



## 公安司法毒物检测整体解决方案以及方法包介绍

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC

# 目 录

一. 方法包简介.....	3
二. 仪器简介.....	4
三. 化合物简介.....	5
四. 相关法规及政策.....	8
五. 样品前处理.....	8
六. 仪器和设备.....	8
七. 方法包的使用.....	8
八. 应用文章.....	12



# 一. 方法包简介

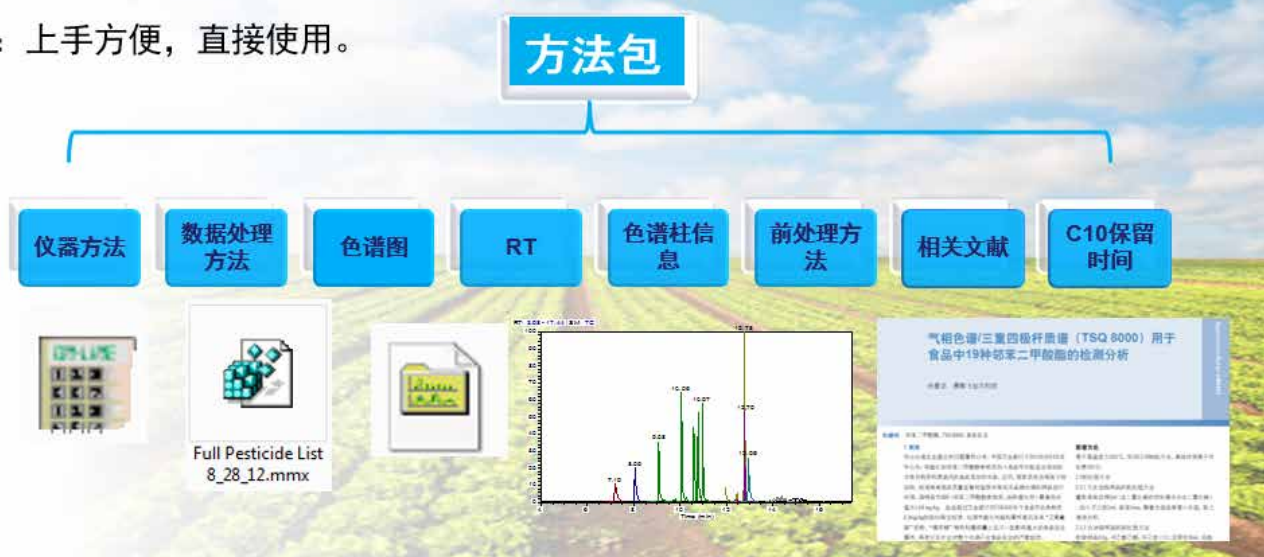
方法包是赛默飞世尔科技色谱质谱部应用部门针对客户需求提出的简易仪器使用流程，方法包内所涉及的化合物均为常见的能在GC/MS上检测的化合物，如农药残留，多环芳烃，多氯联苯，多溴联苯和多溴联苯醚，邻苯二甲酸酯等。方法包的作用就是能使客户更快更简便得使用仪器，尽快上手。方法包包括进样方法，数据处理方法(TraceFinder方法文件夹)，相关应用文章，相关标准，色谱柱信息，前处理方法，数据文件等，客户可以直接调用进样方法和数据处理方法完成化合物的定性定量分析。

## 赛默飞 - 方法包 (Method Kit)

对于常用分析化合物，我们可以提供方法包。

包括：邻苯二甲酸酯、PCB、PAH、PBDE、农残筛查、亚硝胺、二恶英、GB2763、烟草中农残、PM2.5、香港规管方案、药典农残、乳制品中农残检测、除草剂、农产品能力验证、VOC、sVOC、公安司法毒物等。

目的：上手方便，直接使用。





## 二. 仪器简介

### TSQ 9000三重四极杆串接气质联用仪

秉承着菲尼根质谱技术的一贯领先优势，ThermoFisher Scientific™在推出TSQ 9000之后再次创新，推出了更新的一款气相串接质谱仪TSQ 9000，该款高效的GC-MS/MS提供了永不停歇的生产率，其出色的灵敏度，超快的扫描速度，简便的MS/MS功能，满足最苛刻的定量定性分析要求，为食品安全、环境分析、法医和制药等行业提供应用解决方案

#### TSQ 9000主要特点：

- ◆ AutoSRM 功能自动优化二级离子对信息；
- ◆ 定时保留时间 SRM 功能 (T-SRM) 和定时保留时间 SIM 功能 (T-SIM) 功能使高通量检测成为可能，并且优化方法设置参数，无需分配时间段
- ◆ TraceFinder™软件，提供数据采集、定性/定量数据处理、报告模板编辑和报告出具等全面功能；
- ◆ Evo-cell™技术,高达 800MRM/s 的扫描速度，即使在极限高速扫描条件下仍不会过多损失灵敏度
- ◆ NeverVent™技术进一步创新，在VPI技术基础上，增加了 V-Lock™配置，在质谱不泄真空的情况下，不但更换整个离子源，还可以更换色谱柱，进一步节省常规系统维护时间，提高效率；
- ◆ 离子源上具有双加热区，有效去除基质对离子源的污染，节省维护时间；
- ◆ 弯曲的预四极杆，有效去除中性噪音，增强抗污染能力，减少背景噪音并降低检测限。
- ◆ SmartTune™简化调谐流程，减少人际交互界面，仪器调谐更加智能。

### 三. 化合物简介

#### 简介

毒物是一个比较宽泛的概念，任何以较低的剂量就可以致人畜死亡的物质均可以认为是毒物。进入人或动物体内后，毒物会侵入组织和器官，并在组织和器官内产生化学、物理化学反应，破坏机体的正常生理功能，引起功能障碍、组织损伤甚至危及生命。对于毒物的定性和定量分析是揭露和证实某些犯罪行为的重要技术手段，其鉴定结果在法律上具有证据作用。

#### 目标化合物介绍

毒物所涉及的物质种类很广泛，常见的种类如毒品、麻醉药品、精神药物、水溶性毒物（强酸、强碱、亚硝酸盐）、重金属、安眠镇静药物、农药、生物碱等。本实验中涉及的毒物种类包括：精神药品（苯丙胺类等）、麻醉药品（罂粟类、鸦片类、大麻类、可卡因类、人工合成类）、安眠镇静类药物（巴比妥类、吩噻嗪类、苯二氮类等）、农药（有机磷类、拟除虫菊酯类、氨基甲酸酯类、杀鼠剂）和生物碱类等，具体化合物和离子对信息如下：

