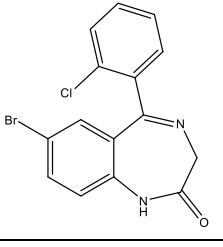
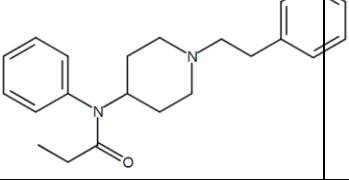
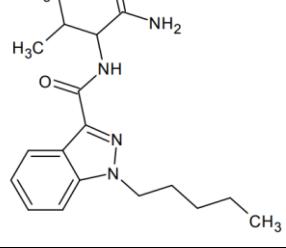
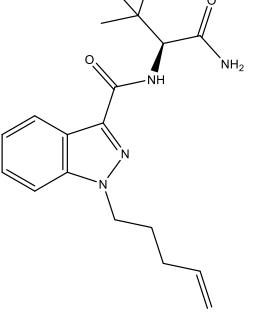
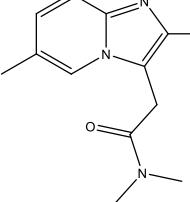
序号	中文名称	英文名称	化学式	结构式	CAS 编号
28	尼美西泮	Nimetazepam	C ₁₆ H ₁₃ N ₃ O ₃		2011-67-8
29	芬纳西泮	Phenazepam	C ₁₅ H ₁₀ BrC IN ₂ O		51753-57-2
30	芬太尼	Fentanyl	C ₂₂ H ₂₈ N ₂ O		437-38-7
31	N-(1-氨基甲酰基-2-甲基丙基)-1-戊基吲唑-3-甲酰胺	AB-PINACA	C ₁₈ H ₂₆ N ₄ O ₂		1445583-20-9
32	N-(1-氨基甲酰基-2,2-二甲基丙基)-1-(4-戊烯基烯)-1H-吲唑-3-甲酰胺	ADB-4en-PINACA	C ₁₉ H ₂₆ N ₄ O ₂		2659308-44-6
33	唑吡坦	Zolpidem	C ₁₉ H ₂₁ N ₃ O		82626-48-0

表 A.1 44 种毒品的基本信息 (续)

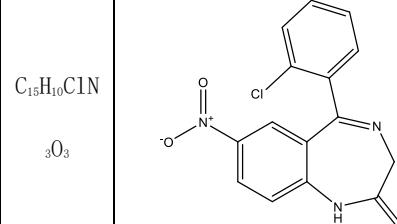
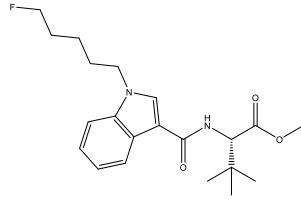
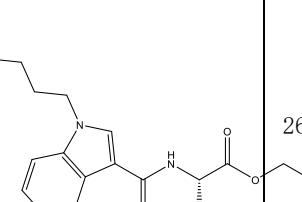
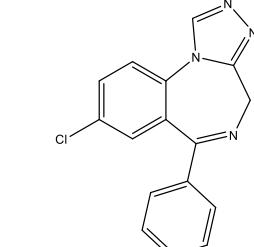
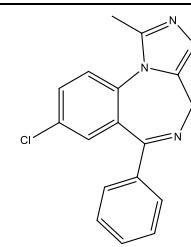
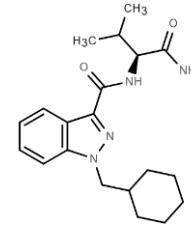
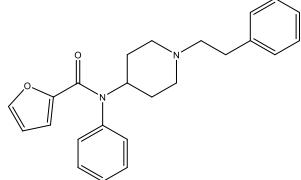
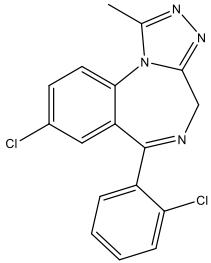
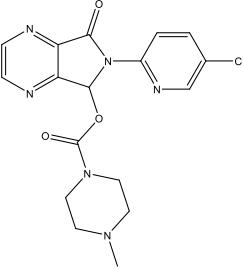
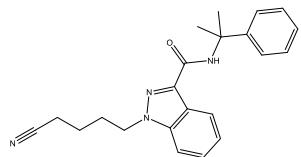
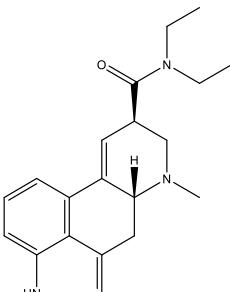
序号	中文名称	英文名称	化学式	结构式	CAS 编号
34	氯硝西泮	Clonazepam	$C_{15}H_{10}ClN$ O_3		1622-61-3
35	2-[1-(5-氟戊基)-1H-吲哚-3-甲酰氨基]-3,3-二甲基丁酸甲酯	5F-MDMB-PICA	$C_{21}H_{29}FN_2$ O_3		1971007-88-1
36	2-[1-(5-氟戊基)-1H-吲哚-3-甲酰氨基]-3-甲基丁酸乙酯	5F-EMB-PICA	$C_{21}H_{29}FN_2$ O_3		2648861-83-8
37	艾司唑仑	Estazolam	$C_{16}H_{11}ClN$ 4		29975-16-4
38	阿普唑仑	Alprazolam	$C_{17}H_{13}ClN$ 4		28981-97-7
39	N-(1-氨基甲酰基-2-甲基丙基)-1-(环己基甲基)吲唑-3-甲酰胺	AB-CHMINACA	$C_{20}H_{28}N_4O_2$		1805788-79-7

表 A.1 44 种毒品的基本信息（续）

序号	中文名称	英文名称	化学式	结构式	CAS 编号
40	呋喃芬太尼	Furanyl fentanyl	C ₂₄ H ₂₆ N ₂ O ₂		101345-66-8
41	三唑仑	Triazolam	C ₁₇ H ₁₂ Cl ₂ N ₄		28911-01-5
42	佐匹克隆	Zopiclone	C ₁₇ H ₁₇ ClN ₆ O ₃		43200-80-2
43	1-(4-氰基丁基)-N-(2-苯基丙-2-基)-1H-吲哚-3-甲酰胺	4CN-CUMYL-BUTINACA	C ₂₂ H ₂₄ N ₄ O		1631074-54-8
44	麦角二乙胺	LSD	C ₂₀ H ₂₅ N ₃ O		50-37-3

附录 B
(资料性)

44种毒品保留时间、质谱特征离子和检出限汇总表

名称	参考保留时间 min	质谱特征离子 m/z	检出限 mg/mL
甲基苯丙胺	4.25	58*、91、134、65	0.002
卡西酮	5.62	44*、77、105、51	0.005
4-甲基甲卡西酮	7.13	58*、91、119、65	0.005
二亚甲基双氧安非他明	7.87	58*、77、135、56	0.002
4-氯乙卡西酮	8.14	72*、44、111、75	0.005
氟胺酮	9.14	164*、193、135、122	0.002
哌醋甲酯	9.62	84*、91、150、56	0.002
二甲基色胺	9.98	58*、130、77、188	0.002
氯胺酮	10.63	180*、237、209、152	0.002
依托咪酯	10.84	105*、77、244、79	0.002
曲马多	11.26	58*、263、135、77	0.002
3-MeO-PCP	12.56	230*、121、272、166	0.002
MDPV	12.73	126*、149、65、84	0.002
美沙酮	12.95	72*、165、178、91	0.005
甲喹酮	13.15	235*、250、91、65	0.002
可卡因	13.55	182*、82、303、94	0.002
可待因	15.92	299*、162、229、115	0.005
劳拉西洋	16.33	239*、274、302、75	0.01
吗啡	16.55	285*、162、215、115	0.01
地西洋	16.71	256*、283、221、177	0.002
四氢大麻酚	17.02	299*、231、314、271	0.01
莫达非尼	17.73	167*、165、152、115	0.01
MDMB-4en-PINACA	18.30	213*、145、171、357	0.01
4F-MDMB-BUTINACA	18.41	219*、275、145、307	0.01
溴西洋	19.27	236*、317、288、208	0.005
海洛因	19.45	327*、369、268、310	0.005
ADB-BUTINACA	19.79	201*、286、145、131	0.01
尼美西洋	20.10	267*、294、248、220	0.005
芬纳西洋	20.33	321*、350、313、177	0.005
芬太尼	20.54	245*、146、189、105	0.005
AB-PINACA	20.80	215*、286、145、103	0.01
ADB-4en-PINACA	20.98	213*、298、145、342	0.01
唑吡坦	21.72	235*、219、307、92	0.005
氯硝西洋	22.43	280*、314、234、286	0.01

名称	参考保留时间 min	质谱特征离子	检出限 mg/mL
		m/z	
5F-MDMB-PICA	22.58	232*、144、320、376	0.01
5F-EMB-PICA	23.04	232*、248、144、376	0.01
艾司唑仑	23.24	259*、205、294、239	0.01
阿普唑仑	24.00	279*、204、308、273	0.01
AB-CHMINACA	25.28	241*、312、145、55	0.01
呋喃芬太尼	25.61	283*、95、240、158	0.005
三唑仑	25.77	313*、238、342、203	0.005
佐匹克隆	26.79	143*、245、99、217	0.005
4CN-CUMYL-BUTINACA	27.01	226*、345、145、360	0.005
LSD	27.90	221*、323、181、207	0.005

