

18 种易制毒化学品的 气相色谱-质谱定性 检验方法

GC-MS examination method for eighteen precursor chemicals

2024 - 08 - 21 发布

2024 - 11 - 21 实施

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） 18 种易制毒化学品基本信息 4

附录 B（资料性） 18 种易制毒化学品保留时间、质谱特征离子和检出限汇总表 6

附录 C（资料性） 18 种易制毒化学品质谱图 7

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：徐若沧、胡庆坤、高伟杰、黄楚舒、韦灿、刘昕、陈宁、郭靖、刘娟、黄炜。

本文件系首次发布。

18 种易制毒化学品的氣相色谱-质谱定性检验方法

1 范围

本文件描述了甲苯等18种易制毒化学品的氣相色谱-质谱（GC-MS）定性检验方法。
本文件适用于甲苯等18种易制毒化学品的定性分析。其他易制毒化学品可参照使用。

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

对疑似易制毒化学品中的甲苯等18种易制毒化学品（18种易制毒化学品基本信息见附录A）进行提取。采用氣相色谱-质谱法检测，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) 无水硫酸钠；
- c) 标准溶液：
 - 1) 标准物质储备液：甲苯等18种易制毒化学品的标准物质储备液。
 - 2) 标准工作溶液：分别移取甲苯等标准物质储备液各适量，用甲醇稀释，配制成0.2 mg/mL的标准工作溶液，密封，0℃~4℃冷藏保存，有效期1个月；
 - 3) 质控标准工作溶液：分别移取甲苯、 γ -丁内酯、1-苯基-2-丙酮、苯乙腈、苯乙酸、黄樟素、胡椒醛、麻黄素、1-苯基-2-溴-1-丙酮、3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮、邻氯苯基环戊酮、N-苯乙基-4-哌啶酮、羟亚胺、4-苯胺基-N-苯乙基哌啶0.2 mg/mL标准工作溶液各适量，用甲醇分别配制成0.01 mg/mL的质控标准工作溶液；移取3-氧-2-苯基丁腈0.2 mg/mL标准工作溶液适量，用甲醇配制成0.02 mg/mL的质控标准工作溶液；分别移取邻氨基苯甲酸、 α -苯乙酰乙酸甲酯0.2 mg/mL标准工作溶液各适量，用甲醇分别配制成

0.05 mg/mL 的质控标准工作溶液；移取 N-乙酰邻氨基苯酸 0.2 mg/mL 标准工作溶液适量，用甲醇配制成 0.1 mg/mL 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，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 μ L~100 μ L 置于具盖离心管中，加入 10 mL 甲醇，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 \times 0.25 mm \times 0.25 μ m）或其他等效柱；
- b) 色谱柱温程：初始温度 80 $^{\circ}$ C，保持 2 min，以 10 $^{\circ}$ C/min 速率升温至 100 $^{\circ}$ C，保持 5 min，以 2 $^{\circ}$ C/min 速率升温至 120 $^{\circ}$ C，保持 1 min，以 15 $^{\circ}$ C/min 速率升温至 280 $^{\circ}$ C，保持 3 min；
- c) 进样口温度：250 $^{\circ}$ C；
- d) 传输线温度：250 $^{\circ}$ C；
- e) 离子源温度：230 $^{\circ}$ C；
- f) 进样量：1 μ L；
- g) 分流比：20 : 1；
- h) 载气：高纯氦气（He）；
- i) 柱流量（恒流）：0.8 mL/min；
- j) 采集方式：全扫描（Scan）；
- k) 质量范围：35 amu~500 amu；

1) 溶剂延迟时间：2 min。

7.3 进样

分别吸取样品空白（甲醇）、样品溶液、标准溶液空白（甲醇）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）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。18种易制毒化学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

18种易制毒化学品的检出限见附录B。

附 录 A
(规范性)