序号	英文名	中文名	CAS号	RT	离子对 1	碰撞能量	离子对 2	碰撞能量	离子对 3	碰撞能量
1	Phentermine	苯丁胺	122-09-8	7.48	58.1>39.1	16	58.1>42.1	24	58.1>43.1	14
2	Methomyl	灭多威 (万灵)	16752-77-5	7.52	87.8>44	10	104.7>58	10	104.7>88	6
3	Amphetamine (AMP)	苯丙胺	300-62-9	8.19	56.1>41.1	18	91.1>65.1	10	44.1>43.1	50
4	Propoxur	残杀威	114-26-1	8.51	110>62.9	24	110>64.1	16	152.1>110	8
5	Methamphetamine (MAMP)	甲基苯丙胺	537-46-2	8.62	58.1>30.1	8	58.1>43.1	12	91.1>65.1	10
6	Methamidophos	甲胺磷	10265-92-6	8.93	141>64	18	141>79	20	141>94.8	8
7	Dichlorvos	敌敌畏	62-73-7	9.06	109>79	6	185>93	12	186.9>93	12
8	Aspirin	阿司匹林	50-78-2	9.43	92>64	10	120.1>92	10	138>120	10
9	Isoniazid	异烟肼	54-85-3	9.75	106>51.1	20	106>78.1	10	137.1>106.1	6
10	Tenamfetamine (MDA)	替苯丙胺	4764-17-4	9.76	77.1>51.1	10	136.1>78.1	18	136.1>135.1	14
11	Ephedrine	麻黄碱	299-42-3	10.07	58.1>30.1	10	77.1>51.1	12	105.1>77.1	10
12	Methylephedrine	甲基麻黄碱	552-79-4	10.43	72.1>42.1	18	72.1>44.1	10	72.1>70.1	8
13	Acephate	乙酰甲胺磷 (高灭磷)	30560-19-1	10.48	94>64	8	136>42.1	8	136>94	12
14	3,4-Methylenedioxy-N-ethylamphetamine (MDEA)	3,4-亚甲二氧基-N-乙基安非他命	82801-81-8	10.55	72.1>27	26	72.1>29.1	16	72.1>44.1	8
15	Metolcarb	速灭威	1129-41-5	10.74	107.1>77	16	108.1>77	24	108.1>79	14
16	Barbital	巴比妥	57-44-3	11.1	141.1>98.1	8	156.1>98.1	16	156.1>141.1	6
17	Butalbital	布他比妥	77-26-9	11.42	168.1>96.1	18	168.1>97.1	10	168.1>153.1	6
18	N-Methyl-3,4-methylenedioxyamphetamine (MDMA)	3,4-亚甲基二氧基-N-甲基苯丙胺	42542-10-9	11.47	58.1>30.1	8	58.1>43.1	12	77.1>51.1	10
19	4-Acetamidophenol (Paracetamol)	对乙酰氨基酚	103-90-2	11.51	109.1>80.1	14	109.1>108.1	10	151.1>109.1	8
20	Tetramethylenedisulfotetramine (TETS)	毒鼠强	29561	11.71	212>42.2	6	212>132.1	6	240>212	10
21	Amobarbital	异戊巴比妥	57-43-2	11.9	141.1>98	8	156.1>98	14	156.1>141.1	6
22	Omethoate	氧化乐果	1113-02-6	12.06	110>79	10	110>80	8	156>110	8
23	Pentobarbital	戊巴比妥	76-74-4	12.19	141>98	8	156.1>98.1	14	156.1>141.1	6
24	Ibuprofen	布洛芬	15687-27-1	12.43	161.1>119.1	10	163.1>107	10	206.1>161.1	5

25	Aprobarbital	阿普比妥	28157	12.59	124>96.1	10	167.1>124	10	195.1>152.1	10
26	Monocrotophos	久效磷	6923-22-4	12.88	96.9>82	10	127>95	16	127>109	10
27	Sulfotep	治螟磷	3689-24-5	12.98	202>145.9	10	265.9>145.9	15	322>202	10
28	Phenacetin	非那西汀	62-44-2	13.16	108.1>80.1	12	137.1>109.1	8	179.1>137.1	8
29	Phorate	甲拌磷	2600-69-3	13.18	75>47	8	121>65	8	260>75	8
30	Dimethoate	乐果	60-51-5	13.62	87>42.1	10	93>63	8	125>79	8
31	Carbofuran	呋喃丹(克百威)	1563-66-2	13.69	149.1>77	24	149.1>121.1	8	164>149.1	8
32	Meperidine	哌替啶	57-42-1	13.79	71.1>56	10	218.1>172.1	10	246.2>172.1	10
33	Diphenhydramine	盐酸苯海拉明	58-73-1	13.8	73.1>44.1	14	165.1>115.1	26	165.1>164.1	14
34	Lidocaine	利多卡因	137-58-6	13.97	86.1>29.1	16	86.1>30.1	12	86.1>58.1	8
35	Terbufos	特丁硫磷	13071-79-9	14.2	230.9>128.9	22	230.9>174.9	12	230.9>203	8
36	Secobarbital	司可巴比妥(速可眠)	76-73-3	14.5	167.1>96.1	12	167>124.1	6	168.1>153.1	8
37	Phenobarbital	苯巴比妥	18420	15.09	117.1>91.1	18	204.1>115.1	24	204.1>161.1	6
38	Caffeine	咖啡因	21399	15.14	109.1>55.1	6	194.1>109.1	12	194.1>193.1	8
39	Ketamine	氯胺酮	6740-88-1	15.64	180>115.1	30	180>116.1	18	209.1>180.1	8
40	Antipyrine	安替比林	60-80-0	15.72	96.1>55	10	188.1>96	10	188.1>187.1	5
41	Parathion-methyl	甲基对硫磷	298-00-0	15.81	124.9>47	12	124.9>79	6	263>109	12
42	Aminopyrine	氨基比林	58-15-1	16.55	97.1>56.1	8	111.1>70.1	8	231.2>97.1	12
43	Malathion	马拉硫磷	121-75-5	16.81	92.8>63	8	125>79	8	173.1>99	12
44	Chlorpyrifos-ethyl	毒死蜱	2921-88-2	17.2	196.7>107	36	196.7>168.9	12	313.9>257.9	12
45	Parathion (ethyl)	对硫磷	298-00-0	17.22	109>81	10	124.9>97	6	291>109	12
46	Chlorphenamine	氯苯吡丙胺(扑尔敏)	132-22-9	17.85	202.1>167.1	14	203.1>167.1	24	203.1>168.2	14
47	Quinalphos	喹硫磷	13593-03-8	18.57	146>118.1	10	157.1>102	22	157.1>129	14
48	Atropine	阿托品	51-55-8	18.62	94.1>79.1	22	124.1>67.1	12	124.1>83.1	12
49	Butachlor	丁草胺	23184-66-9	19.44	160>131.7	12	176.1>146.9	12	188.1>160.1	10
50	Methadone	美沙酮	76-99-3	20.07	72.1>42.1	20	72.1>44.1	12	72.1>70.1	10
51	Methaqualone	安眠酮	72-44-6	20.36	235.1>77.1	38	235.1>132.1	20	250.1>235.1	8
52	Amitriptyline	阿米替林	50-48-6	20.93	58.1>30.1	12	58.1>42.1	20	58.1>43.1	16
53	Chlorfenapyr	虫螨腈(溴虫腈)	122453-73-0	20.99	136.9>102	12	248.9>112	24	248.9>137.1	18
54	Cocaine	可卡因	50-36-2	21.03	82.1>41.1	20	82.1>67.1	14	182.1>82.1	10
55	Imipramine	丙咪嗪	50-49-7	21.33	195.1>194.1	25	234.1>218.1	25	235.2>234.1	10
56	Endosulfan beta	β-硫丹	33213-65-9	21.36	158.9>123	12	194.7>159	8	240.6>205.8	12
57	Doxepin	多虑平	1668-19-5	21.46	58.1>42.1	25	178.1>152	20	178.1>177.1	15
58	Lorazepam	劳拉西泮	846-49-1	22	239.1>177.1	24	239.1>204.2	14	274>239.1	10
59	Triazophos	三唑磷	24017-47-8	22.1	161>105.7	12	161>134.1	8	172.1>77.1	25
60	Promethazine	异丙嗪	60-87-7	22.32	72.1>42.1	20	72.1>44.1	12	72.1>70.1	10
61	SKF-525A	普罗地芬盐酸盐	302-33-0	22.86	86.1>58.1	10	99.1>56.1	12	99.1>71.1	6
62	Carbamazepine	卡马西平	298-46-4	22.95	165.1>163.1	30	193.1>165.2	24	193.1>191.1	24
63	Phenytoin	苯妥英	57-41-0	23.11	180.1>77	30	209.1>180.1	10	209.1>208.1	10
64	Cannabidiol	大麻二酚	521-37-9	23.78	174.1>115.1	26	231.1>173.1	34	231.1>174.1	20
65	Codeine	可待因	76-57-3	24.01	162.1>147.1	18	229.1>214.2	10	299.2>162.2	10