注：*表示为基峰。

附录 C
(资料性)
44种毒品品质谱图

44种毒品的质谱图见图C.1~图C.44。

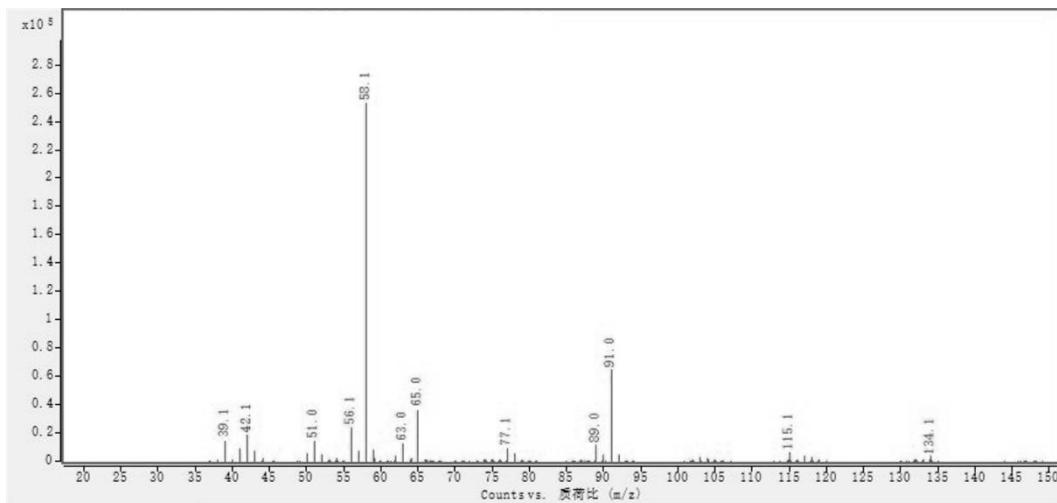


图 C. 1 甲基苯丙胺质谱图

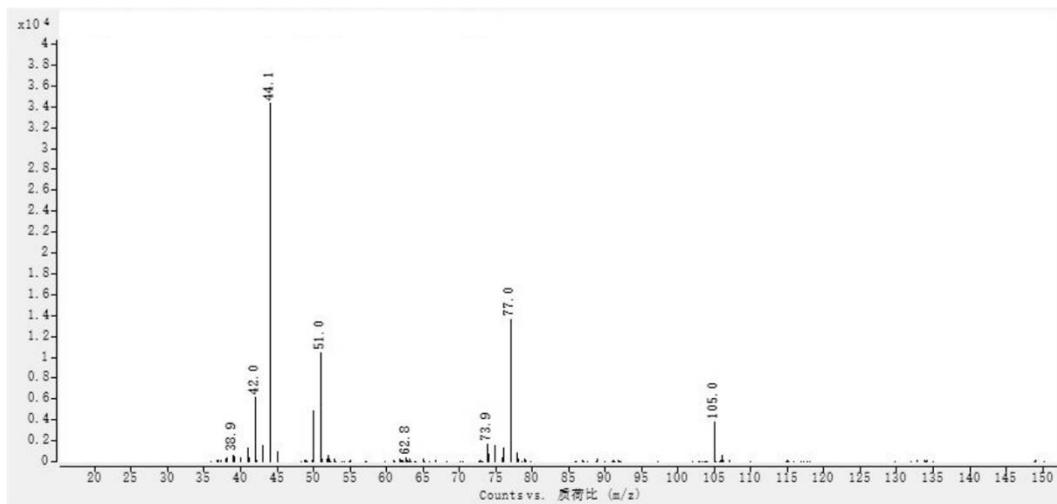


图 C. 2 卡西酮质谱图

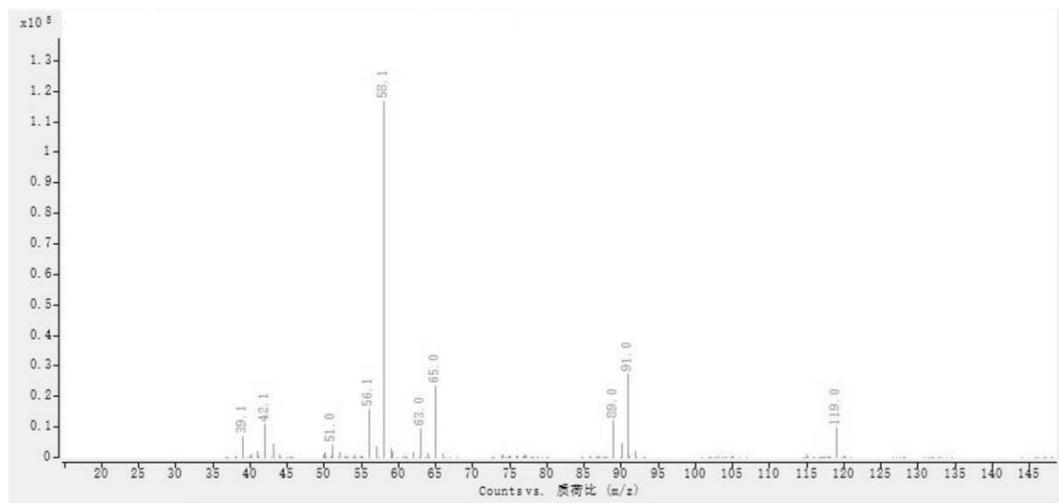


图 C. 3 4-甲基甲卡西酮质谱图

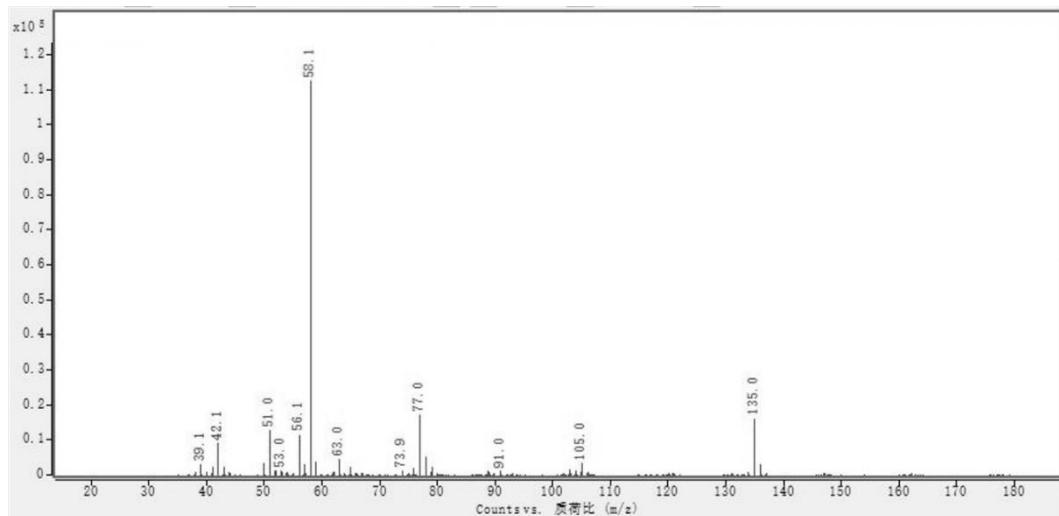


图 C. 4 二亚甲基双氧安非他明质谱图

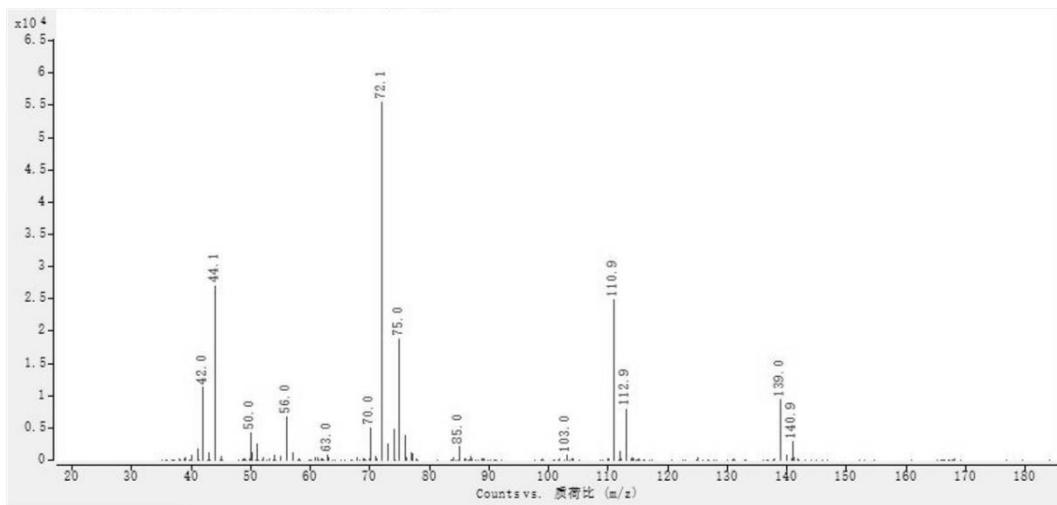


图 C.5 4-氯乙卡西酮质谱图

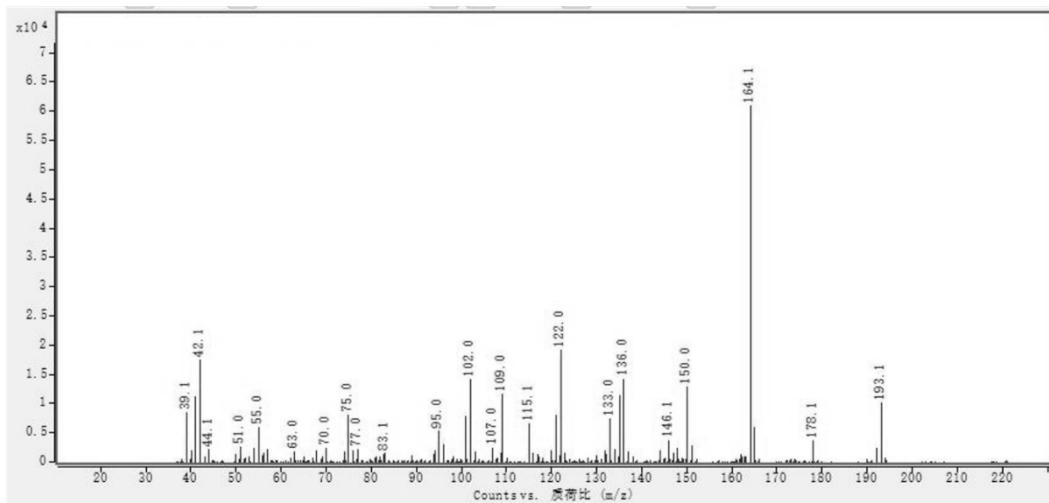