18 种易制毒化学品基本信息

18种易制毒化学品基本信息见表A. 1。

表A. 1 18 种易制毒化学品基本信息

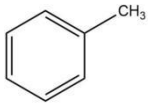
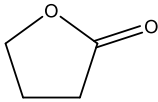
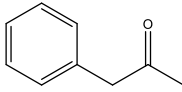
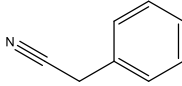
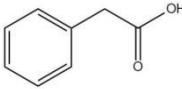
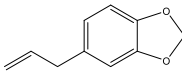
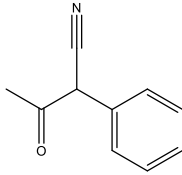
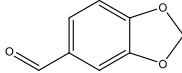
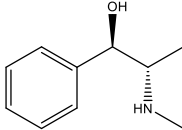
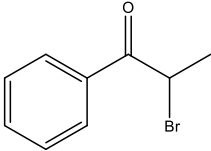
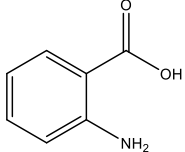
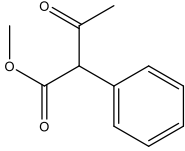
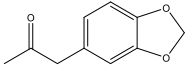
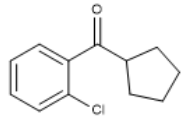
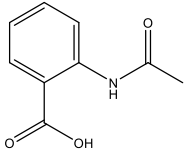
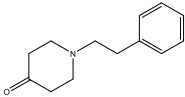
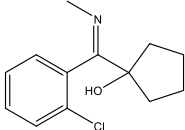
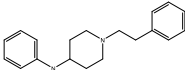
序号	中文名称	英文名称	化学式	结构式	CAS 编号
1	甲苯	Toluene	C ₇ H ₈		108-88-3
2	γ-丁内酯	Gamma- Butyrolactone	C ₄ H ₆ O ₂		96-48-0
3	1-苯基-2-丙酮	Phenylacetone	C ₉ H ₁₀ O		103-79-7
4	苯乙腈	Benzyl cyanide	C ₈ H ₇ N		140-29-4
5	苯乙酸	Phenylacetic acid	C ₈ H ₈ O ₂		103-82-2
6	黄樟素	Safrole	C ₁₀ H ₁₀ O ₂		94-59-7
7	3-氧-2-苯基丁腈	3-Methyl-2-phenylbutanenitrile	C ₁₀ H ₉ NO		120065-76-1
8	胡椒醛	Piperonal	C ₈ H ₆ O ₃		120-27-0
9	麻黄素	Ephedrine	C ₁₀ H ₁₅ NO		299-42-3

表 A.1 18 种易制毒化学品基本信息（续）

序号	中文名称	英文名称	化学式	结构式	CAS 编号
10	1-苯基-2-溴-1-丙酮	2-Bromo-1-phenyl-1-propanone	C ₉ H ₉ BrO		2114-00-3
11	邻氨基苯甲酸	Anthranilic acid	C ₇ H ₇ NO ₂		118-92-3
12	α-苯乙酰乙酸甲酯	Methyl alpha-acetylphenylacetate	C ₁₁ H ₁₂ O ₃		16648-44-5
13	3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮	3,4-Methylenedioxyphenyl-2-propanone	C ₁₀ H ₁₀ O ₃		4676-39-5
14	邻氯苯基环戊酮	2-Chlorophenyl cyclopentyl ketone	C ₁₂ H ₁₃ ClO		6740-85-8
15	N-乙酰邻氨基苯酸	N-Acetylanthranilic acid	C ₉ H ₉ NO ₃		89-52-1
16	N-苯乙基-4-哌啶酮	N-phenethyl-4-piperidone	C ₁₃ H ₁₇ NO		39742-60-4
17	羟亚胺	Hydroxyimine	C ₁₃ H ₁₆ ClNO		90717-16-1
18	4-苯胺基-N-苯乙基哌啶	4-anilino-N-phenethyl piperidine	C ₁₉ H ₂₄ N ₂		21409-26-7

附 录 B
(资料性)

18 种易制毒化学品保留时间、质谱特征离子和检出限汇总表

序号	名称	参考保留时间 min	质谱特征离子 m/z	检出限 mg/mL
1	甲苯	2.36	91*, 39, 51, 65	0.002
2	γ-丁内酯	3.64	42*, 39, 56, 86	0.005
3	1-苯基-2-丙酮	7.94	43*, 65, 91, 134	0.002
4	苯乙腈	8.27	117*, 51, 63, 90	0.005
5	苯乙酸	12.79	91*, 65, 89, 136	0.005
6	黄樟素	14.98	162*, 77, 104, 131	0.005
7	3-氧-2-苯基丁腈	17.06	43*, 63, 89, 117	0.015
8	胡椒醛	17.23	149*, 63, 91, 121	0.005
9	麻黄素	19.47	58*, 77, 91, 105	0.005
10	1-苯基-2-溴-1-丙酮	20.18	105*, 50, 51, 77	0.005
11	邻氨基苯甲酸	20.44	119*, 65, 92, 137	0.03
12	α-苯乙酰乙酸甲酯	21.38	118*, 43, 90, 150	0.03
13	3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮	23.03	135*, 51, 77, 178	0.002
14	邻氯苯基环戊酮	25.36	139*, 41, 75, 111	0.002
15	N-乙酰邻氨基苯酸	25.92	119*, 92, 137, 179	0.05
16	N-苯乙基-4-哌啶酮	26.46	112*, 42, 84, 91	0.002
17	羟亚胺	26.62	152*, 102, 138, 180	0.005
18	4-苯胺基-N-苯乙基哌啶	31.70	146*, 96, 105, 189	0.002
注：*表示为基峰。				