66	Tetramethrin peak 1	胺菊酯峰1	7696-12-0	24.33	164>77.1	24	164>107.1	12	164>135.1	8
67	Chlorprothixene	泰尔登	113-59-7	24.51	58.1>42.1	25	58.1>43.1	15	221.1>176	35
68	Tetramethrin peak 2	胺菊酯峰2	7696-12-0	24.55	164>77.1	22	164>107.1	12	164>135.1	8
69	Morphine	吗啡	57-27-2	24.76	162.1>147.1	20	215.1>200.1	8	285.2>162.1	8
70	Temazepam	替马西洋	846-50-4	24.78	255.1>177	26	271.1>77	32	271.1>193.1	14
71	Fenpropathrin	甲氰菊酯	39515-41-8	24.8	97.1>55.1	6	181>126.8	28	181>151.9	22
72	Diazepam	地西洋(安定)	439-14-5	24.93	221.1>206.1	18	256.1>221.2	12	283.1>238.1	16
73	Flunitrazepam	氟硝西洋	1622-62-4	25.1	286.1>240.1	14	312.1>237.1	30	312.1>266.1	12
74	Chlorpromazine	氯丙嗪	50-53-3	25.8	86.1>42.1	32	86.1>58.1	12	318.1>86.2	10
75	6-Acetylcodeine	6-乙酰可待因	6703-27-1	25.99	229.1>214.1	10	282.2>266.2	18	282.2>267.2	10
76	Chlordiazepoxide	利眠宁	58-25-3	26.07	247.1>218.1	14	163.1>119.1	12	282.1>247.2	10
77	6-Acetylmorphine	6-乙酰吗啡	2784-73-8	26.15	215.1>174.1	12	215.1>200.1	8	327.2>215.2	16
78	Thebaine	蒂巴因	115-37-7	26.25	223.1>152.1	20	296.2>224.1	32	296.2>239.2	20
79	Cannabinol	大麻酚	521-35-7	26.25	295.2>223.1	32	295.2>238.1	20	310.2>295.2	10
80	Cyhalothrin I (lambda)	三氟氯氰菊酯(高效氯氟氰菊酯)	91465-08-6	26.44	180.9>152	22	197.1>141.1	10	207.9>180.9	8
81	Midazolam	咪达唑仑	59467-70-8	27.26	310.1>257	24	310.1>308.1	28	325.1>310.1	8
82	Nitrazepam	硝西洋	146-22-5	27.32	253.1>207.1	10	280.1>234.1	14	206.1>151.1	30
83	Diacetylmorphine (Heroin)	二乙酰吗啡(海洛因)	561-27-3	27.87	327.2>215.1	14	327.2>268.2	10	369.2>327.3	8
84	Trifluoperazine	三氟拉嗪	117-89-5	28.31	113.1>42.1	20	113.1>70.1	8	248.1>228.1	14
85	Clonazepam	氯硝西洋	1622-61-3	28.52	280.1>234.1	12	288.1>253.1	10	314.1>268	14
86	Fentanyl	芬太尼	437-38-7	28.93	189.1>146.1	5	245.2>146.1	15	245.2>189.2	10
87	Cyfluthrin peak 1	氟氯氰菊酯峰1	68359-37-5	28.95	163>65.1	26	163>91.1	12	163>127.1	6
88	Cyfluthrin peak 2	氟氯氰菊酯峰2	68359-37-5	29.11	163>91.1	12	163>127	6	206>151.1	18
89	Cyfluthrin peak 3	氟氯氰菊酯峰3	68359-37-5	29.27	163>91.1	12	163>127	6	226>206.1	12
90	Cyfluthrin peak 4	氟氯氰菊酯峰4	68359-37-5	29.34	163>91.1	12	163>127	6	226>206.1	10
91	Cypermethrin peak 1	氯氰菊酯峰1	52315-07-8	29.53	163>91.1	12	163>127.1	6	180.9>152.1	20
92	Cypermethrin peak 2	氯氰菊酯峰2	52315-07-8	29.69	163>91.1	12	163>127	6	180.9>151.9	18
93	Cypermethrin peak 3	氯氰菊酯峰3	52315-07-8	29.83	163>91	12	163>127	6	180.9>152.2	20
94	Cypermethrin peak 4	氯氰菊酯峰4	52315-07-8	29.88	163>91.1	12	163>127.1	6	180.9>152.2	20
95	PapaVerine	罂粟碱	58-74-2	30.45	324.2>293.2	10	338.2>307.2	10	338.2>322.2	18
96	Dexamethasone	地塞米松	18296	30.57	122.1>77	30	122.1>107.1	10	160.1>145	10
97	Clozapine	氯氮平	5786-21-0	30.96	192.1>164.1	24	243.1>208.1	16	256.1>192.1	22
98	Fenvalerate	氟戊菊酯(杀灭菊酯)	51630-58-1	31.05	125>89	18	167>89	32	167>125	10