图 C.6 氟胺酮质谱图

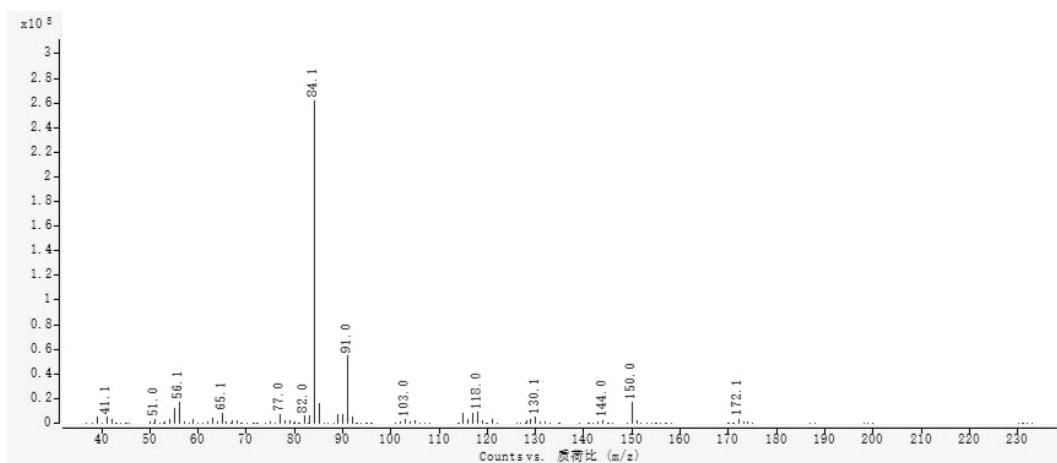


图 C.7 丙酸甲酯质谱图

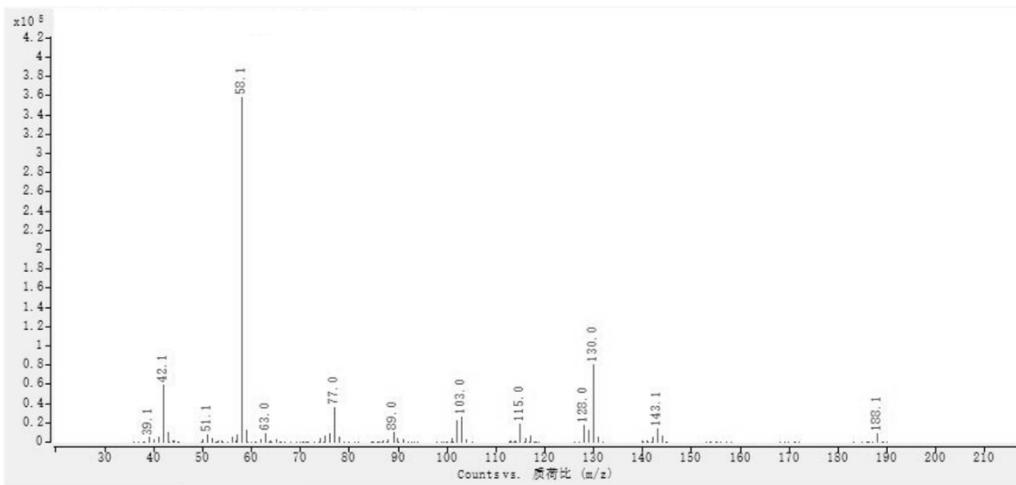


图 C.8 二甲基色胺质谱图

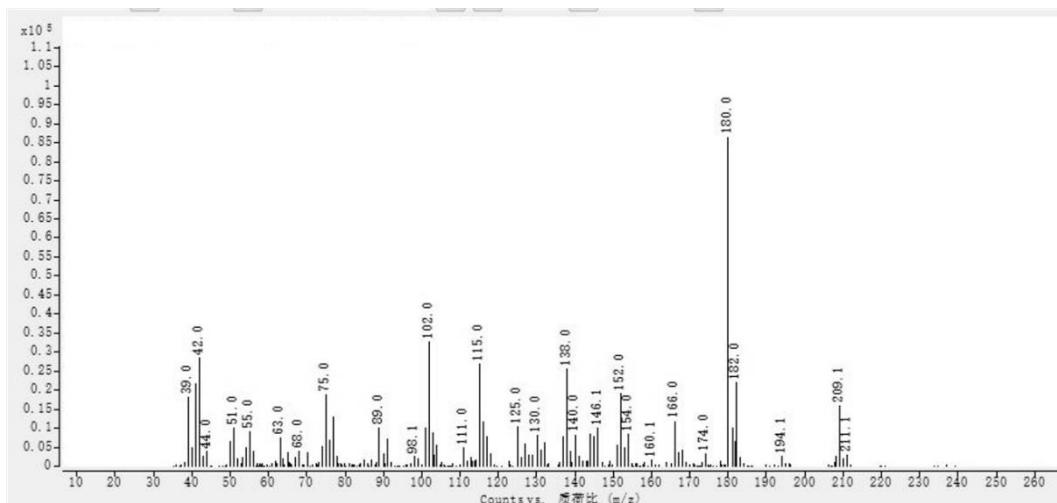


图 C.9 氯胺酮质谱图

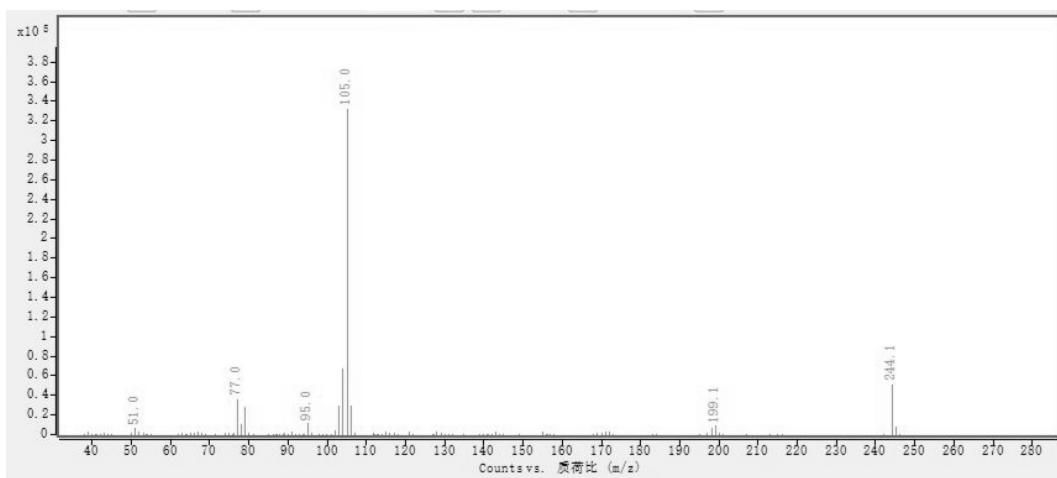


图 C.10 依托咪酯质谱图

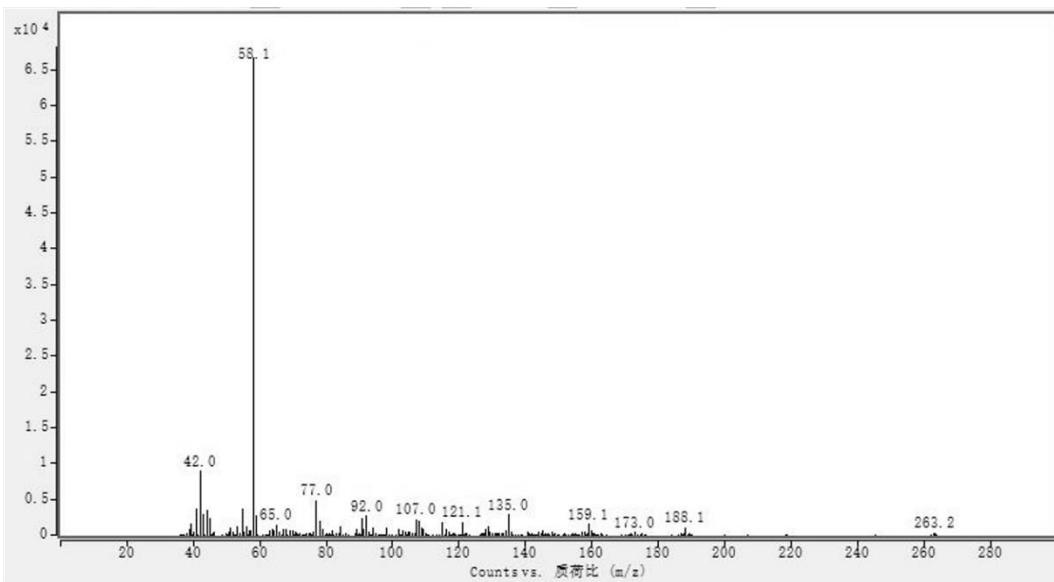


图 C.11 曲马多质谱图

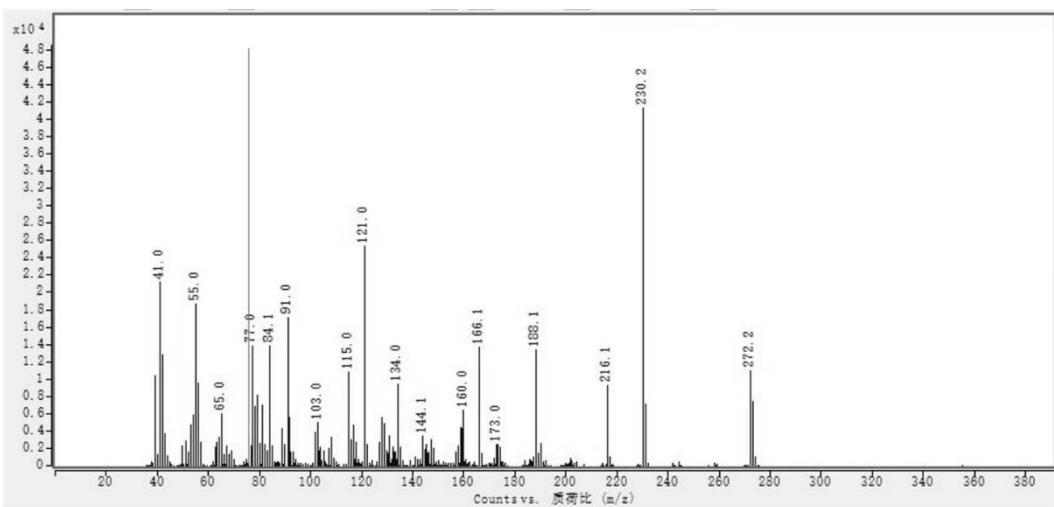


图 C.12 3-MeO-PCP 质谱图