附 录 C
(资料性)
18 种易制毒化学品质谱图

18种易制毒化学品质谱图见图C.1～图C.18。

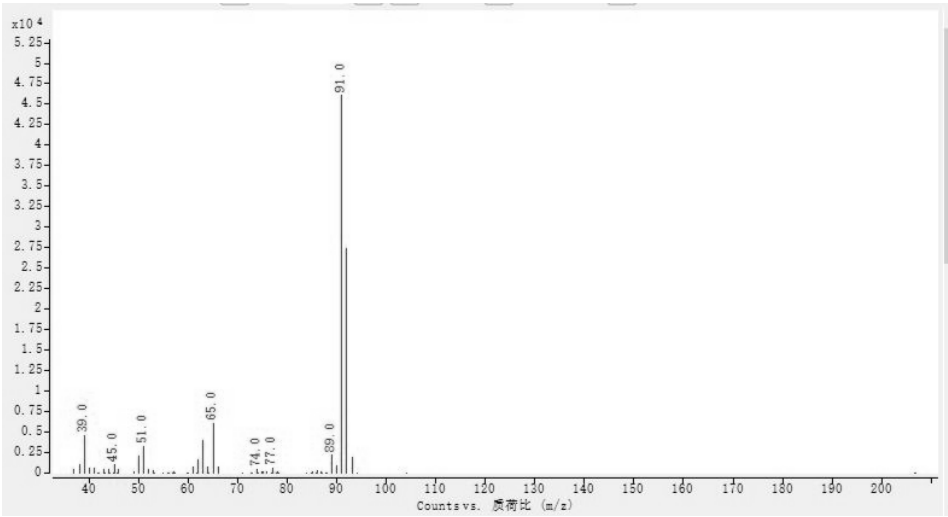


图 C.1 甲苯质谱图

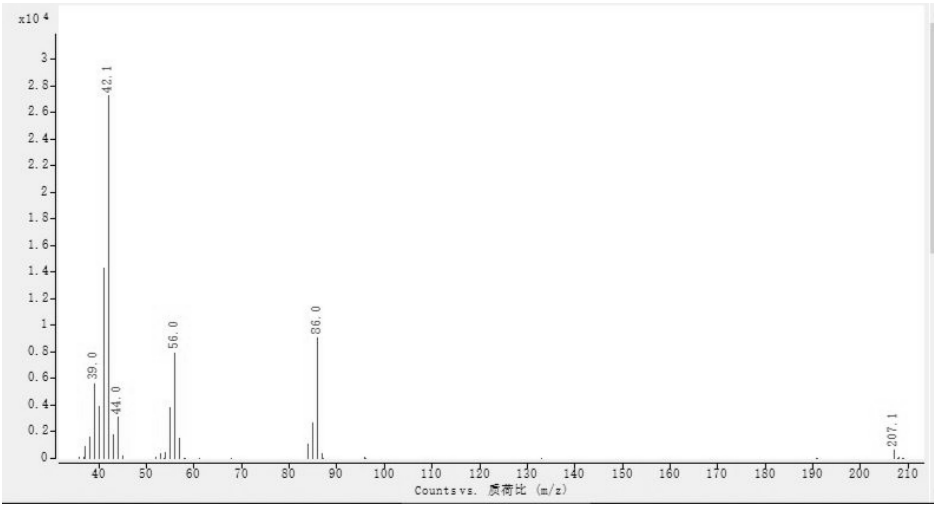


图 C.2 γ -丁内酯质谱图

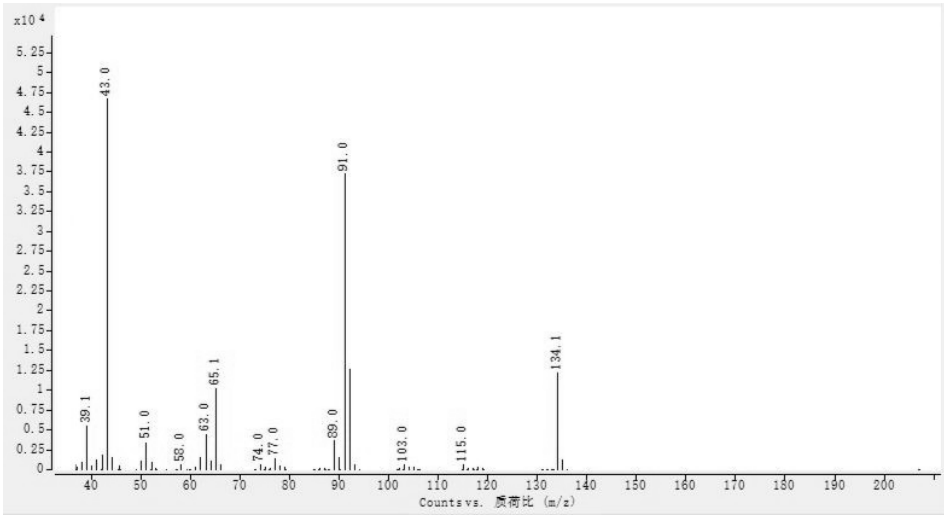