99	Estazolam	艾司唑仑	29975-16-4	31.55	205.1>151.1	30	259.1>205.1	14	293.1>239.1	14
100	Deltamethrin peak 1	溴氰菊酯峰 1	52918-63-5	31.95	181>152.1	22	252.8>92.9	16	252.8>172	8
101	Alprazolam	阿普唑仑	28981-97-7	32.06	204.1>176.1	22	279.1>243.1	20	308.1>273.2	6
102	Deltamethrin peak 2	溴氰菊酯峰 2	52918-63-5	32.32	181>152.1	22	252.8>92.9	16	252.8>172	8
103	Zopiclone	佐匹克隆	43200-80-2	32.56	143.1>97.1	15	143.1>99.1	10	245>217	10
104	Triazolam	三唑仑	28911-01-5	33.43	238>203.1	16	313.1>242.1	36	313.1>277.1	24
105	Triamcinolone Acetonide	曲安奈德	76-25-5	34.44	121.1>77.1	15	281>265	10	375.2>317.1	5
106	Narcotine	那可汀	128-62-1	35.19	205.1>147	14	220.1>204.2	18	220.1>205.1	12
107	Diphenoxylate	地芬诺酯	915-30-0	36.98	246.1>172.1	15	246.1>218.1	10	377.2>184	20
108	Fluocinolone Acetonide	氟轻松	67-73-2	38.02	139.1>91.1	15	335.1>259.1	10	393.2>335.1	5

## 四. 相关法规及政策

标准号	标准名称
SF/Z JD0107014—2015	血液和尿液中 108 种毒（药）物的气相色谱 - 质谱检验方法
SF/Z JD0107006—2010	生物检材中单乙酰吗啡、吗啡、可待因的测定
GA1333-2017	车辆驾驶人员体内毒品含量阈值与检验
GA/T 1319—2016	法庭科学吸毒人员尿液中苯丙胺等四种苯丙胺类毒品气相色谱 - 质谱检验方法
GA/T 199—1998	中毒检材中阿米替林、多虑平、三甲丙咪嗪、氯丙咪嗪、丙咪嗪的定性及定量分析方法
GA/T 1322—2016	法庭科学血液中地西洋等十种苯骈二氮杂草气相色谱 - 质谱检验方法

中国关于毒物和毒品的标准主要由公安部和司法部制定，但很大一部分标准只针对某单一类毒品或者安眠药物物质进行检测，而此方法包涵盖的化合物种类较其更为全面。在涉及毒物毒品的案件中，检材通常较为复杂，如血液、尿液、组织、烹制后的饭菜等。三重四极杆质谱在排除基质干扰和灵敏度方面更有优势，易于排除假阴性与假阳性的结果，与此同时也具备单四极杆的功能。

## 五. 样品前处理

参照 SF/Z JD0107014—2015 方法

取加标血液或尿液 2 mL 置于 10 mL 离心管中，加 10% NaOH 溶液使检材呈碱性（pH11-12），用乙醚 3 mL 涡旋混合提取约 2 min，离心使之分层，转移出乙醚提取液于 5 mL 试管中，检材中再加 1 mol/L HCl 溶液使呈酸性（pH3-4），用乙醚 3 mL 提取残留液，涡旋混合约 2 min，离心使之分层，转移乙醚层，合并乙醚提取液，于约 60 °C 水浴中挥发至近干，残留物加 100 μL 乙腈复溶，待测。

## 六. 仪器和设备

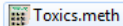
质谱仪：Thermo Scientific™ TSQTM 8000 Evo；

气相色谱仪：Thermo Scientific™ Trace™ 1300 GC 配 AI1310 自动进样器；

色谱柱：Thermo Scientific™ TraceGOLD TG-5MS 30 m\* 0.25 mm\*0.25 μm

## 七. 方法包的使用

1. 进样方法使用：直接使用方法包中 meth 结尾的文件，


 Toxics.meth 进行进样分析。不同仪器配置可能稍有不同，可以参考以下方法截图。



Windows title bar: Toxics-meth - Thermo Xcalibur Instrument Setup

File: AL-AS 1300 Help

Autosampler Method



Status: The autosampler is not responding.

**Sampling**

Sample volume (uL): 1.00

Plunger strokes: 10

Viscous sample: No

Sampling depth in vial: Bottom

**Injection**

Injection depth: Standard

Pre-inj dwell time (sec): 0.00

Post-inj dwell time (sec): 0.00

**Pre-injection**

Solvent: A

Cycles: 3

**Sample**

Rinses: 1

**Post-injection**

Solvent: A

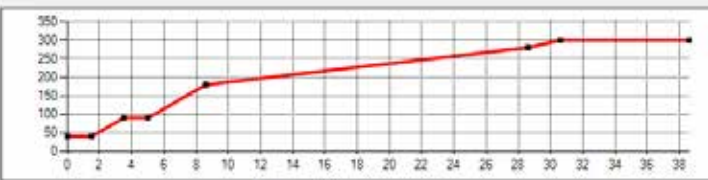
Cycles: 3

Ready

Windows title bar: Toxics-meth - Thermo Xcalibur Instrument Setup

File: TRACE 1300 Help

Oven S/S/L (front) PTV (back) Run Table



**Ramps**

#	Rate (°C/min)	Temperature (°C)	Hold Time (min)
Initial		40.0	1.50
1	25.0	90.0	1.50
2	25.0	130.0	0.00
3	5.0	280.0	0.00
4	10.0	300.0	8.00