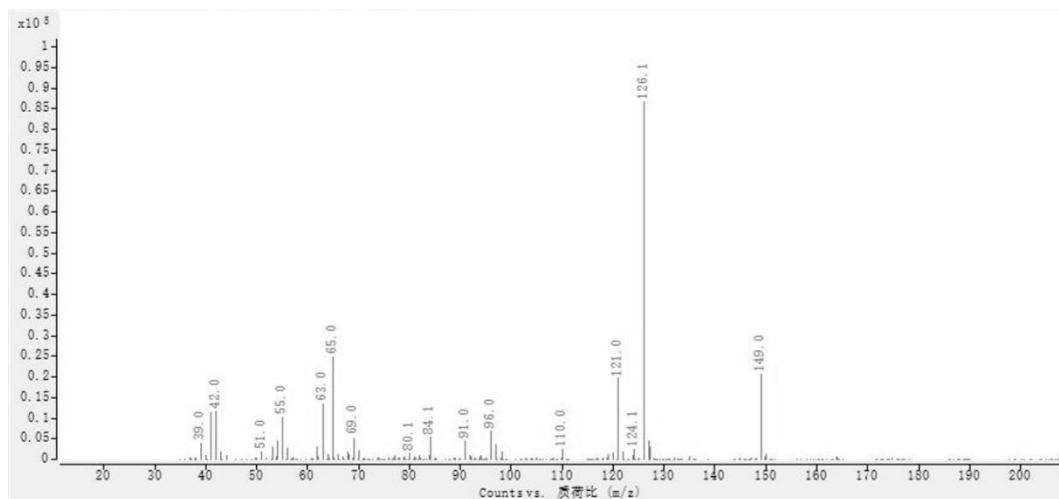


图 C.13 MDPV 质谱图

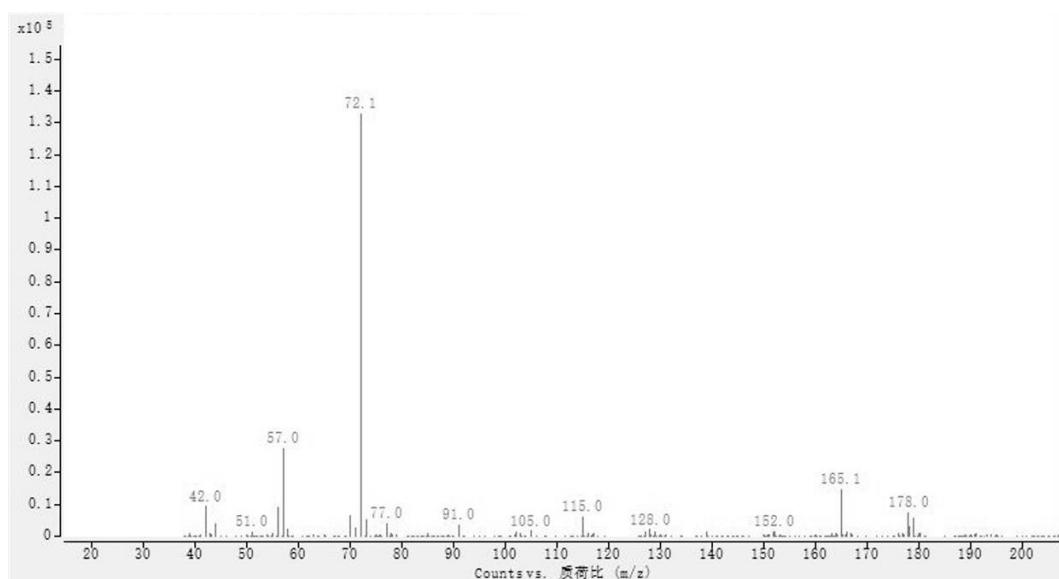


图 C.14 美沙酮质谱图

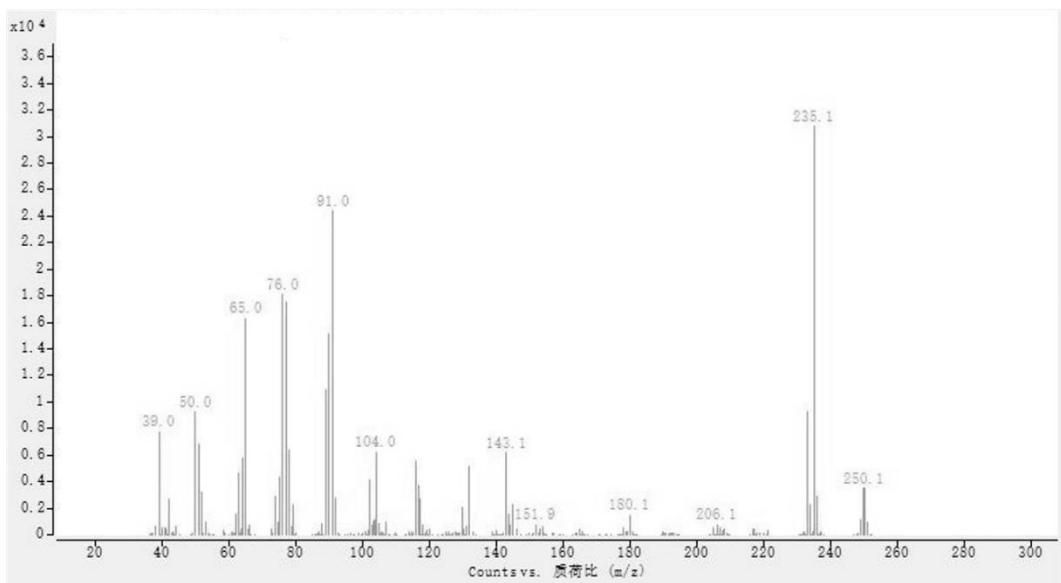


图 C.15 甲喹酮质谱图

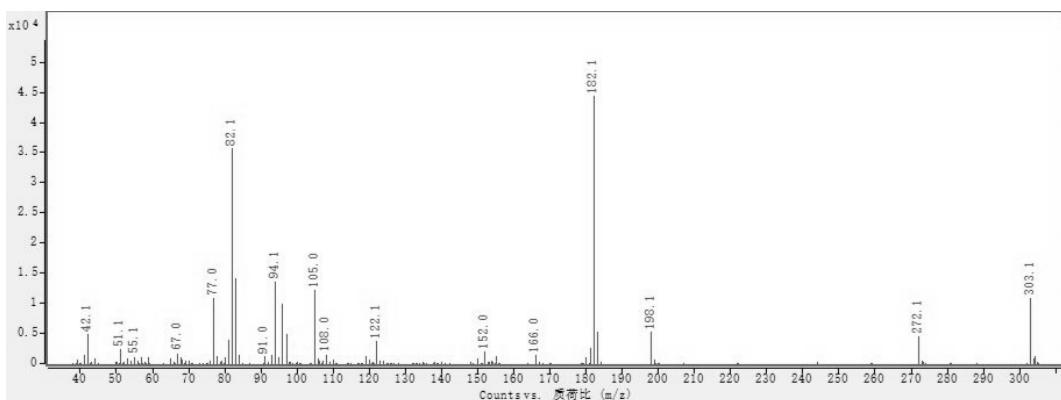


图 C.16 可卡因质谱图

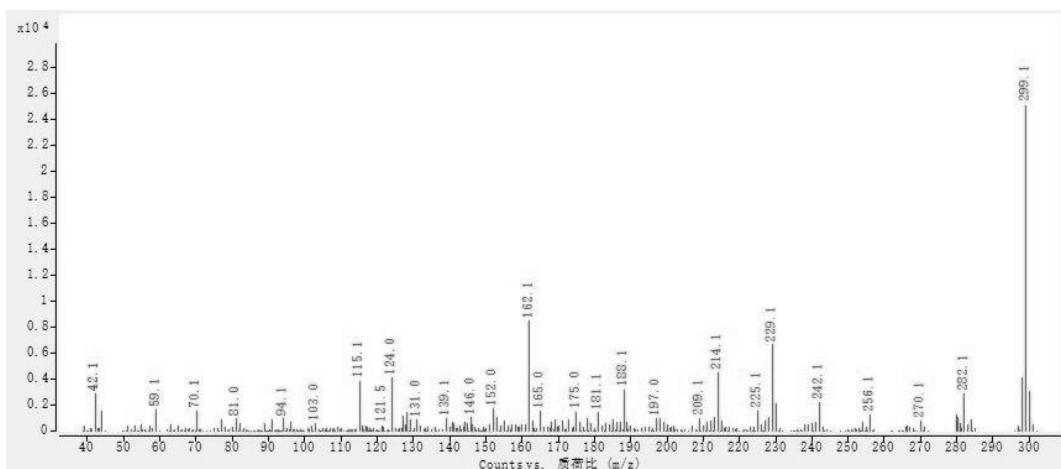


图 C.17 可待因质谱图

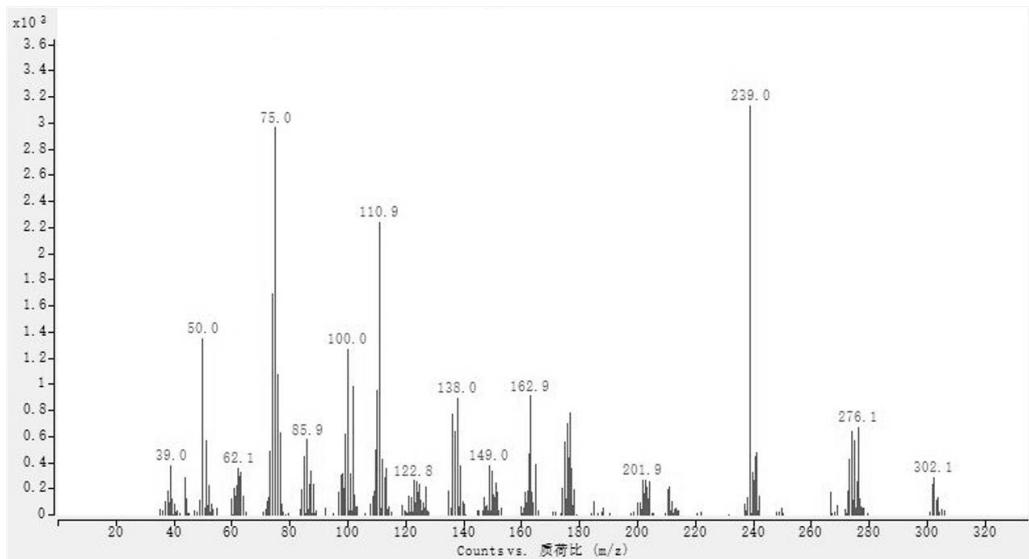


图 C.18 劳拉西洋质谱图

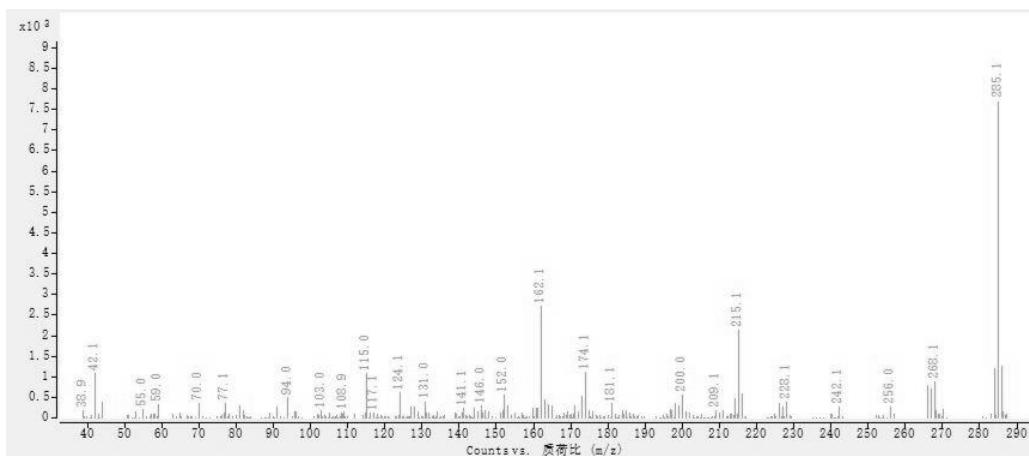


图 C.19 吗啡质谱图