图 C.3 1-苯基-2-丙酮质谱图

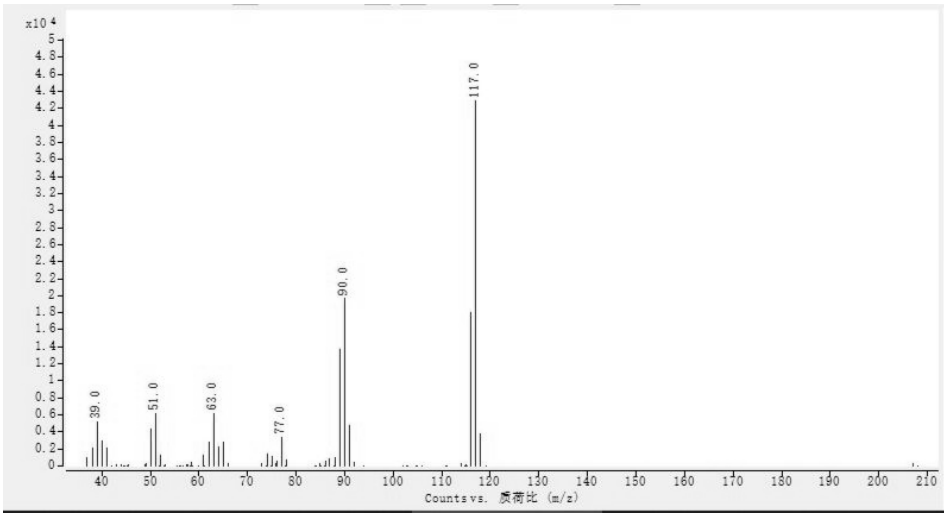


图 C.4 苯乙腈质谱图

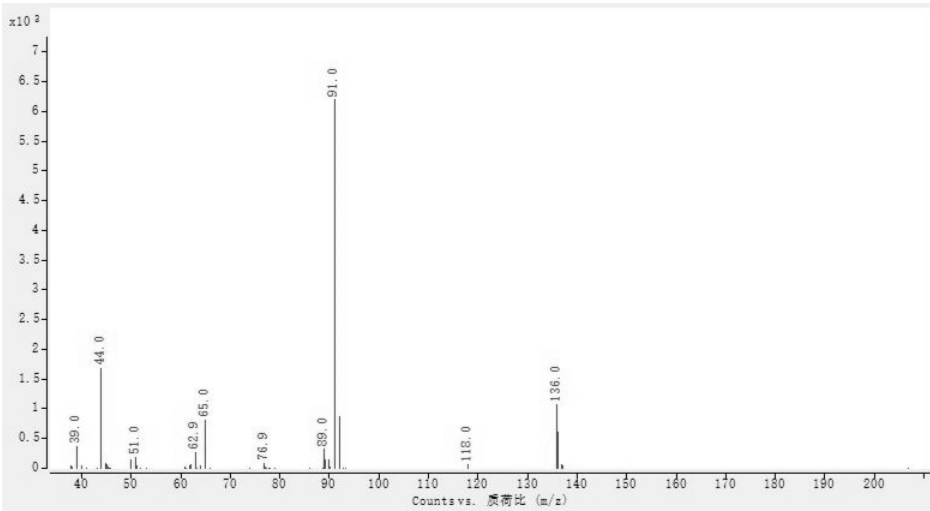


图 C.5 苯乙酸质谱图

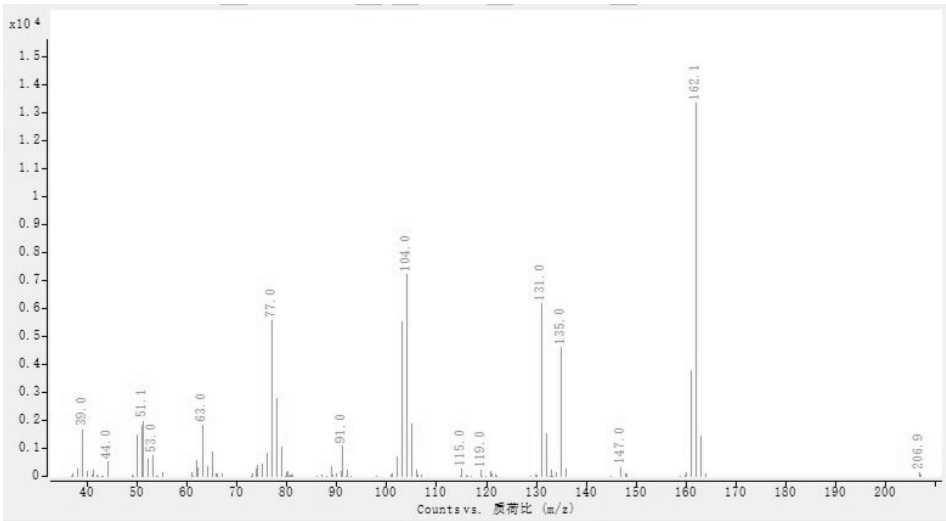


图 C.6 黄樟素质谱图

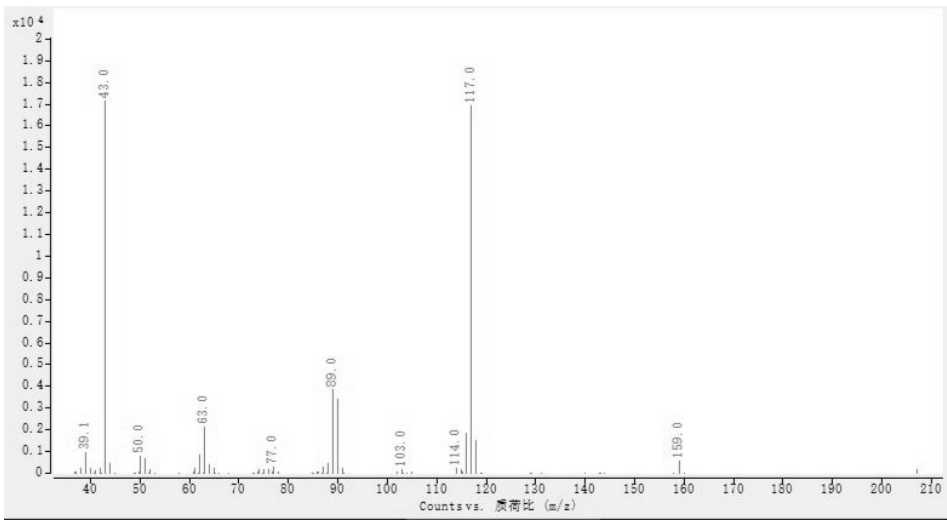


图 C.7 3-氧-2-苯基丁腈质谱图

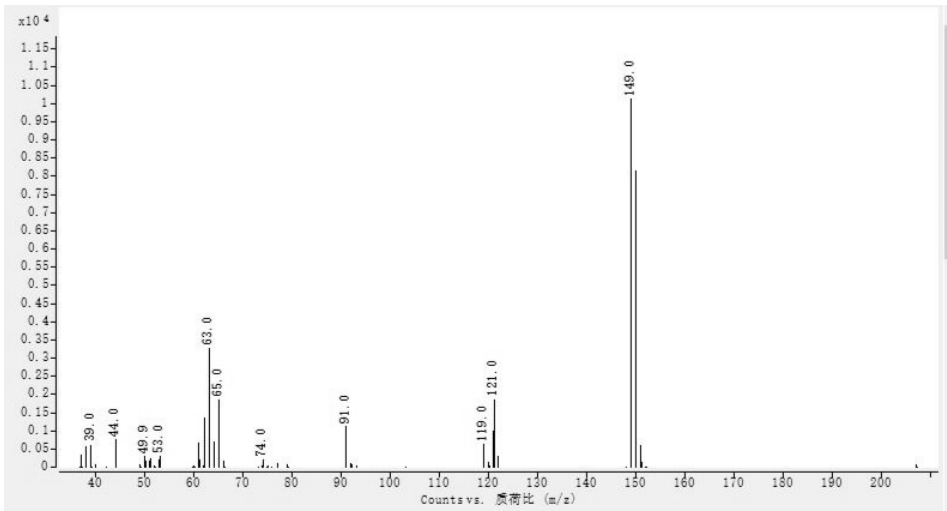


图 C.8 胡椒醛质谱图

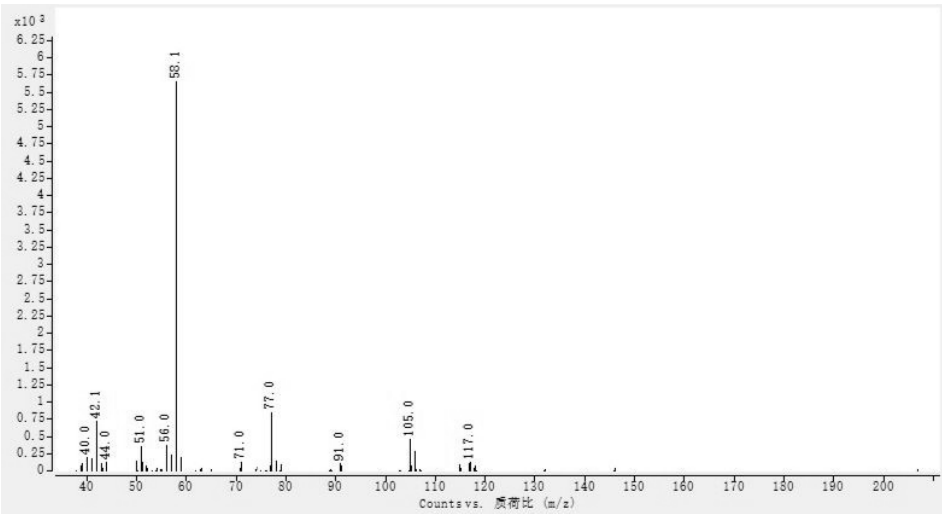


图 C.9 麻黄素质谱图

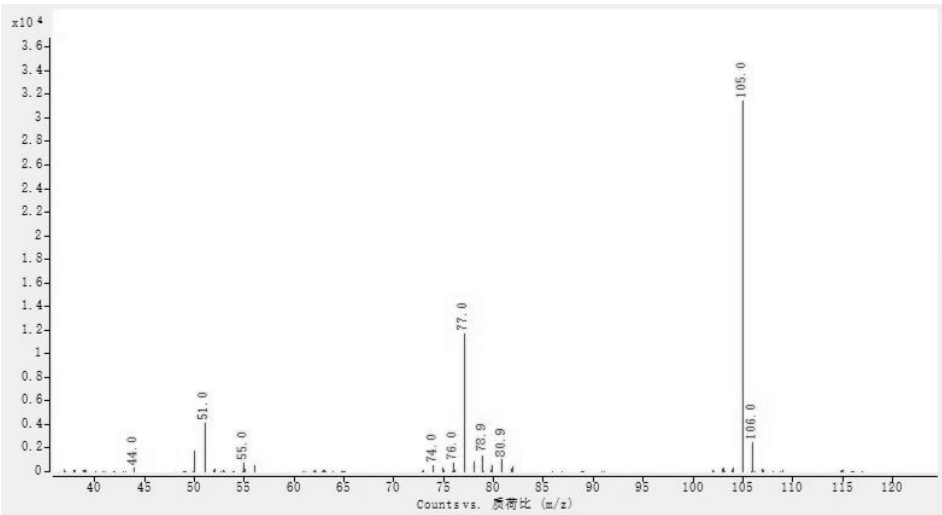


图 C.10 1-苯基-2-溴-1-丙酮质谱图

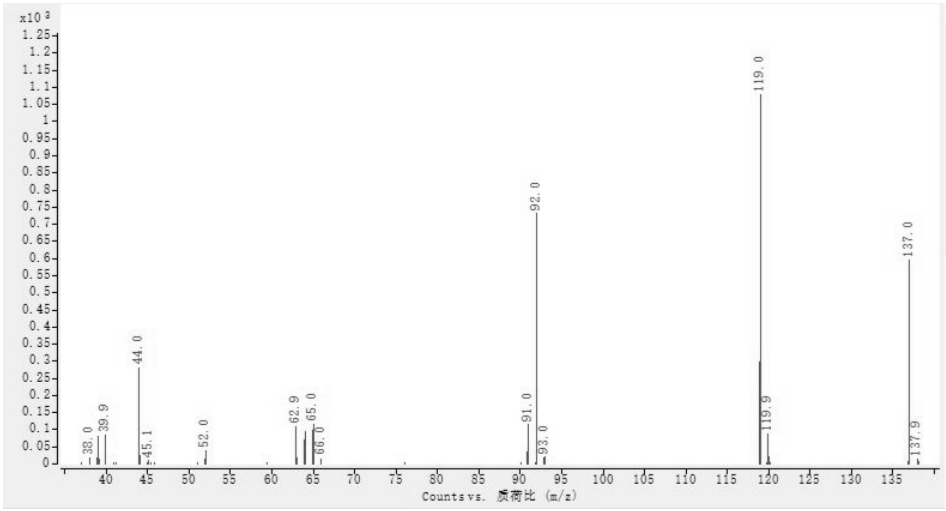


图 C.11 邻氨基苯甲酸质谱图

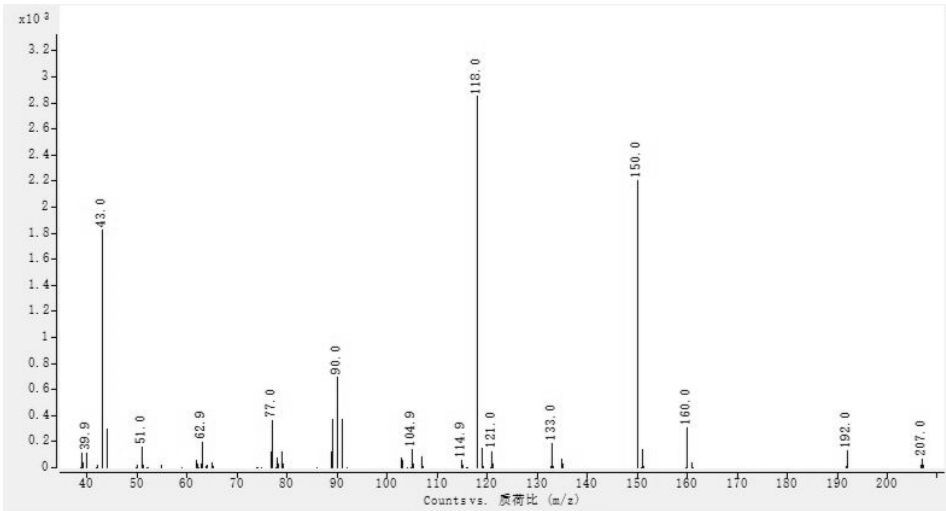


图 C.12 α-苯乙酰乙酸甲酯质谱图

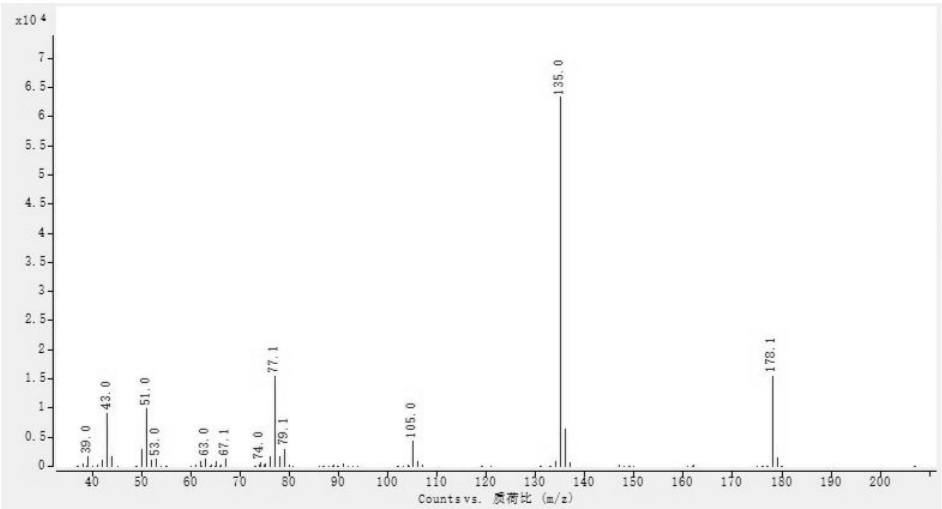


图 C13 3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮质谱图

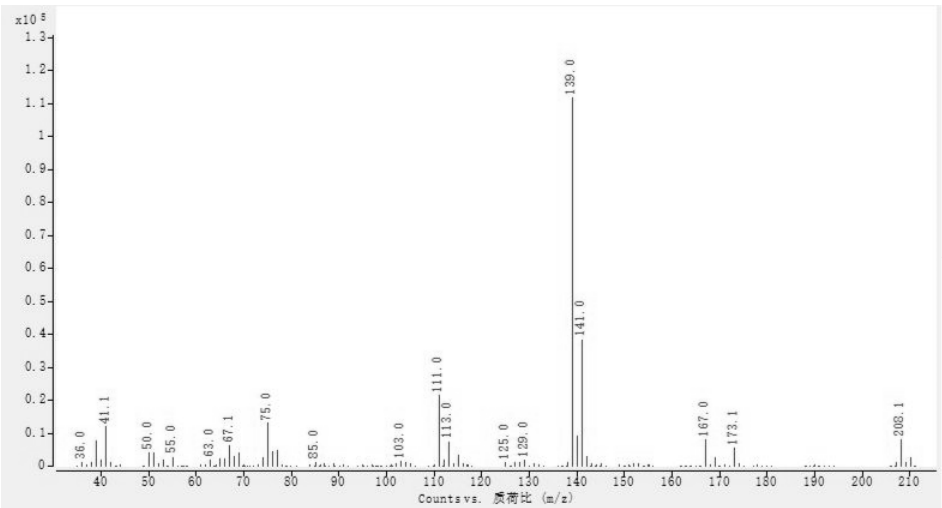


图 C. 14 邻氯苯基环戊酮质谱图

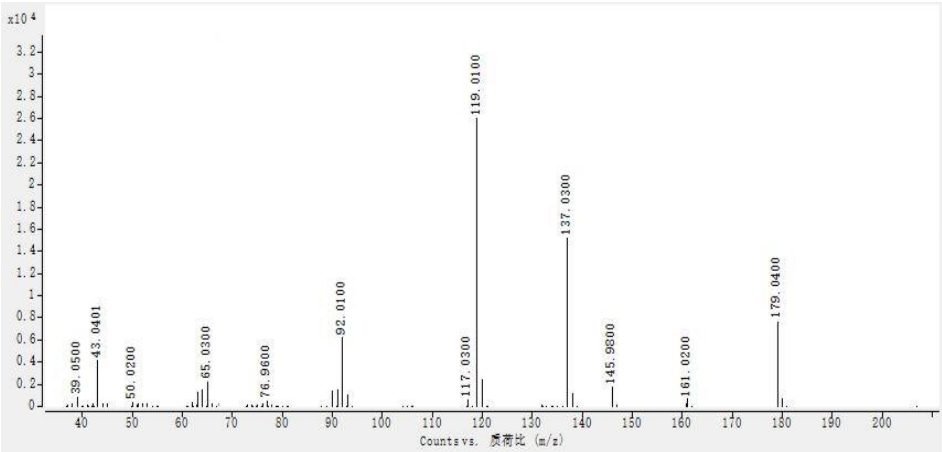


图 C. 15 N-乙酰邻氨基苯酸质谱图

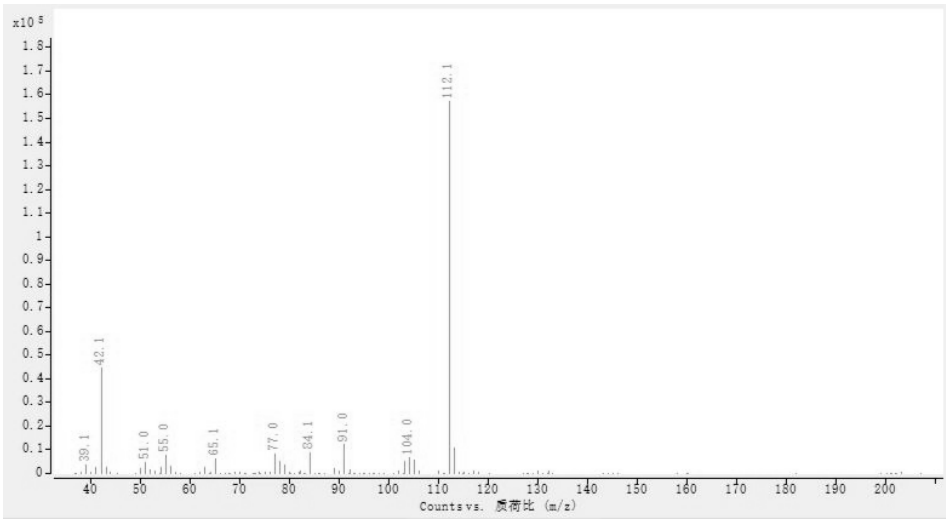


图 C.16 N-苯乙基-4-吡啶酮质谱图

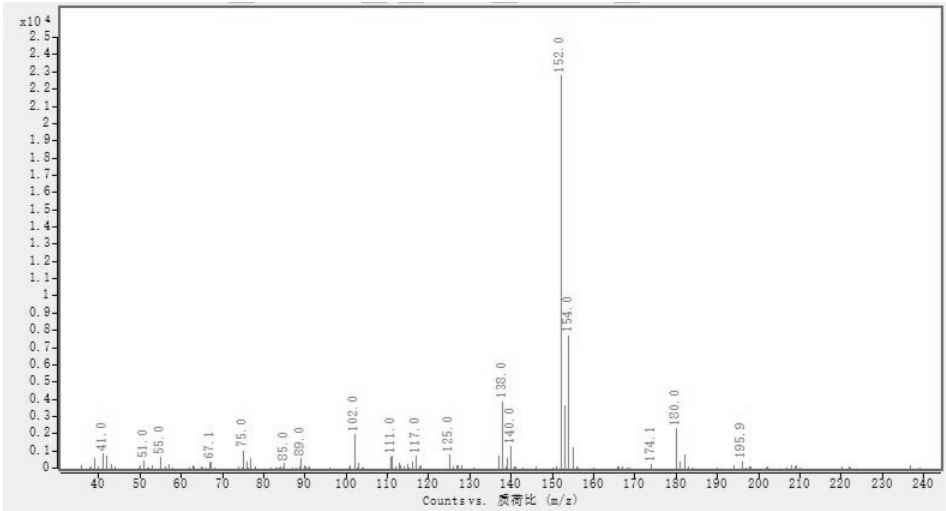


图 C.17 羟亚胺质谱图

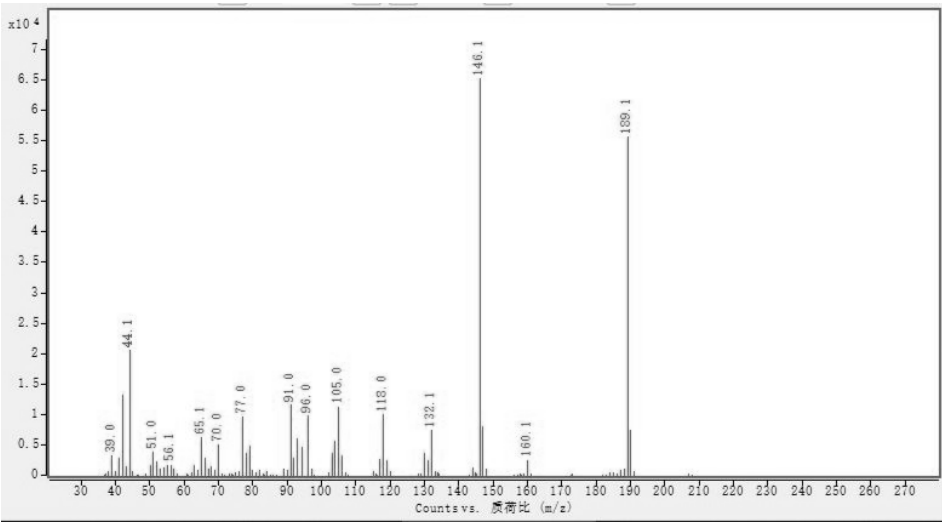


图 C.18 4-苯胺基-N-苯乙基哌啶质谱图