**Options**

Max. temperature: 350.0 °C

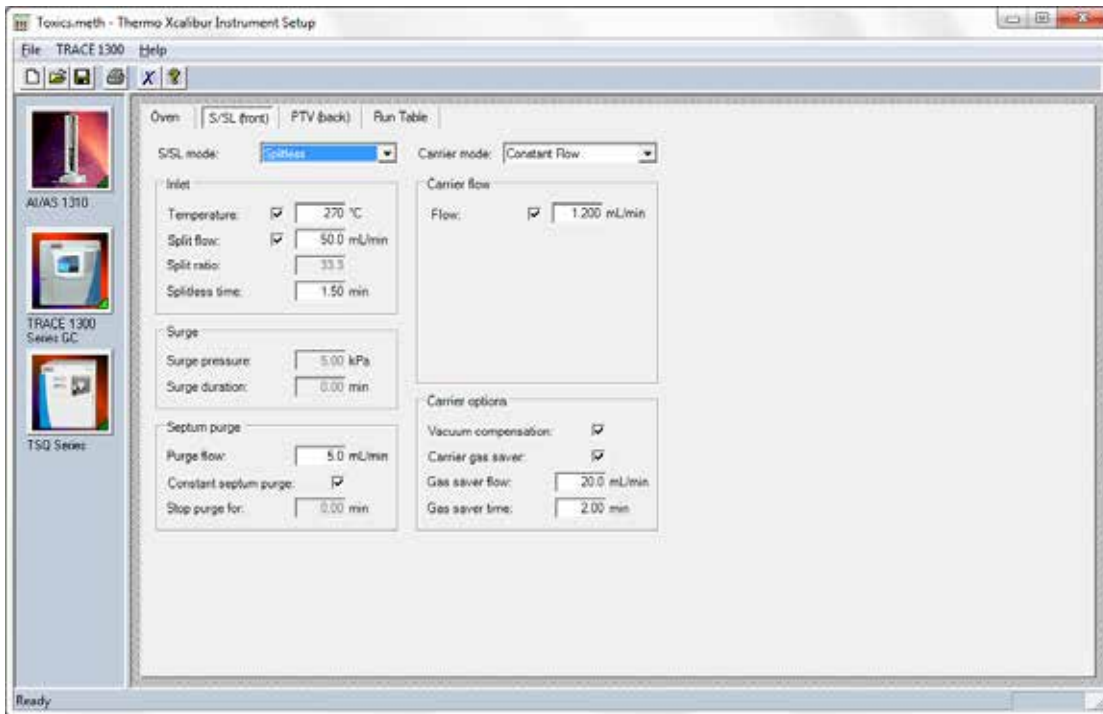
Prep-run timeout: 20.00 min

Equilibration time: 0.50 min

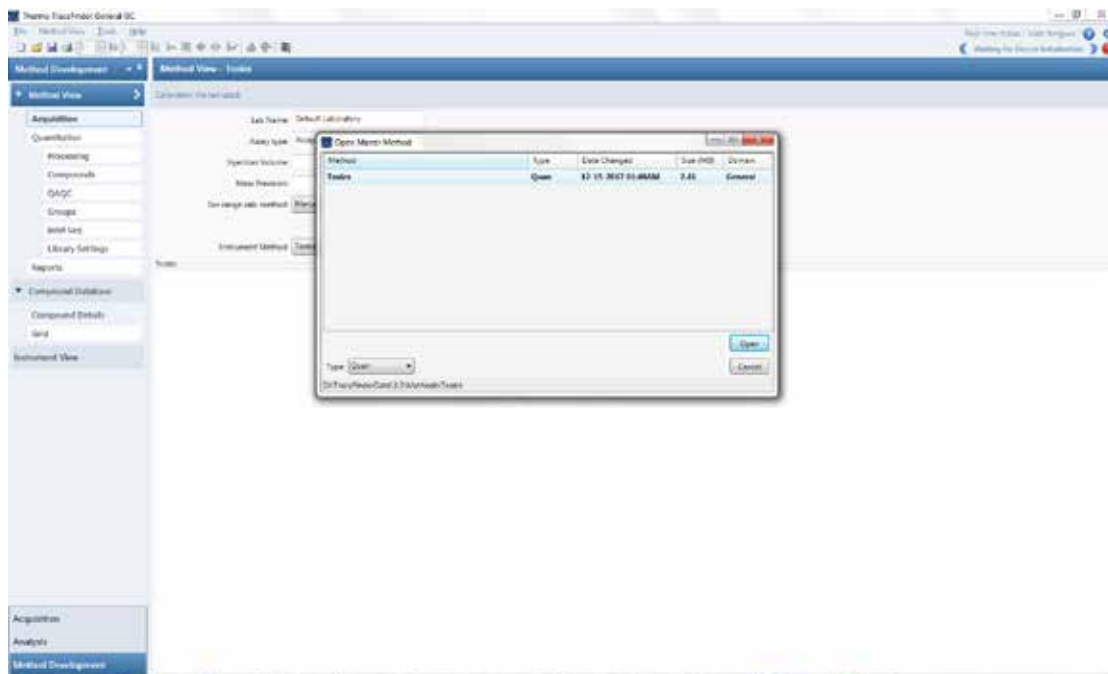
Ready delay: 0.00 min

Oven on:

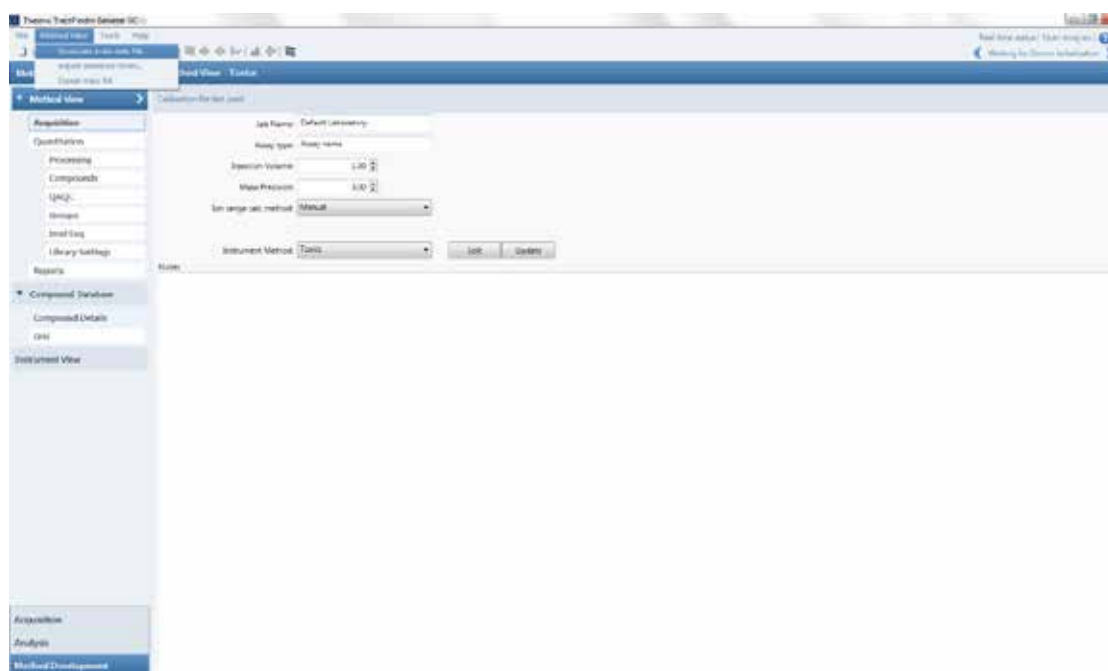
Ready

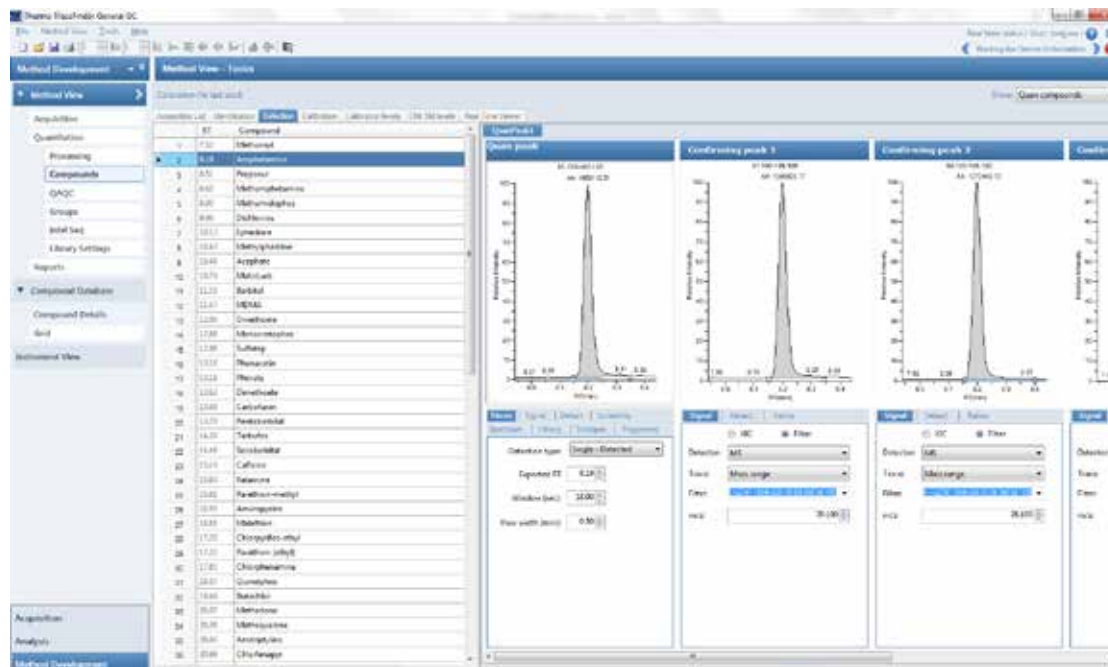


2. 数据处理方法建立: 直接拷贝方法包中的文件夹 Toxics 到 C:\TraceFinderData\Methods 中, 方法就可以直接在 TraceFinder 软件中打开, 这个方法包括数据处理方法和进样方法。



