

# Agilent 7890A/NPD/5975C/DRS GC/MSD在法医毒物快速分析中的应用

## 应用摘要

Bruce Quimby

进行法医毒物分析的实验室面临着大量的有着复杂背景干扰的样品分析。本文简述了能满足这种要求的样品快速检测的系统，包括快速的GC分析以缩短运行时间，在一个较短的时间内同时收集全扫描、SIM和NPD数据，反吹技术以防止大分子量的杂质进入检测器，解卷积报告软件（DRS）用于简化积分。Scan数据解卷积处理用于鉴定278个目标化合物中的任何一个，SIM数据用于发现在scan模式下未检测到的低浓度化合物，利用NPD对N的响应来检测非目标化合物，鉴别其结构，必要的情况下可以用来定量分析。应用常用方法，此系统可以在很短的时间内将全血样品提取液的所有分子检测出来。

## 实验和结果

安捷伦网站上有277种法医毒物的GC/MSD保留时间锁定（RTL）数据库，并且可转换成DRS数据来应用。通过安捷伦方法转换软件使方法快2倍。用于GC/MS分析的血液提取液由NMS实验室（Willow Grove, PA）提供。全血经有机溶剂液萃取后，挥发至干，甲苯定溶至体积的1/6，提取液用表1的条件进行分析。图1中显示了同一样品同一次进样的Scan、SIM和NPD色谱图，提取被检测的13个SIM离子中的碎片离子245可以检测到芬太尼，由于在全扫描TIC图中高本底干扰，这种方法在分析中非常困难。对于药物的分析，则可用以下方法综合分析：（1）对全扫描谱图应用解卷积的目标数据库进行库检索（AMDIS）；（2）通过MSD化学工作站分析目标离子和确认离子的比例；（3）NPD的响应值。

## 要点

- DRS简化数据解析过程，尤其是对基质复杂的样品
- SIM、全扫描和NPD信号的同时采集节省分析时间
- 7890A GC/MS的柱箱快速控温附件使升温速率提高，即使120 V的柱箱也可提高升温速率
- 分析高基体样品时，反吹减少鬼峰的出现

通过AMDIS解卷积来鉴别的化合物，由于超出范围的确认离子是在QEdit中通过手动检测的，所以不能通过MSD化学工作站检测到，如果AMDIS通过光谱和保留时间或通过恰当的NPD响应值来鉴别，那么就一定要进行定量才能对化合物进行有效鉴别。

SIM通常是在被测化合物浓度太低而在全扫描模式下无法检测的情况下，用来检测某几种化合物的（如表1），在这个样品中，在全扫描模式下发现芬太尼浓度很低，用SIM响应值来进行确证，SIM模式下目标离子的信噪比是scan模式下的10倍以上。

表1. 气相色谱和质谱条件

气相色谱仪	Agilent 7890A		
进样口	EPC分流/不分流进样口		
模式	分流，进样2 $\mu$ L		
进样口温度	280 °C		
压力	24.15 psig，欧克西克旋保留时间锁定在5.505 min		
脉冲流量	50 mL/min		
脉冲时间	1 min		
载气节省模式	关		
气体类型	氦气		
衬管	安捷伦不分流进样口衬管，单细径维，部件号：5181-3316		
柱箱	<b>240 V</b>		
炉温程序	°C/min	下一个温度	保持时间
初始炉温		120	1.00
1阶	40	320	2.50
总运行时间	8.5 min		
平衡时间	0.5 min		
反吹时间	2.0 min		
反吹温度	320 °C		
色谱柱	Agilent DB-17 ms，部件号：123-4712		
长	15.0 m		
内径	0.32 mm		
膜厚	0.25 $\mu$ m		
模式	常压		
出口	2通路分流器和溶剂放空口		
分流器压力	采集时3.8 psi，反吹时75 psi，进样口设置为1.0 psi		
分流限流管	MSD：1.44 m $\times$ 0.18 mm id $\times$ 0.18 $\mu$ m film DB-17 ms（部件号：121-4722），NPD：0.75 m相同内径、膜厚的节流阀		
溶剂放空时间	0 - 1.40 min		
<b>NPD</b>	配置EPC的NPD，Option 251		
气流	氢气：3.0 mL/min、空气：60 mL/min、氮气尾吹：12 mL/min		
NPD检测器温度	310 °C		
质谱仪	Agilent 5975C，高性能分子涡轮泵		
溶剂延迟	不采用（溶剂从分流器放空）		
EM电压	调谐电压		
模式	SIM/Scan		
Scan	42-550 amu，采样：2 <sup>1</sup>		
SIM离子	第一组（PCP）：84、186、200、242；第二组，4.5 min开始（去甲芬太尼衍生物、6-乙酰吗啡、海洛因、芬太尼）：42、82、83、146、158、189、231、245、268、284、310、327、369；第三组，6.5 min开始（LSD）：221、323、181、207；所有采样频率：10 msec		
四极杆温度	150 °C		
离子源温度	280 °C		
传输线温度	280 °C		