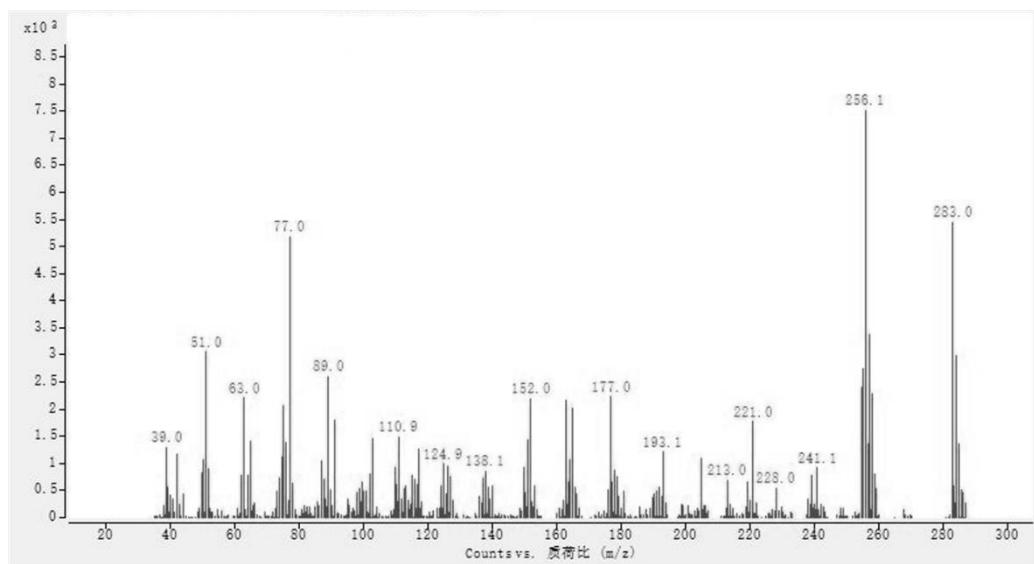


图 C. 20 地西洋质谱图

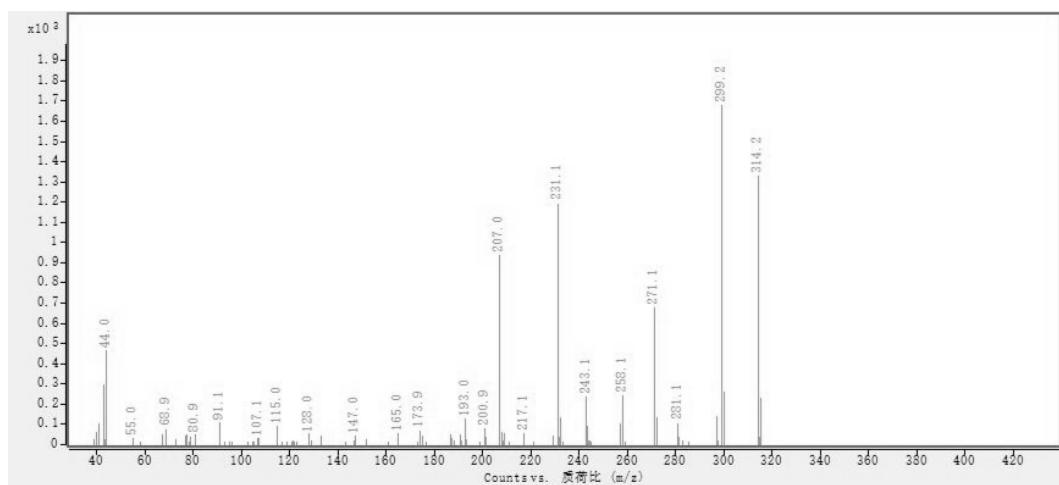


图 C. 21 四氢大麻酚质谱图

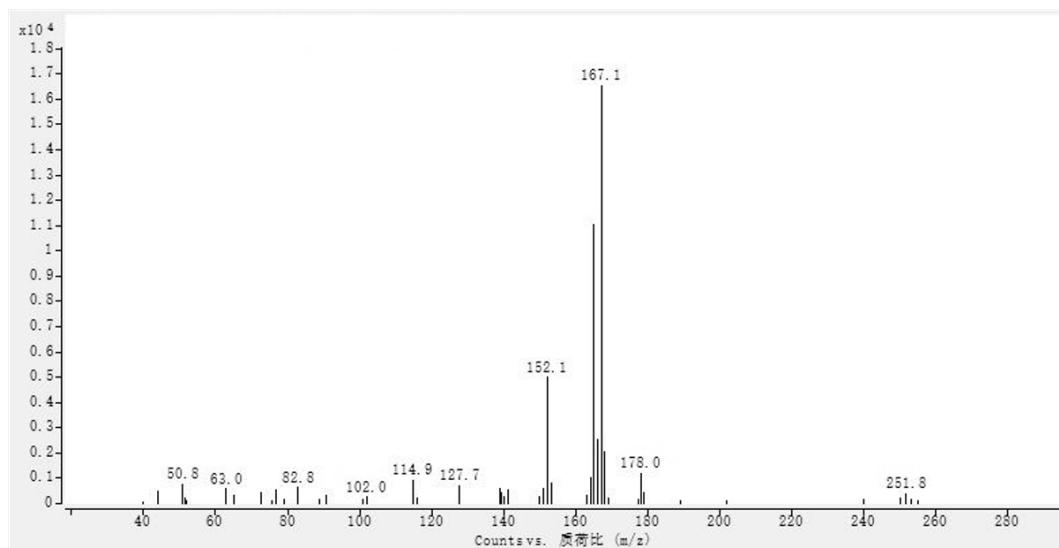


图 C.22 莫达非尼质谱图

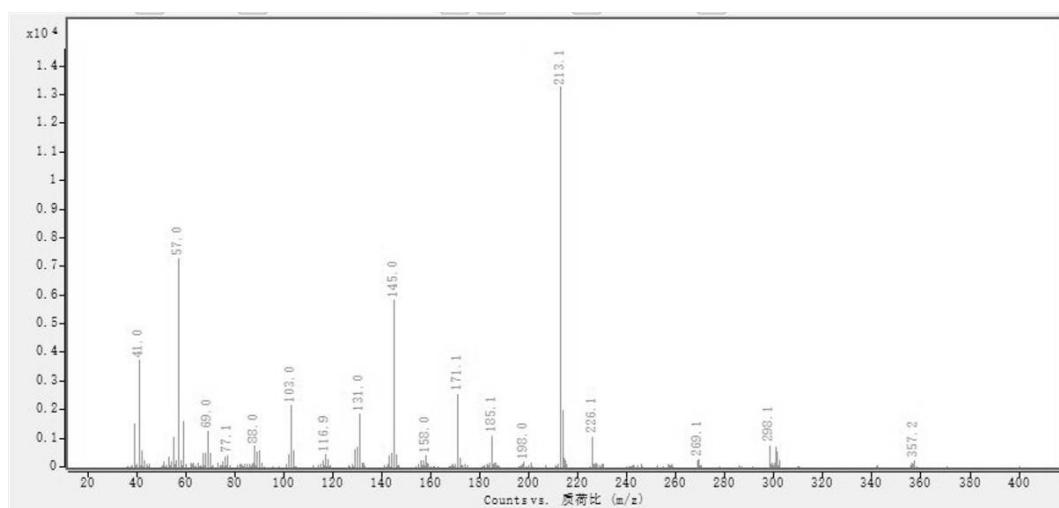


图 C.23 MDMB-4en-PINACA 质谱图

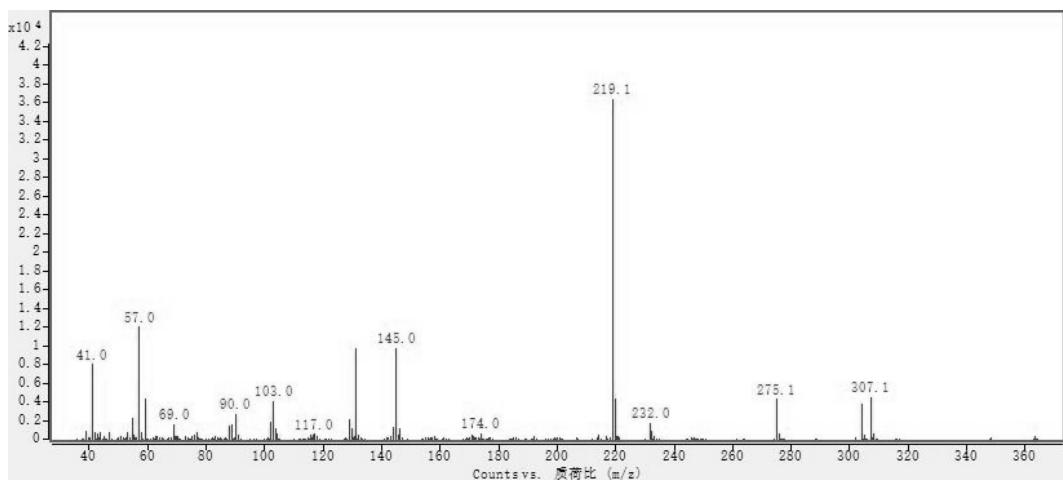


图 C. 24 4F-MDMB-BUTINACA 质谱图

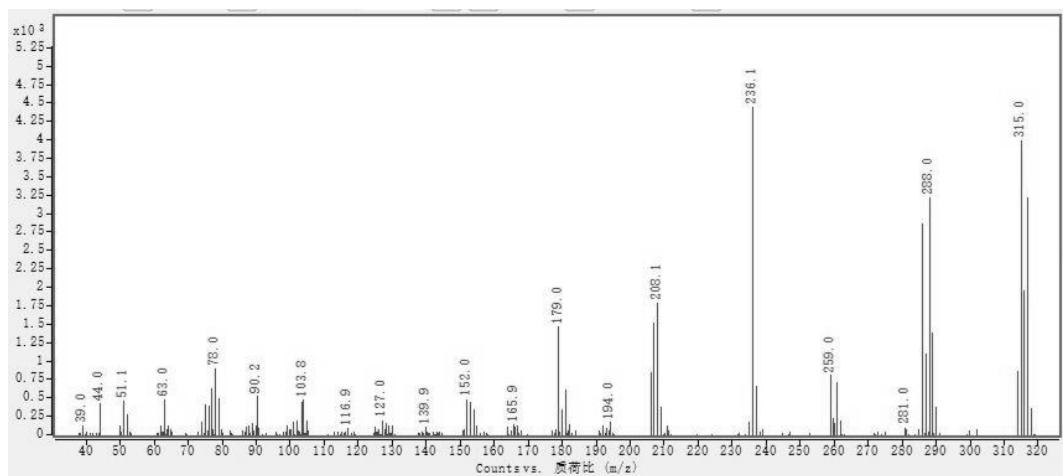


图 C. 25 溴西洋质谱图

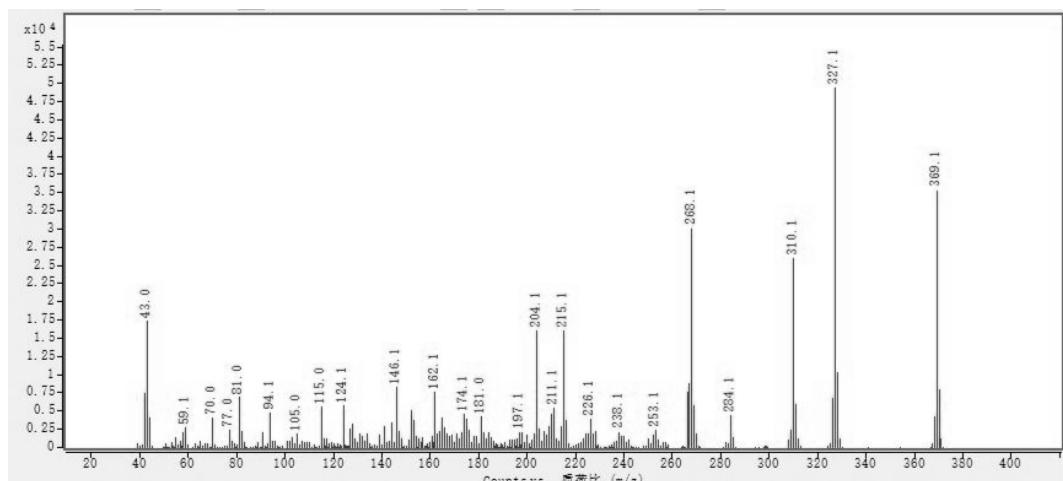


图 C. 26 海洛因质谱图

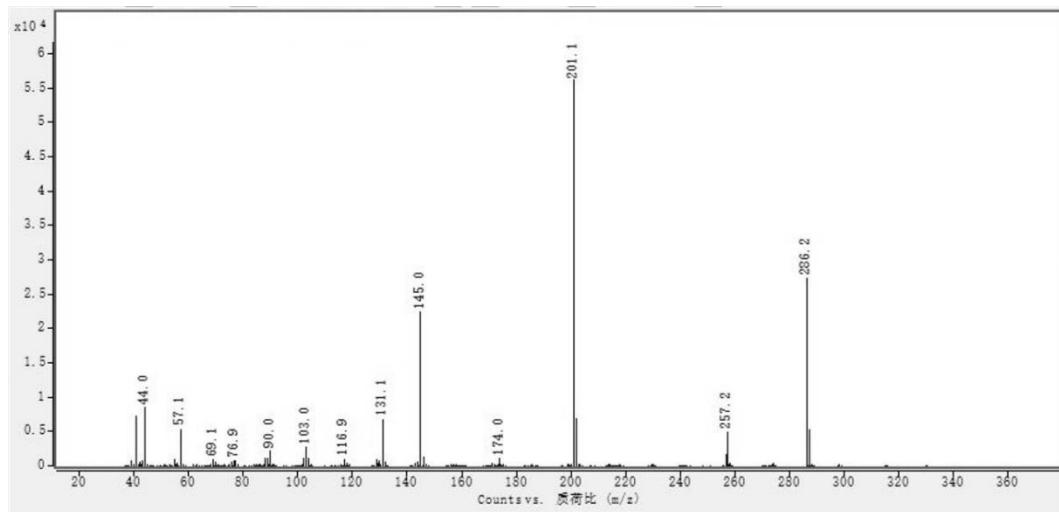


图 C. 27 ADB-BUTINACA 质谱图

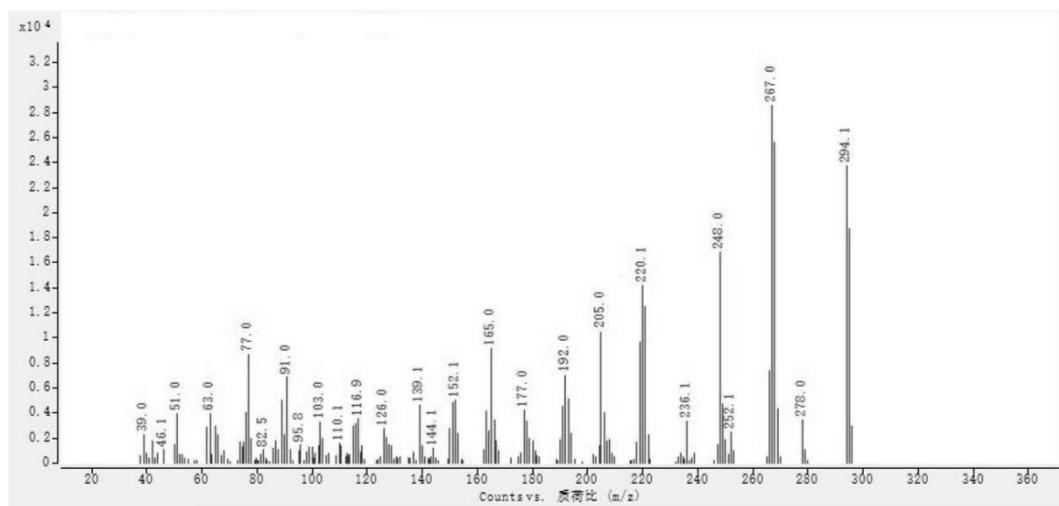


图 C. 28 尼美西泮质谱图

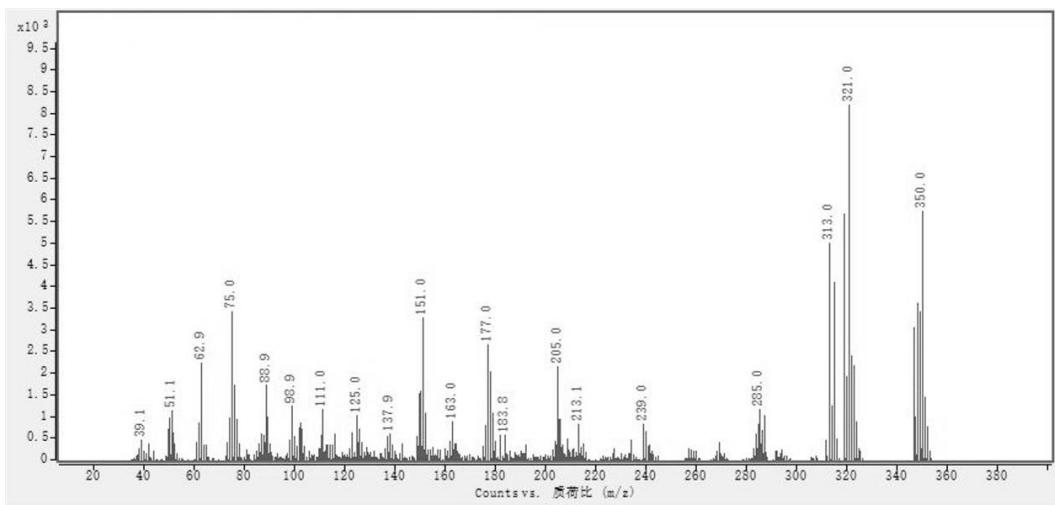


图 C.29 芬纳西洋质谱图

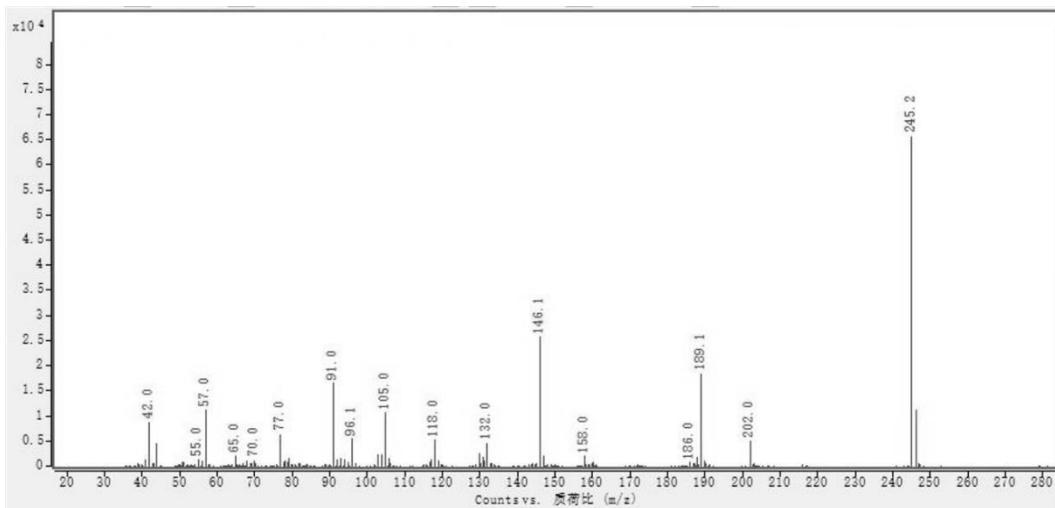


图 C.30 芬太尼质谱图

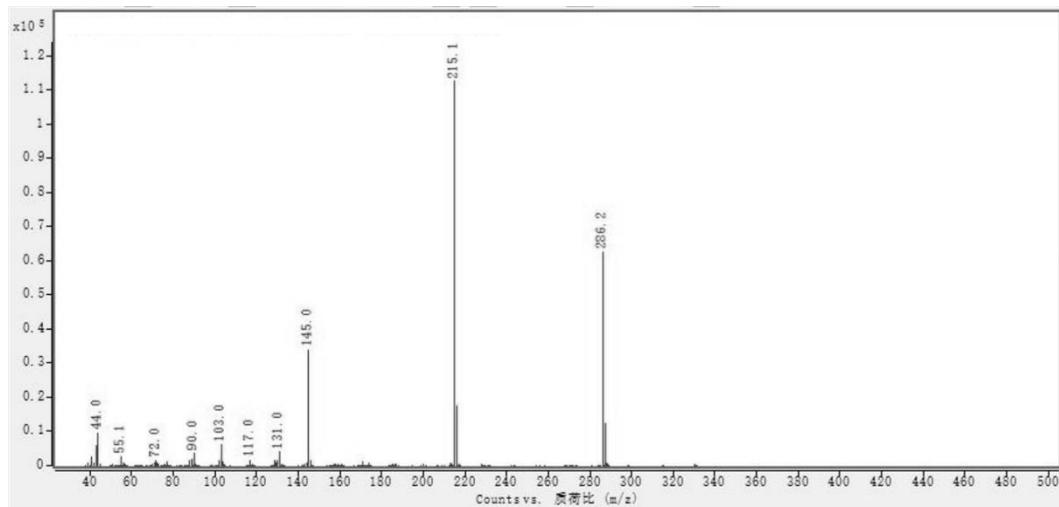


图 C.31 AB-PINACA 质谱图

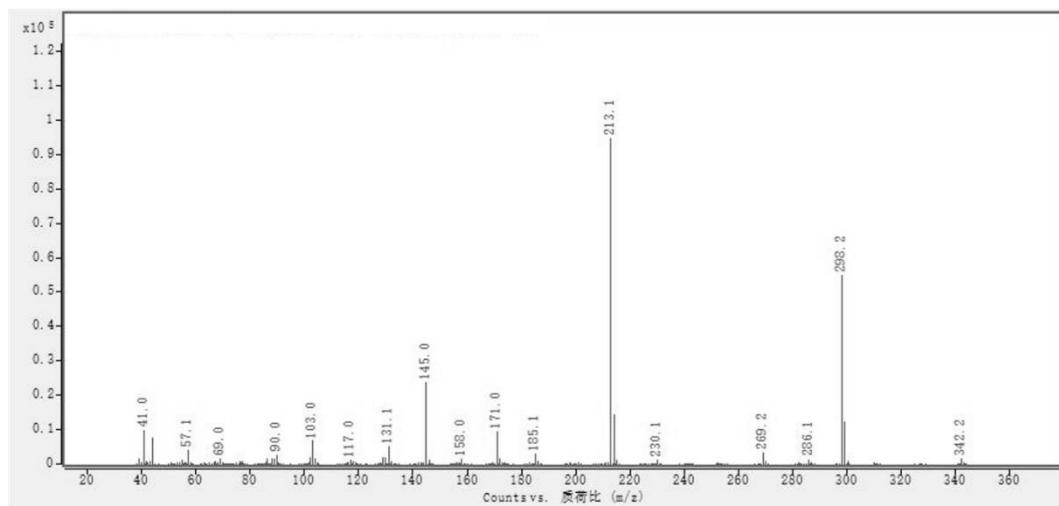


图 C.32 ADB-4en-PINACA 质谱图

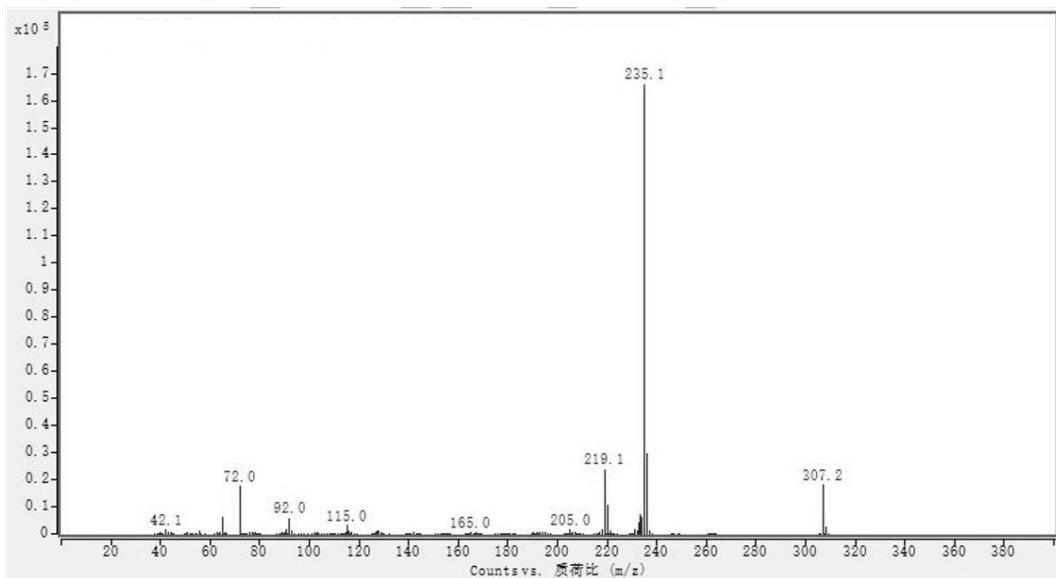


图 C.33 哌吡坦质谱图

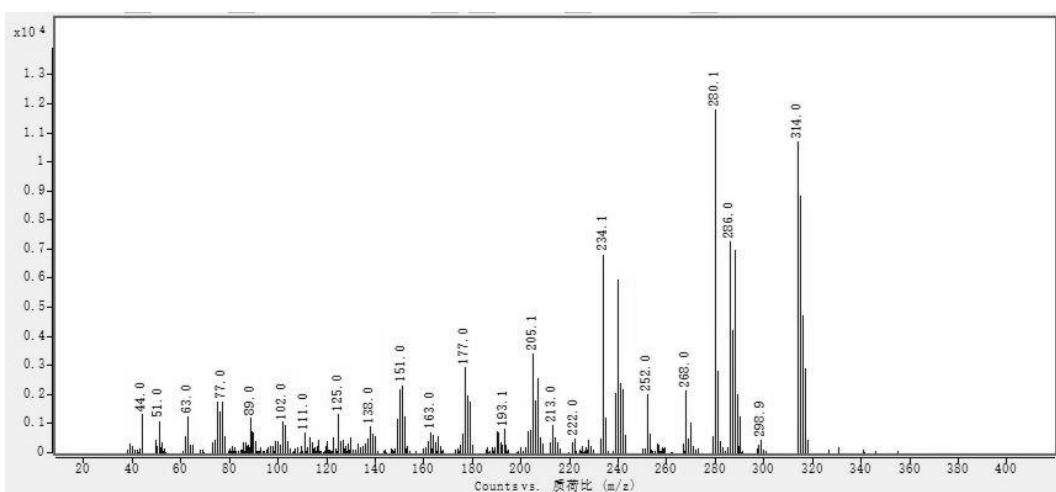


图 C.34 氯硝西洋质谱图

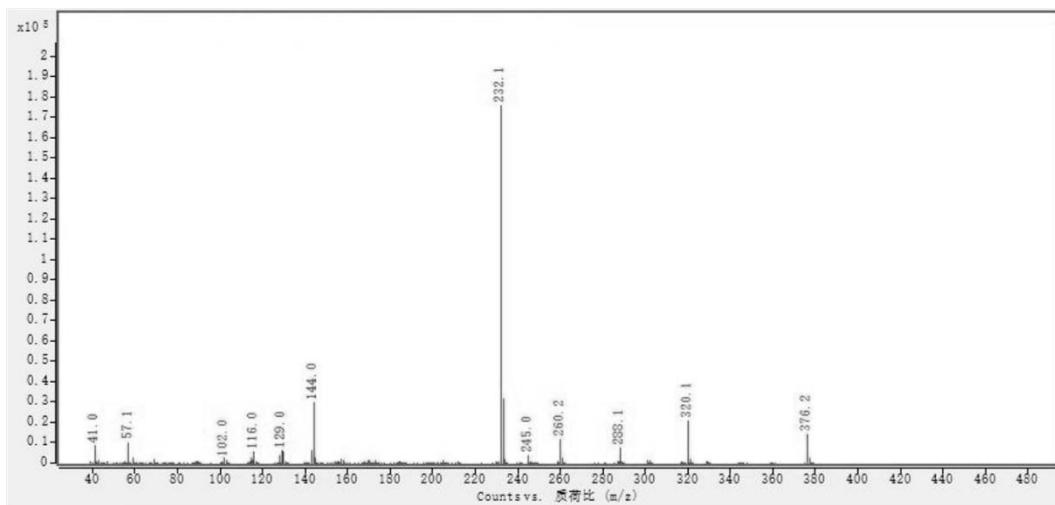


图 C. 35 5F-MDMB-PICA 质谱图

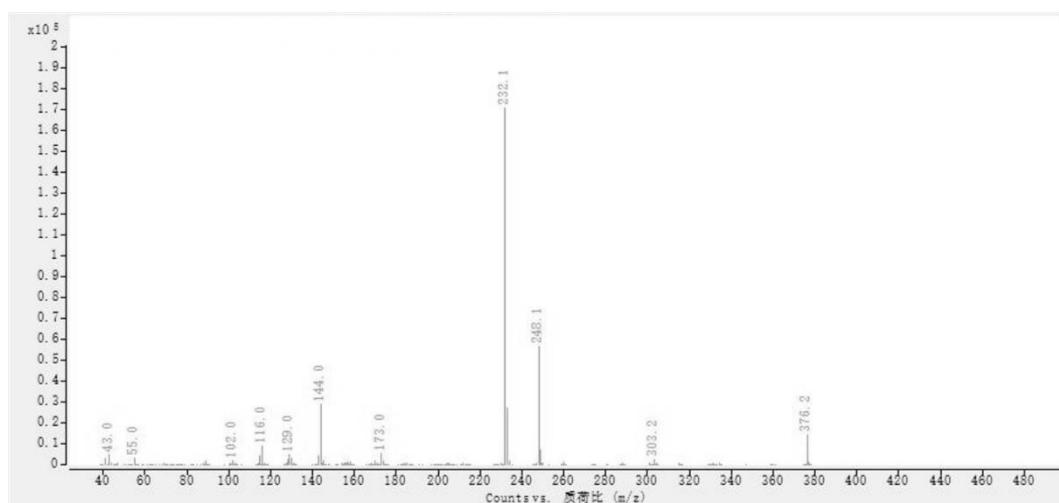


图 C. 36 5F-EMB-PICA 质谱图

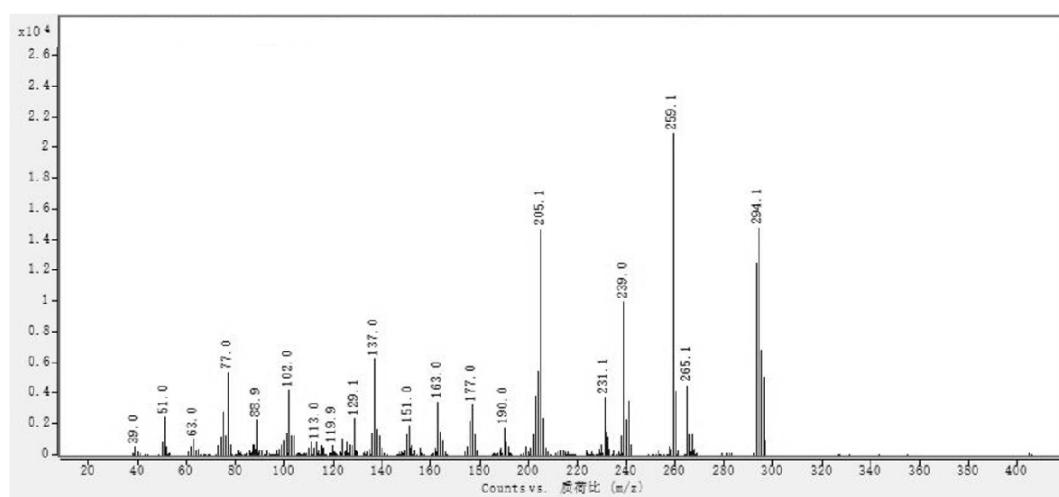


图 C. 37 艾司唑仑质谱图

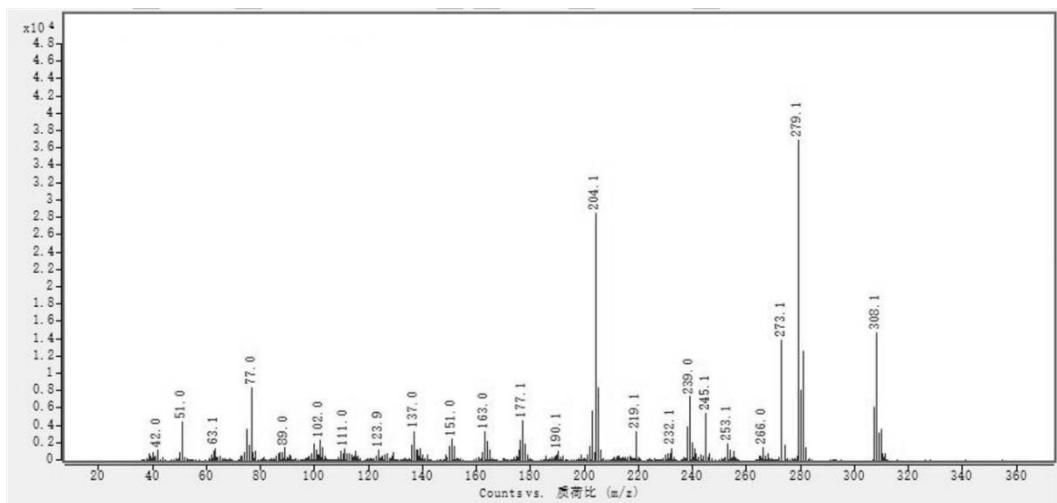


图 C. 38 阿普唑仑质谱图

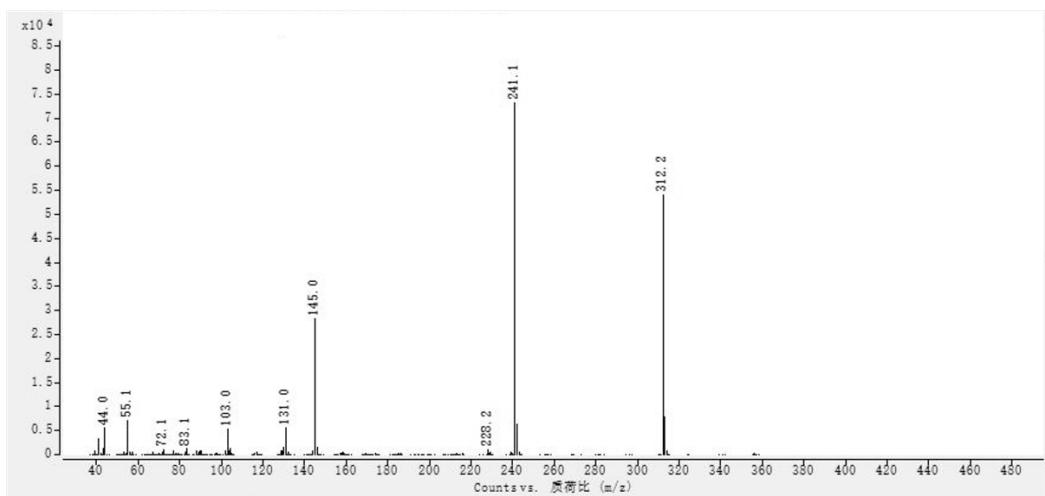


图 C. 39 AB-CHMINACA 质谱图

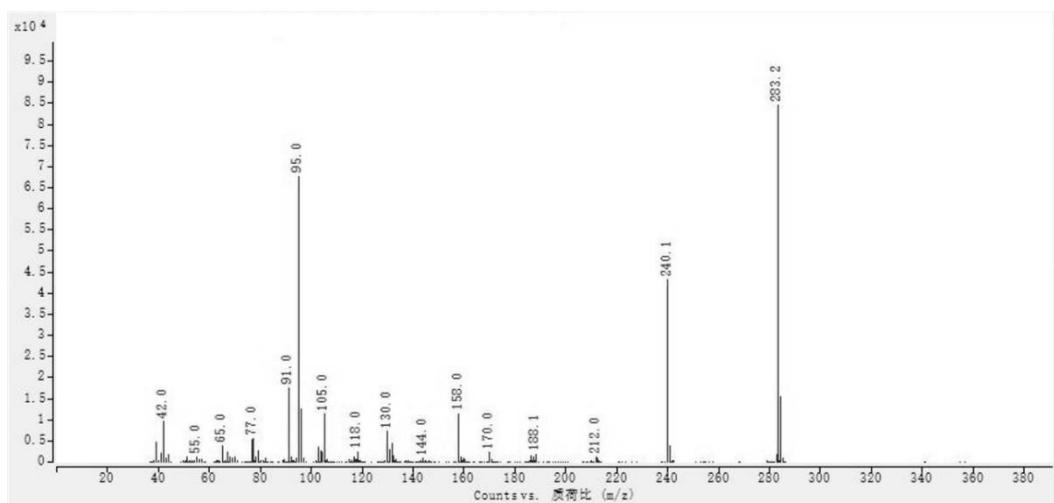


图 C. 40 呋喃芬太尼质谱图

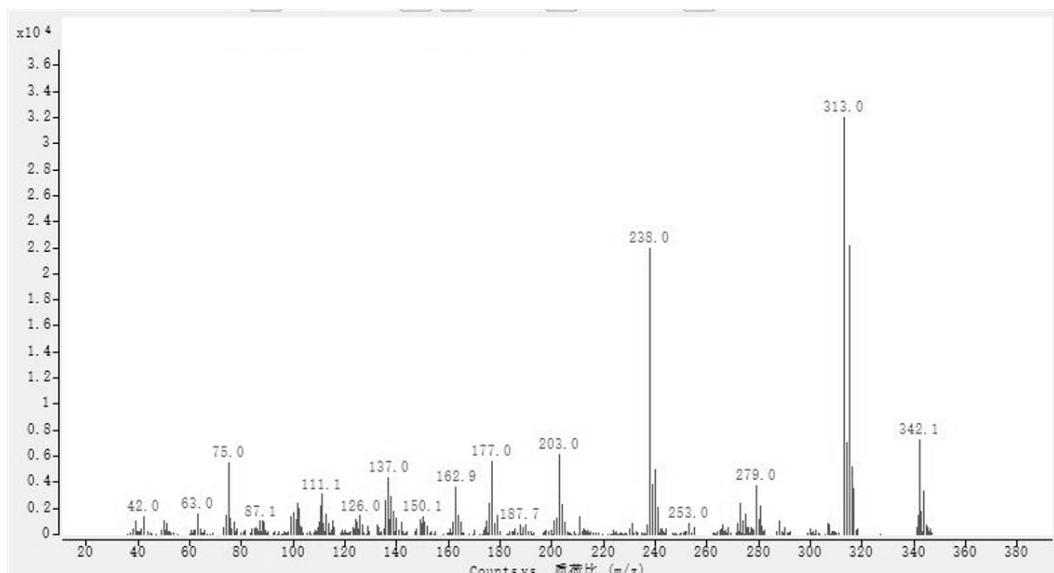


图 C. 41 三唑仑质谱图

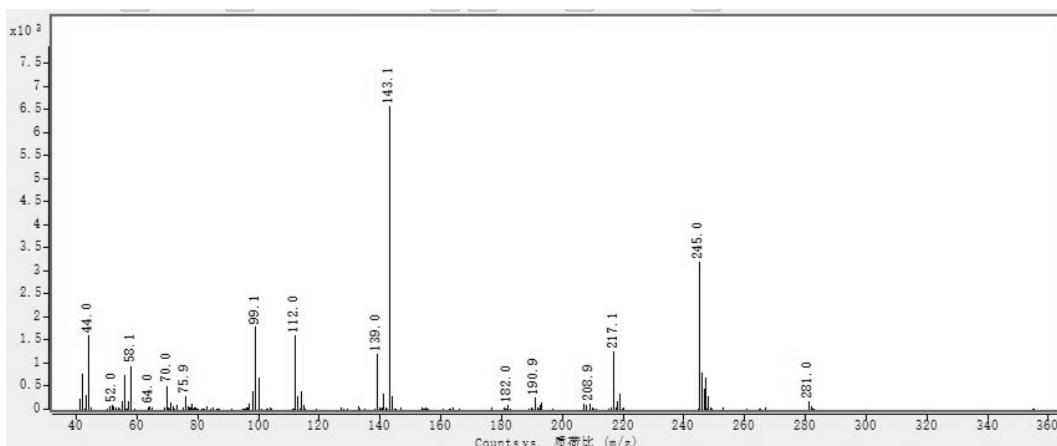


图 C. 42 佐匹克隆质谱图

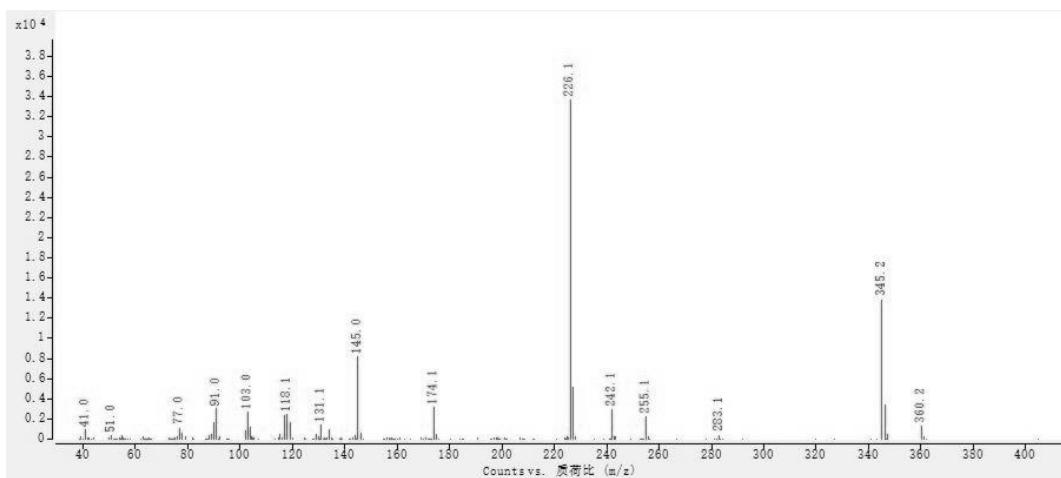


图 C. 43 4CN-CUMYL-BUTINACA 质谱图

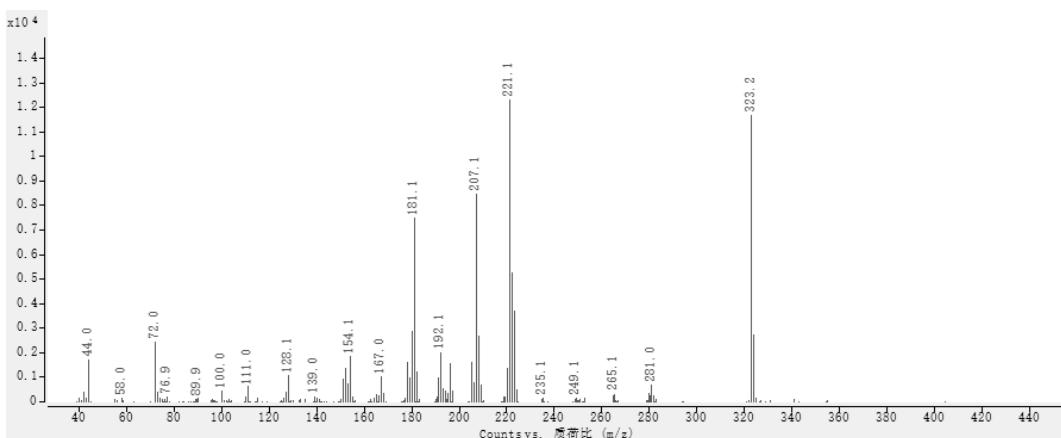


图 C. 44 LSD 质谱图