将按照步骤 1 进样完成的数据文件与 TraceFinder 方法相关联，得到完整的数据处理方法。按需要更改保留时间等参数进一步对数据处理方法进行优化，得到准确的数据处理方法。整个过程无需输入化合物信息，离子对信息，挑选离子对信息找到化合物，所有的步骤均是自动完成，一点即可，极大得提高分析效率，简化方法流程。





## 八. 应用文章

### 基于三重四极杆气质的公安司法毒物检测解决方案

#### 1. 前言

毒物是通常认为毒性较大的物质，即使以较小的剂量进入到人体或动物的体内便能对机体造成损害，如引起功能障碍、组织损坏，甚至造成死亡。而毒物的概念也具有相对性，对于一个物质是有毒还是无毒的判定有一系列的先决条件，不存在任何条件下都无毒或者绝对有毒的物质。对于毒性的描述通常可以分为微毒、低毒、中等毒、高毒、剧毒和极毒 6 个等级。而具有较高毒性等级的物质涉及的种类也十分广泛，比如常见的农药、毒品、安眠镇静类药物、重金属等<sup>[1]</sup>。

对毒物的检验通常是以化学分析为基础，对毒物的种类和含量进行确定，从而为投毒、抢劫等刑事案件的侦破和审理提供依据和线索。

在司法部颁布的《血液和尿液中 108 种毒（药）物的气相色谱-质谱检验方法》<sup>[2]</sup>中，给出了 108 种常见高毒性物质的前处理和单四极杆气质检测方法。其中涵盖毒品、精神药物、农药等类别的物质。该检验方法中的化合物列表和前处理方式也为本文提供了参考依据。

#### 2. 实验部分

##### 2.1 仪器设备

质谱仪：Thermo Scientific™ TSQTM 8000 Evo；  
 气相色谱仪：Thermo Scientific™ Trace™ 1300 GC 配 AI1310 自动进样器；  
 色谱柱：Thermo Scientific™ TraceGOLD TG-5MS 30 m\* 0.25 mm\*0.25 μm；

##### 2.2 仪器方法

气相色谱方法：  
 进样口温度：270 °C，进样量：1 μL；  
 进样方式：不分流进样，不分流时间：1.5 min；  
 载气流速：1.2 mL/min（恒流）；  
 升温程序：初始温度 40 °C 保持 1.5 min，以 25 °C/min 升温到 90 °C 保持 1.5 min，以 25 °C/min 升温到 180 °C，以 5 °C/min 升温到 280 °C，最后以 10 °C/min 升温到 300 °C，保持 8 min；  
 质谱方法：  
 离子源温度：300 °C；  
 传输线温度：280 °C；  
 扫描方式：Acquisition-Timed，SRM 扫描。

### 2.3 样品前处理

取加标血液或尿液 2 mL 置于 10 mL 离心管中，加 10% NaOH 溶液使检材呈碱性 (pH11-12)，用乙醚 3 mL 涡旋混合提取约 2 min，离心使之分层，转移出乙醚提取液于 5 mL 试管中，检材中再加 1 mol/L HCl 溶液使呈酸性 (pH3-4)，用乙醚 3 mL 提取残留液，涡旋混合约 2 min，离心使之分层，转移乙醚层，合并乙醚提取液，于约 60 °C 水浴中挥发至近干，残留物加 100  $\mu$ L 乙腈复溶，待测。

## 3. 结果与讨论

### 3.1 化合物质谱参数优化

三重四极杆气质的优点之一就是可以通过二级质谱模式采集化合物的离子对信息来有效的排除基质中的干扰。而在面对一些新型或者不常见的化合物时，我们往往无法得知该化合物的二级质谱参数信息。TSQ8000-Evo 配备 AutoSRM 软件可以高度自动化的完成这一优化过程。表 1 中列举了 9 种化合物的参数优化结果 (分别在毒品、安眠药和农药中选择代表性物质)。在实际优化的过程中，我们对于部分毒品和精神活性药物选取了更多离子对以求在实际分析检测中得到可信度更高的结果。

表 1. 9 种毒物离子对和碰撞能量信息

中文名	英文名	CAS 号	保留时间	定量离子对		碰撞能量	定性离子对 1		碰撞能量	定性离子对 2		碰撞能量
甲基苯丙胺	Methamphetamine	537-46-2	8.62	58.1	30.1	8	58.1	43.1	12	91.1	65.1	10
敌敌畏	Dichlorvos	62-73-7	9.06	186.9	93	12	109	79	6	185	93	12
巴比妥	Barbital	57-44-3	11.10	141.1	98.1	8	141.1	80.1	14	156.1	98.1	16
氯胺酮	Ketamine	6740-88-1	15.64	152.1	111.1	14	180	115.1	30	209.1	180.1	8
甲氰菊酯	Fenpropathrin	39515-41-8	24.80	181	126.8	28	181	151.9	22	97.1	55.1	6
地西洋	Diazepam	439-14-5	24.93	256.1	221.2	12	221.1	206.1	18	221.1	165.1	18
氯丙嗪	Chlorpromazine	50-53-3	25.80	86.1	58.1	12	318.1	86.2	10	58.1	42.1	20
海洛因	Heroin	561-27-3	27.87	327.2	215.1	14	369.2	327.3	8	327.2	268.2	10
三唑仑	Triazolam	28911-01-5	33.43	238	203.1	16	313.1	277.1	24	313.1	242.1	36

### 3.2 毒物筛查结果

选取公安司法毒物检测中最常见的血液和尿液样本，在其中添加 0.05  $\mu$ g/mL 目标物，使用前述前处理方法对样品进行处理。化合物列表如表 2，在仪器方法中，一针进样同时对列表中的目标物进行检测。在 0.05  $\mu$ g/mL 浓度下，尿液和血液中检出率达到 100%。