表3显示了图1中样品的DRS报告，表中列出用MSD化学工作站定量和解卷积对化合物的检测结果，这种定量只是粗定量，其响应因子仅仅是用于观测目标物的平均响应值。值得注意的是，通过这种目标数据库还可以检测非药物性化合物。

对于在NPD上没有相匹配的目标色谱峰，可以通过NIST或Pfleger数据库检索而进行鉴别，图1的NPD图中，标有“？”号的峰没有找到相应的目标物质，经谱库检索表明是环庚酰胺（后来证实是样品制备时添加的内标物）。

相对而言，图1中的样品是参考方法1来分析的，所有用方法1来分析药物均可应用方法2来分析。

采用2路分流器可以将不想要的溶剂在进入检测器前分流出去，这可以延长NPD铷珠的使用寿命，这种装置还可以在运行后进行反吹，正如图1中在最后一个目标化合物流出后，还有一个高浓度的杂质峰流出，反吹技术可以快速清除这些杂质峰，节省分析时间，减少检测器和色谱柱的维修保养。

这种方法可以大大节省分析时间，表2中显示了应用这种方法所得到的相同的Scan、SIM和NPD色谱信息。

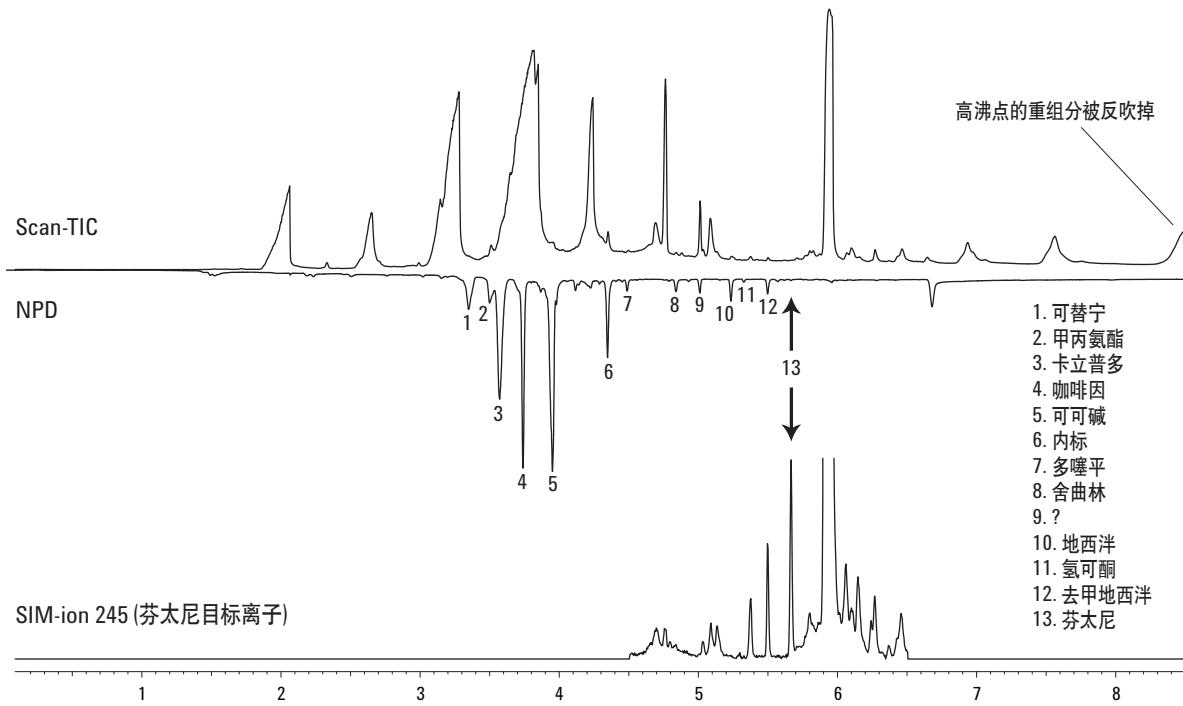


图1. 全血样品的色谱图

表2. 用7890A-5975C节省时间数据表

	型号 6890 1X	7890A 2X	节省 时间
未清除残留物的运行时间 (未进行烘烤), 包括平衡时间	17	8.5	8.5
6890用烘烤来清除残留物运行时间, 7890A用分流器去除	24	10.5	13.5
从320°C冷却到120°C的时间	2.3	1.6	0.7
自动进样器所用的时间, 7890A采用叠加进样功能	1	0.1	0.9
分别采集与同时采集scan、SIM和NPD信号	81.9	12.2	69.7

省时>85%  
不包括用DRS处理时节省的时间

表3. 全血样品的DRS报告

R.T.	Cas #	化合物名称	Agilent	AMDIS		NIST	
			ChemStation Amount (~ng)	Match	R.T. Diff sec.	Reverse Match	Hit Num.
2.1124	nc06	DIETHYLPROPRION		61	-3.9		
2.6530	nc013	TETRADECANOIC ACID	44.17	99	-1.1		
3.3558	nc046	COTININE	1.94	78	0.9		
3.5188	nc060	MEPROBAMATE	1.79	74	-2.2		
3.5792	nc063	CARISOPRODOL	1.88	85	-0.1		
3.745	nc079	CAFFEINE	1.43				
3.958	nc089	THEOBROMINE	5.46	75	1.8		
4.3516	nc0123	10,11-DIHYDRO-DIBENZ[B,F] [1,4]OXAZEPIN-	9.25	98	-0.1		
4.494	nc0133	DOXEPIN(TRANS)	1.45				
4.4940	nc0131	DOXEPIN(CIS)		67	3.0		
4.7654	nc0155	BIS[2-ETHYLHEXYL] PHTHALATE	138.58	94	0.4		
4.8420	nc0158	SERTRALINE[2]	0.54	88	-0.1		
5.087	nc0178	DOXYLAMINE METABOLITE	0.21				
5.238	nc0187	DIAZEPAM	0.45	92	0.3		
5.3285	nc0191	HYDROCODONE	0.1	62	0.2		
5.5009	nc0198	NORDIAZEPAM	0.41	62	0.0		
5.6695	nc0210	FENTANYL	0.1	64	0.8		
5.7097	nc0218	GAMMA-TOCOPHEROL	0.94	81	0.5		
5.8750	nc0226	VITAMEN E	0.81	90	2.7		
5.930	nc0233	CHOLESTEROL	65.83	98	0.2		

## 结论

本方法可以大大缩短毒物样品分析的时间，每个样品的分析时间可以缩短85%，DRS的应用同样可以缩短数据处理时间。

## 如需详细信息

如需了解我们产品和服务更多的信息，请浏览我们的网站：

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)。

安捷伦对本材料中的错误或与设备、性能或本品的使用有关的意外损坏或由此造成的损坏不负任何责任。

本出版物的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司, 2007

中国印刷  
2007年1月2日  
5989-6066CHCN