表 2. 筛查物质列表

残杀威	甲基苯丙胺	甲胺磷	敌敌畏	麻黄碱	甲基麻黄碱	速灭威	巴比妥
MDMA	氧乐果	戊巴比妥	久效磷	治螟磷	非那西汀	甲拌磷	乐果
呋喃丹	特丁硫磷	司可巴比妥	丙咪嗪	咖啡因	苯妥英	氯胺酮	甲基对硫磷
氨基比林	马拉硫磷	毒死蜱	对硫磷	扑尔敏	啶硫磷	丁草胺	美沙酮
安眠酮	阿米替林	虫螨腈	可卡因	$\beta$ -硫丹	三唑磷	异丙嗪	SKF-525A
卡马西平	大麻二酚	可待因	胺菊酯	甲氰菊酯	地西洋	氟硝西泮	氯丙嗪
6-乙酰可待因	利眠宁	蒂巴因	大麻酚	三氟氯菊酯	咪达唑仑	海洛因	氟氯菊酯
氯氰菊酯	罂粟碱	氯氮平	氰戊菊酯	艾司唑仑	溴氰菊酯	阿普唑仑	溴氰菊酯
三唑仑							

### 3.3 定量方法验证

在毒品中选择海洛因、甲基苯丙胺和氯胺酮, 安眠药中选择巴比妥(巴比妥类)、氯丙嗪(吩噻嗪类)、地西洋和三唑仑(苯二氮草类), 农药中选择敌敌畏(有机磷类)、甲氰菊酯(菊酯类)共9种物质作为目标物, 考察其在尿液和血液基质中的线性和重现性(0.14 µg/mL), 结果见表3。

表3. 化合物在不同样品中的线性和RSD值

化合物名称	样品	线性方程	线性回归系数 R <sup>2</sup>	RSD (%)
海洛因	尿样	Y=1.868e2X-5.833e3	0.9993	6.63
海洛因	血样	Y=2.66e3X-1.095e4	0.9985	7.29
甲基苯丙胺	尿样	Y=8.088e2X+4.405e4	0.9995	2.94
甲基苯丙胺	血样	Y=7.224e2X-8.901e4	0.9992	5.17
氯胺酮	尿样	Y=5.5e3X+4.548e6	0.9992	4.98
氯胺酮	血样	Y=6.146e3X+1.803e5	0.9992	6.87
巴比妥	尿样	Y=3.017e3X+1.657e5	0.9999	4.74
巴比妥	血样	Y=3.399e3X+9.78e4	0.9994	3.75
氯丙嗪	尿样	Y=1.562e3X-6.466e4	0.9980	7.28
氯丙嗪	血样	Y=1.789e3X-5.389e4	0.9989	5.69
地西洋	尿样	Y=1.412e3X-4.16e4	0.9989	7.3
地西洋	血样	Y=1.418e3X-7.536e4	0.9991	6.30
三唑仑	尿样	Y=1.189e2X-1.278e3	0.9990	6.19
三唑仑	血样	Y=1.337e2X-6.357e3	0.9984	4.37
敌敌畏	尿样	Y=4.905e2X+7.673e4	0.9996	4.45
敌敌畏	血样	Y=5.966e2X+1.008e4	0.9995	4.70
甲氰菊酯	尿样	Y=7.338e2X+5.595e4	0.9998	2.61
甲氰菊酯	血样	Y=8.982e2X+6.939e3	0.9992	3.65

### 3.4 复杂基质中SRM的优势

在公安司法领域涉及毒物的案件中, 通常需要对尿液和血液进行检测, 而这两种复杂的基质会对检测过程产生很大的干扰, 造成化合物检测灵敏度的下降。串接质谱的SRM模式通过对化合物离子进行二次碎裂可以有效的排除这些干扰。对于SIM模式中选择碎片离子, 通常会在SRM模式中作为母离子进行二次碎裂。图1为地西洋在SIM模式下m/z 221离子与在SRM模式下m/z 211>165和m/z 211>206的响应对比, SIM模式中24.95 min目标峰绝对峰面积较高, 但是在左侧24.87 min有一干扰峰会影响目标峰的定量, SRM模式中的离子对均不受影响。在图2和图3中, 对比了尿液中几种化合物在SIM模式中碎片离子的信噪比和其对应SRM模式中的最高信噪比离子对, SRM模式下的信噪比普遍高于SIM模式。

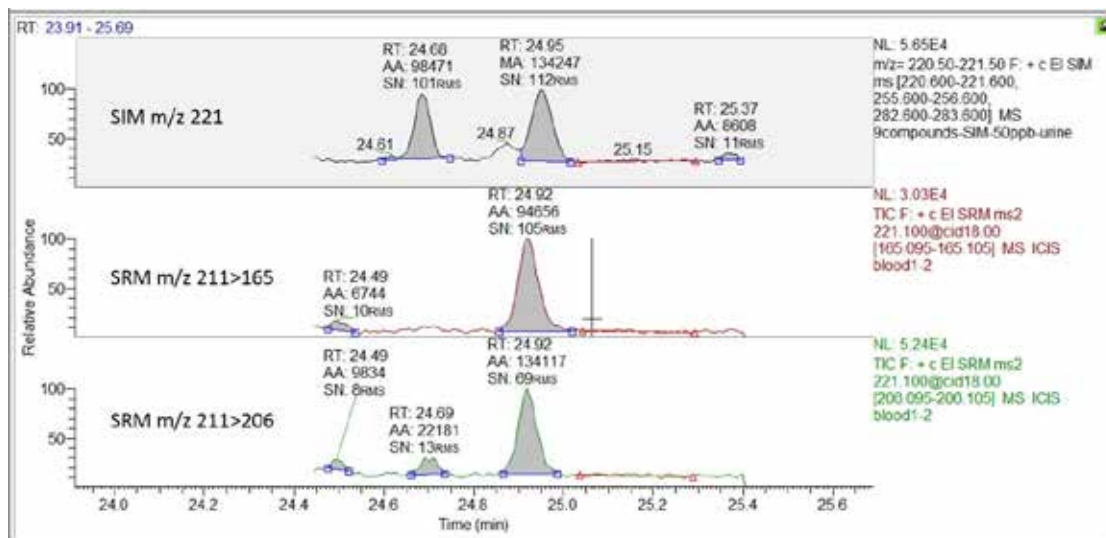


图 1. 地西洋  $m/z$  221 离子与  $m/z$  211>165 和  $m/z$  211>206 离子对对比

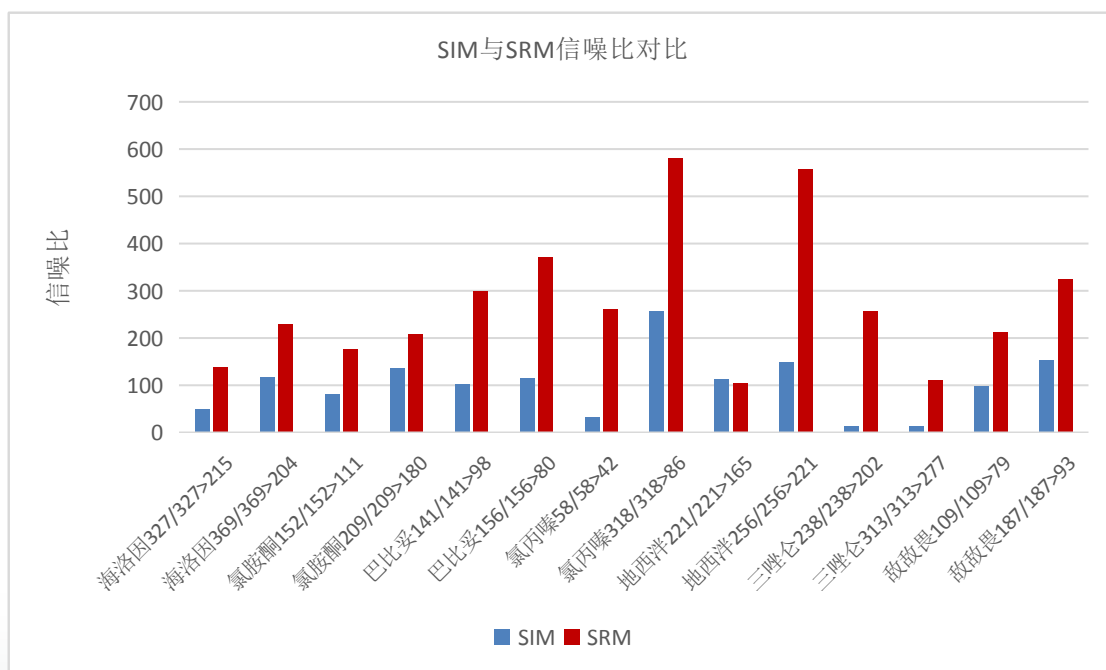


图 2. SIM 与 SRM 信噪比对比

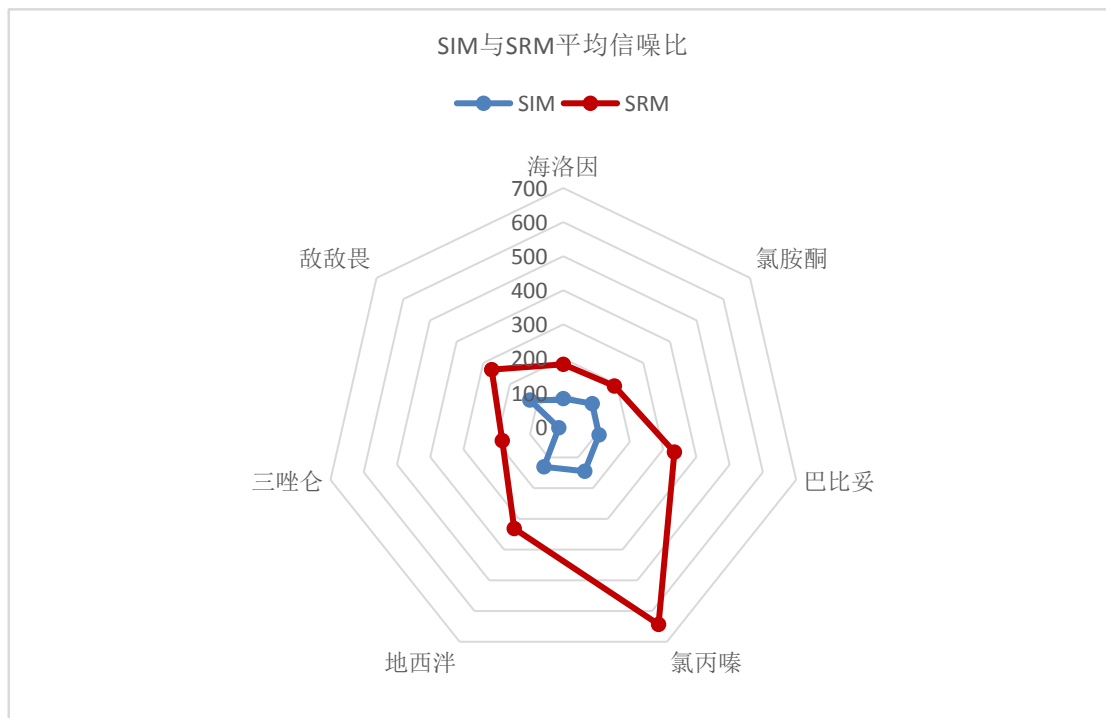


图 3. SIM 与 SRM 平均信噪比对比

#### 4. 结论

本方法使用 TSQ 9000 三重四极杆气质配合 AutoSRM 软件对未知化合物的离子对和碰撞能信息进行优化，得到 100 种毒物的质谱方法信息。同时，参考《血液和尿液中 108 种毒（药）物的气相色谱 - 质谱检验方法》对样本进行前处理，进行筛查试验，在 0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度下检出率 100%。对 9 种代表性化合物进行线性和重现性的测试，线性回归系数  $R^2 > 0.9980$ ，相对标准偏差  $\text{RSD} < 7.3$ 。

#### 参考文献：

- [1] 苗翠英, 杨瑞琴. 《毒物毒品检验》. 中国人民公安大学出版社. 2013:1
- [2] SF/Z JD0107014—2015《血液和尿液中 108 种毒（药）物的气相色谱 - 质谱检验方法》



## 赛默飞世尔科技

---

### 上海

上海市浦东新区新金桥路 27 号 3,6,7 号楼  
邮编 201206  
电话 021-68654588\*2570

### 生命科学产品和服务业务

上海市长宁区仙霞路 99 号 21-22 楼  
邮编 200051  
电话 021- 61453628 / 021-61453637

### 成都

成都市临江西路 1 号锦江国际大厦 1406 室  
邮编 610041  
电话 028-65545388\*5300

### 南京

南京市中央路 201 号南京国际广场南楼 1103 室  
邮编 210000  
电话 021-68654588\*2901

### 北京

北京市安定门东大街 28 号雍和大厦西楼 F 座 7 层  
邮编 100007  
电话 010-84193588\*3229

### 生命科学产品和服务业务

北京市朝阳区东三环北路 2 号南银大厦 1711 室  
邮编 100027  
电话 010-84461802

### 沈阳

沈阳市沈河区惠工街 10 号卓越大厦 3109 室  
邮编 110013  
电话 024-31096388\*3901

### 武汉

武汉市东湖高新技术开发区高新大道生物园路  
生物医药园 C8 栋 5 楼  
邮编 430075  
电话 027-59744988\*5401

### 广州

广州国际生物岛寰宇三路 36、38 号合景星辉  
广场北塔 204-206 单元  
邮编 510000  
电话 020-82401600

### 西安

西安市高新区科技路 38 号林凯国际大厦  
1006-08 单元  
邮编 710075  
电话 029-84500588\*3801

### 昆明

云南省昆明市五华区三市街 6 号柏联广场写字  
楼 908 单元  
邮编 650021  
电话 0871-63118338\*7001

欲了解更多信息，请扫描二维码关注我们的微信公众账号

赛默飞世尔科技在全国共有 21 个办事处。本资料中的信息，说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。



赛默飞  
官方微信



赛默飞  
官方网站

热线 800 810 5118  
电话 400 650 5118  
[www.thermofisher.com](http://www.thermofisher.com)

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC