

# 使用超高惰性通用烧结砂芯衬管对滥用药物进行 GC/MS 分析

## 作者

Angela Smith Henry 博士  
安捷伦科技有限公司

## 摘要

气质联用系统 (GC/MS) 是一种常用的管制药物分析筛查技术。在这些分析中保持流路惰性，对于防止较敏感化合物或活性化合物（如安非他明或羟考酮）的峰形和信号损失至关重要。与带玻璃毛衬管一样，烧结砂芯衬管可保护复杂的非挥发性基质，同时避免可能导致峰响应损失的玻璃毛破损。

## 前言

保持 GC/MS 系统的洁净和惰性首先从带惰性流路的进样口开始，进样口衬管尤为关键。使用去活衬管为防止峰在进样口出口性能下降提供了良好的开端。使用带玻璃毛的进样口衬管是由于，玻璃毛提供了较大表面积以帮助样品气化。玻璃毛还提供了用于捕集样品基质中非挥发性残留物的屏障<sup>[1,2]</sup>。但是，衬管中的玻璃毛可能在衬管的使用寿命内重新引入活性位点，具体表现为峰响应降低或峰形变差。烧结砂芯衬管提供了用于气化的表面区域，并可以防止样品液滴在气化之前到达进样口的底部，从而减少样品损失。带砂芯的衬管还能捕集非挥发性残留物，同时消除破损玻璃毛引入新活性位点或玻璃毛侵入柱头的可能性。

GC/MS 筛查方法对于运行管制药物分析的实验室非常重要，因为新型违禁物质不断进入市场，目标化合物列表可能延伸至数百种。对于与 GC 兼容的化合物，GC/MS 可用于全扫描模式与电子轰击电离 (EI)，以完成管制药物筛查。安非他明等一些化合物可能对进样口参数、进样口衬管和稀释溶剂非常敏感。如果不优化进样口衬管和参数，这些安非他明类化合物可能表现出较差的峰形。改善安非他明峰形并获得良好的峰响应仍是衬管技术的重要考虑因素。粉末样品通常溶解在溶剂（如甲醇、己烷或甲苯）中，而液体样品

被萃取到适用于 GC 分析的溶剂中，并可能被稀释以免气相色谱柱或质谱检测器过载。使用安捷伦法医毒理学校验混标对衬管进行测试，该混标中包括不同类别的化合物，如安非他明类、阿片类和苯二氮卓类药物以及安非他明类、阿片类与大麻素的其他高浓度混合物。

## 实验部分

### 化学品与试剂

利用安捷伦 GC/MS 法医毒理学校验混标（部件号 5190-0471，5 µg/mL）对衬管进行测试。表 1 列出了混合物中包含的化合物及其保留时间。HPLC/GC 级甲苯和甲醇购自 MilliporeSigma (Burlington, MA, USA)。购得六种氘代多环芳烃 (PAH) 的内标 (ISTD) 混合物，其中含 2 mg/mL 1,4-二氯苯-d<sub>4</sub>、蒽-d<sub>10</sub>、萘-d<sub>8</sub>、菲-d<sub>10</sub>、蒎-d<sub>12</sub> 和芘-d<sub>12</sub> 的丙酮溶液。在 5 µg/mL 校验混标中，向每 1 mL 校验混标中加入 1 µL ISTD，使 ISTD 的最终浓度达到 2 µg/mL。

多种混合物购自 Cerilliant Corporation (Round Rock, TX, USA) 和 Cayman Chemical (Ann Arbor, MI, USA)，用于测试烧结砂芯衬管的峰形完整性。多组分阿片类混合物中包含美沙酮、可待因、氢可酮、哌替啶和羟考酮，各浓度均为 250 µg/mL。胺混合物包含安非他明、亚甲基二氧乙基苯丙胺 (MDEA)、甲基苯丙胺、亚甲基二氧甲基苯丙胺 (MDMA)、亚

甲基二氧苯丙胺 (MDA) 和芬特明，各浓度均为 250 µg/mL。大麻素混合物中含浓度为 1.0 mg/mL 的大麻二酚、大麻酚和四氢大麻酚 (Δ<sup>9</sup>-THC)。GC/MS 药物混合物 1 含不同浓度的咖啡因 (40 µg/mL)、美沙酮 (30 µg/mL)、可卡因 (30 µg/mL)、可待因 (50 µg/mL)、6-单乙酰吗啡 (75 µg/mL) 和海洛因 (75 µg/mL)。GC/MS 药物混合物 3 含浓度为 1.0 mg/mL 的甲基苯丙胺、可卡因、海洛因、芬太尼和阿普唑仑。

利用对乙酰氨基酚囊片模拟实际基质。将对乙酰氨基酚囊片压碎并溶于 25% 甲醇/75% 水混合溶液中。然后将甲醇/水/对乙酰氨基酚混合物萃取到甲苯中，供 GC 进样分析。

### 仪器条件

Agilent 7890 气相色谱仪与带有 9 mm 提取透镜的 Agilent 5977B 惰性 Plus GC/MSD 相连。该气相色谱仪还配有 Agilent 7650A 自动液体进样器，进样器的大号托架可容纳多达 50 个样品。利用 20 m × 0.18 mm × 0.18 µm 色谱柱以 20:1 的分流比进样，从而提高分析的系统效率，因为管制药物样品往往具有较高浓度。该方法已用于其他法医药物筛查应用<sup>[3]</sup>。选择安捷伦通用细径单锥砂芯衬管（部件号 5190-5105）作为主要测试案例。惰性 Plus MSD 在扫描模式下运行，采用提取调谐 (etune.u)。表 2 列出了 GC 和 MSD 仪器和消耗品，表 3 列出了方法参数。

表 1. 按洗脱顺序列出的安捷伦 GC/MS 法医毒理学校验混标化合物和保留时间

编号	化合物	保留时间 (min)	编号	化合物	保留时间 (min)
1	安非他明	1.535	15	劳拉西洋	8.017
2	芬特明	1.684	16	地西洋	8.144
3	甲基苯丙胺	1.758	17	氢可酮	8.213
4	尼古丁	2.536	18	THC	8.276
5	MDA	3.272	19	氧可酮	8.531
6	MDMA	3.563	20	替马西洋	8.758
7	MDEA	3.818	21	氟硝西洋	8.832
8	哌替啶	4.803	22	海洛因	8.896
9	苯环己哌啶	5.602	23	硝西洋	9.441
10	美沙酮	6.762	24	氯硝西洋	9.748
11	可卡因	7.09	25	阿普唑仑	10.177
12	普罗地芬	7.556	26	维拉帕米	11.231
13	奥沙西洋	7.678	27	土的宁	11.358
14	可待因	7.948	28	曲唑酮	12.666

表 2. GC 和 MSD 仪器与消耗品

参数	值
GC	Agilent 7890 GC
MS	配备惰性 EI 源的 Agilent 5977B 惰性 Plus GC/MSD
拉出极	9 mm (部件号 G3870-20449)
色谱柱	Agilent DB-5ms 超高惰性柱, 20 m × 0.18 mm × 0.18 μm (部件号 121-5522)
衬管	安捷伦通用细径单锥衬管, 带有烧结砂芯 (部件号 5190-5105)
进样口隔垫	安捷伦高级隔垫, 绿色, 不粘连, 11 mm (部件号 5183-4759, 50/包)
自动进样器	Agilent 7650A 自动液体进样器
样品瓶	Agilent A-Line 认证棕色样品瓶 (螺口盖), 100/包 (部件号 5190-9590)
样品瓶内插管	安捷伦去活样品瓶内插管, 100/包 (部件号 5181-8872)
螺口盖样品瓶	安捷伦螺口盖, PTFE/硅橡胶/PTFE 隔垫, 瓶盖尺寸: 12 mm; 500/包 (部件号 5185-5862)
测试混标	安捷伦 GC/MS 法医毒理学校验混标, 5 μg/mL (部件号 5190-0471)

表 3. GC 和 MSD 仪器条件

参数	值
进样量	1 μL
进样口	分流/不分流进样口 250 °C; 分流比 20:1; 标准隔垫吹扫 (3 mL/min)
柱温程序	110 °C, 以 20 °C/min 的速率升至 300 °C (保持 4.5 min)
载气和流速	氦气, 1.5 mL/min, 恒流
传输线温度	280 °C
模式	扫描
离子源温度	250 °C
四极杆温度	150 °C
质量数范围	m/z 40–500
A/D 样品	4
调谐	Etune.u

## 结果与讨论

该测试评估了超高惰性烧结砂芯衬管用于通过 GC/MS 筛查管制药物。通过色谱评估、衬管之间的重现性以及在同一衬管上多次进样的响应重现性来确定衬管的能力。

### 色谱性能和安非他明峰形

碱性药物化合物的吸附或分解可能会导致各种色谱问题，如峰变形、峰展宽、峰拖尾，或响应和灵敏度损失。对各种化合物类别（特别是胺、阿片类和大麻素）的混合物进行测试，然后测试含混合化合物类别的样品。对于早洗脱胺化合物（如安非他明、甲基苯丙胺、芬特明和 MDA），通常会出现峰形问题或灵敏度损失。本方法专为获得更出色结果的高效色谱柱而设计，方法对胺的峰形进行了优化<sup>[3]</sup>。图 1 显示了针对早洗脱胺峰的方法优化。将安非他明混合物以 250 µg/mL 的纯样品进样，采用 20:1 的分流比，使柱上进样浓

度降至 12.5 µg/mL。使用这种高浓度样品，因为在管制药物测试中往往具有较高浓度的样品。胺化合物获得了充分分离，在总离子色谱图 (TIC) 和提取离子色谱图 (EIC) 中具有良好的峰形（图 1A 和图

1B）。另外，用甲苯将胺混合物稀释至最终分析物浓度为 10 µg/mL。对 10 µg/mL 样品进样分析，得到 0.5 µg/mL 的柱上进样浓度，用于在较低浓度和系统惰性下验证峰形完整性。

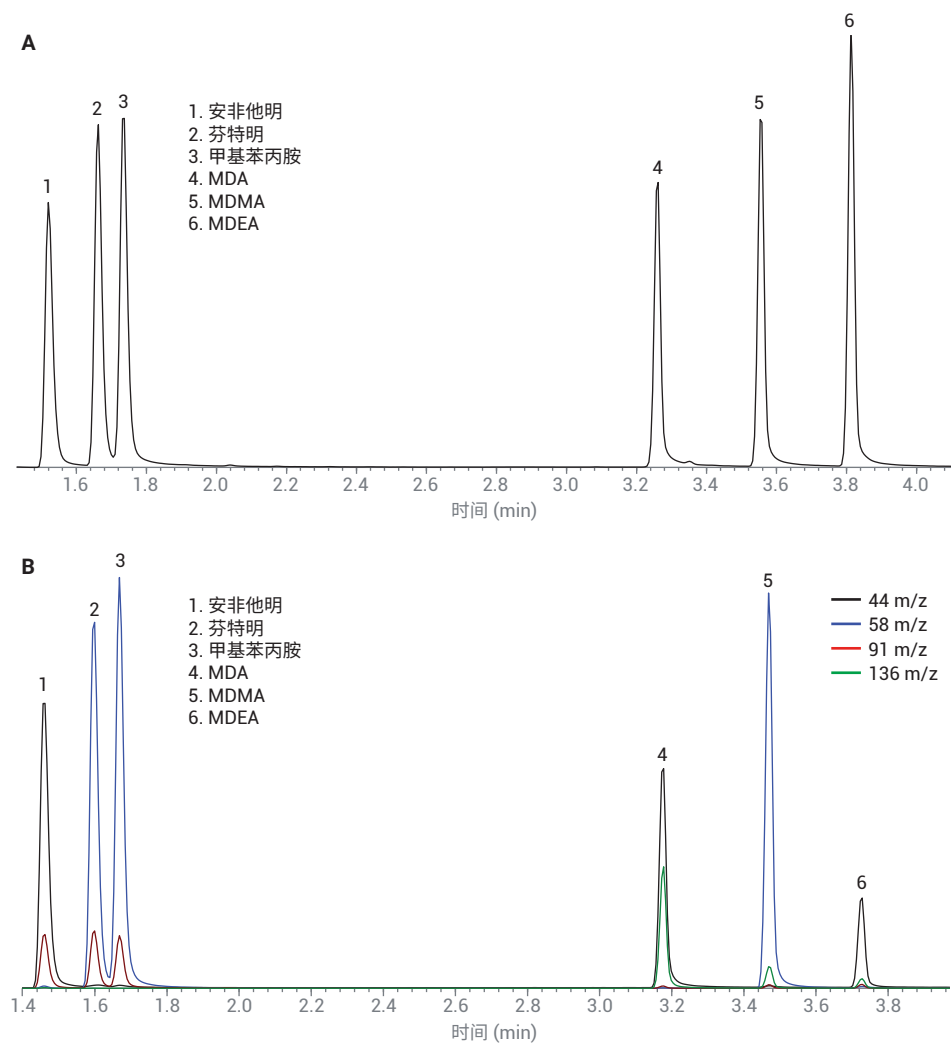


图 1. A) 250 µg/mL 安非他明混合物的 TIC (分流比为 20:1, 得到柱上进样浓度 12.5 µg/mL) ; B) 250 µg/mL 安非他明混合物的提取离子色谱图 (EIC)

如图 2 所示，在较高浓度下，10 ppm 胺化合物的 EIC 保持相似的峰形和响应，表明该方法、衬管和流路经过优化并呈惰性。

还使用其他混标（包括阿片类和大麻素）来评估其他化合物类别的峰形和分离度。以纯浓度（进样浓度 250  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）和用甲苯稀释的 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  样品来测试阿片类混合物。氢可酮和羟考酮可作为流路活性的敏感指标。如果色谱柱降解、进样口和衬管具有活性位点或变脏，峰高将降低，羟考酮还将出现显著展宽的拖尾峰。从图 3A 可以看出，高浓度标样（250  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）的分析结果表明，这些阿片类药物获得了出色的分离和响应。所有化合物均发生了轻微拖尾。然而，进样分析 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  样品（图 3B）所得到的结果显示拖尾减小，表明峰尾部与柱上进样浓度有关，而与流路活性无关。用甲苯将大麻素标样稀释至 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。与其他化合物类别的混合物类似，大麻素彼此充分分离，并获得了优异的峰形，如图 4 所示。

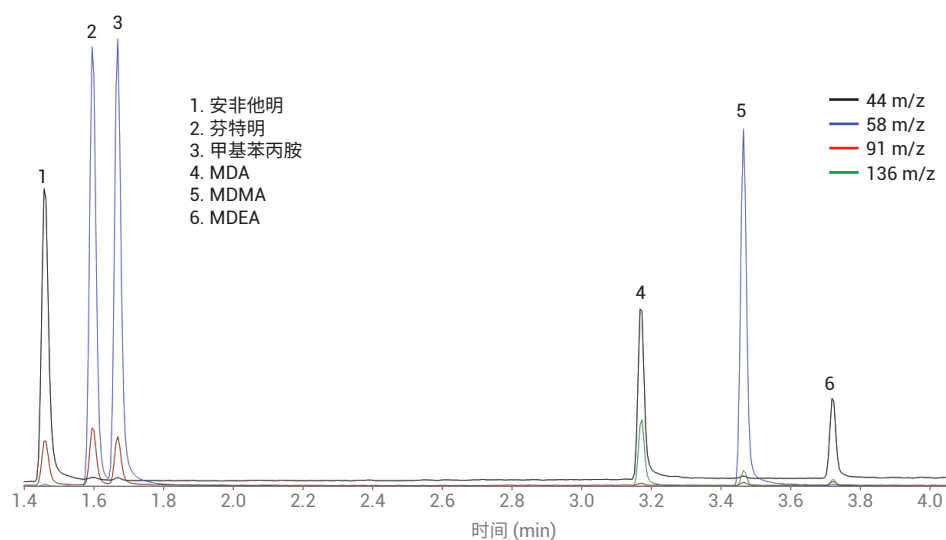


图 2. 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  安非他明类混合物的 EIC（分流比 20:1，柱上进样浓度为 0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）

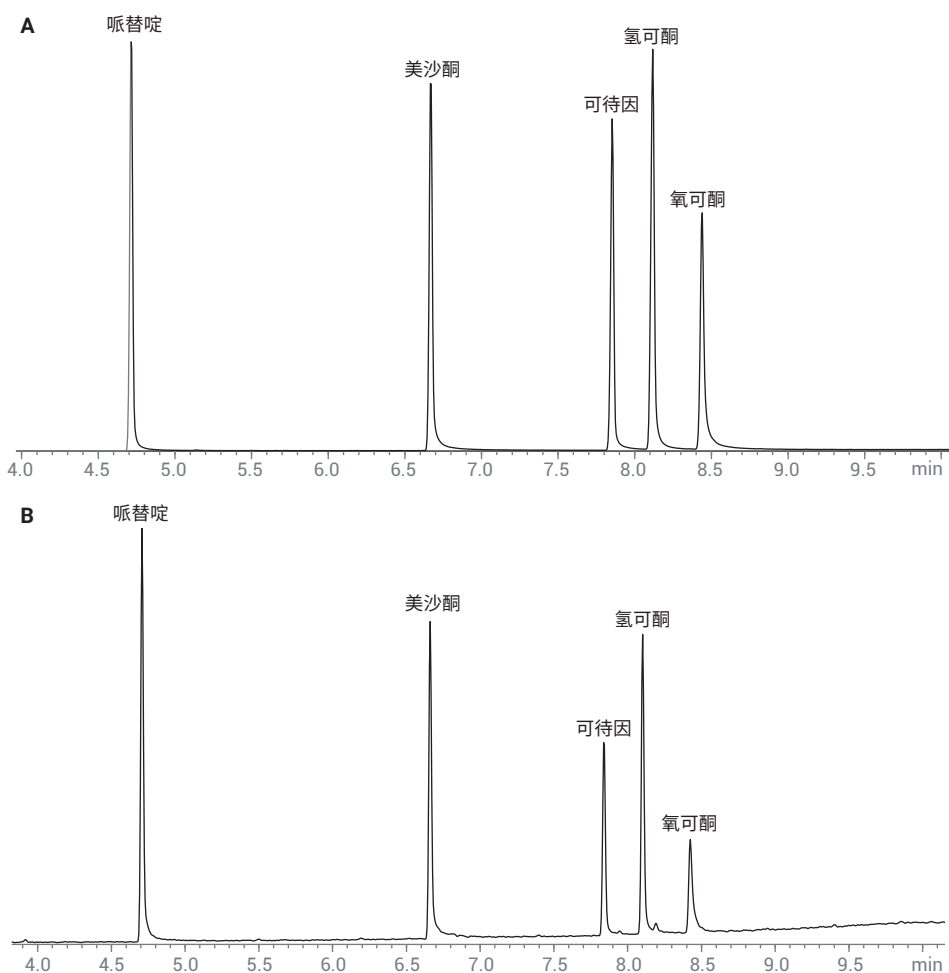


图 3. 阿片剂混合物的 TIC: A) 浓度为 250  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，分流比为 20:1，柱上进样浓度为 12.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，B) 浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，分流后的柱上进样浓度为 0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$

利用两种药物混合物（GC/MS 药物混合物 1 和 3）来测试不同化合物类别之间以及与烧结砂芯衬管和高效色谱柱的相互作用。将 GC/MS 药物混合物 1 以纯浓度运行，并稀释 4 倍以在柱上进样浓度低于 1 µg/mL 的条件下进行测试。图 5 显示了稀释样品的色谱图。未显示纯浓度样品，因为色谱图表现出非常相似的峰形。药物混合物 1 中的所有化合物具有良好的峰形，彼此得到良好的分离。

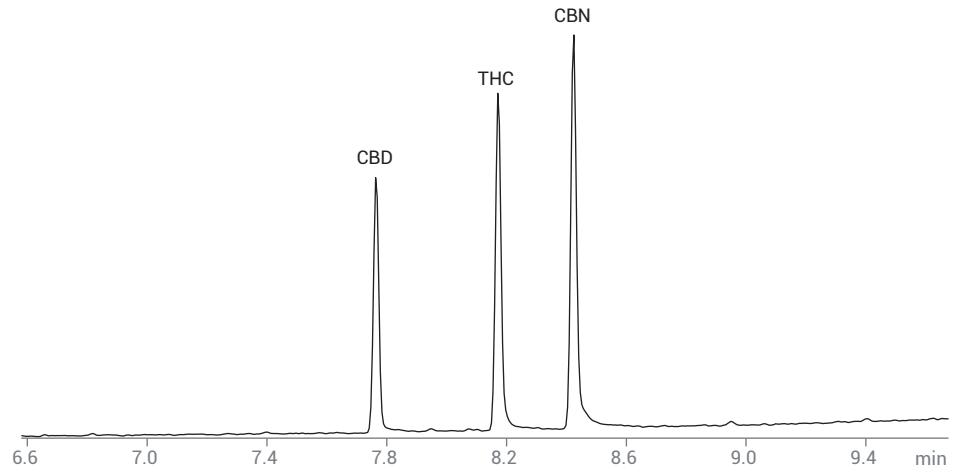


图 4. 10 µg/mL 大麻素混合物进样分析得到的 TIC，其分流后的柱上进样浓度为 0.5 µg/mL

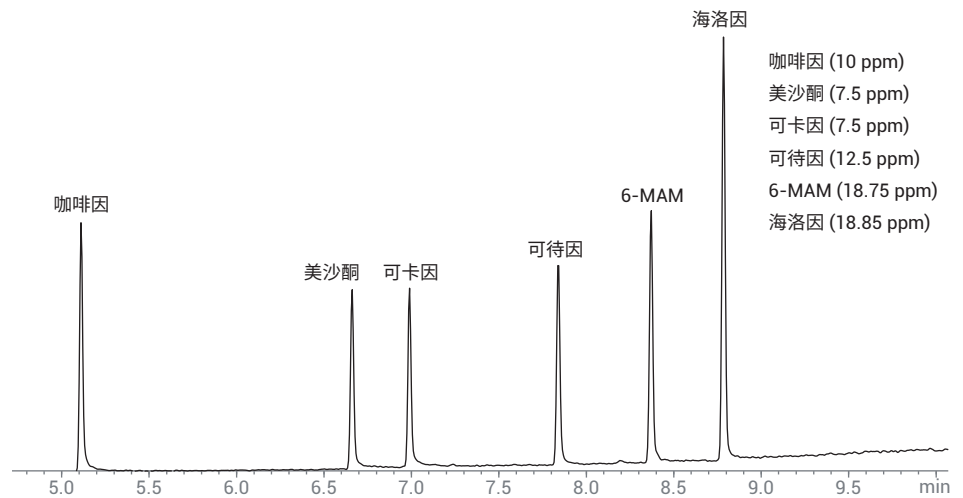


图 5. 进样浓度如下的 GC/MS 药物混合物 1 的 TIC：咖啡因为 10 µg/mL，美沙酮和可卡因为 7.5 µg/mL，可待因为 12.5 µg/mL，6-单乙酰吗啡 (6-MAM) 和海洛因为 18.85 µg/mL。如方法参数中所述，采用 20:1 的分流比进样，以测试衬管和柱上进样的低浓度

GC/MS 药物混合物 3 中含甲基苯丙胺、可卡因、海洛因、芬太尼和阿普唑仑的混合物，用于测试管制药物分析中目前关注的药物分析物。用甲苯将混合物稀释至 100 和 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。这些浓度的 TIC 如图 6 (A 和 B) 所示，其中化合物之间获得了优异的分离度。在 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  TIC 中 (图 6A)，所有化合物的响应都很强，但所有峰都存在轻微的拖尾。然而，进样分析 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  样品 (图 6B) 所得到的结果显示拖尾减小，表明峰尾部与柱上进样浓度有关，或可能与离子源温度有关，而与流路活性无关。

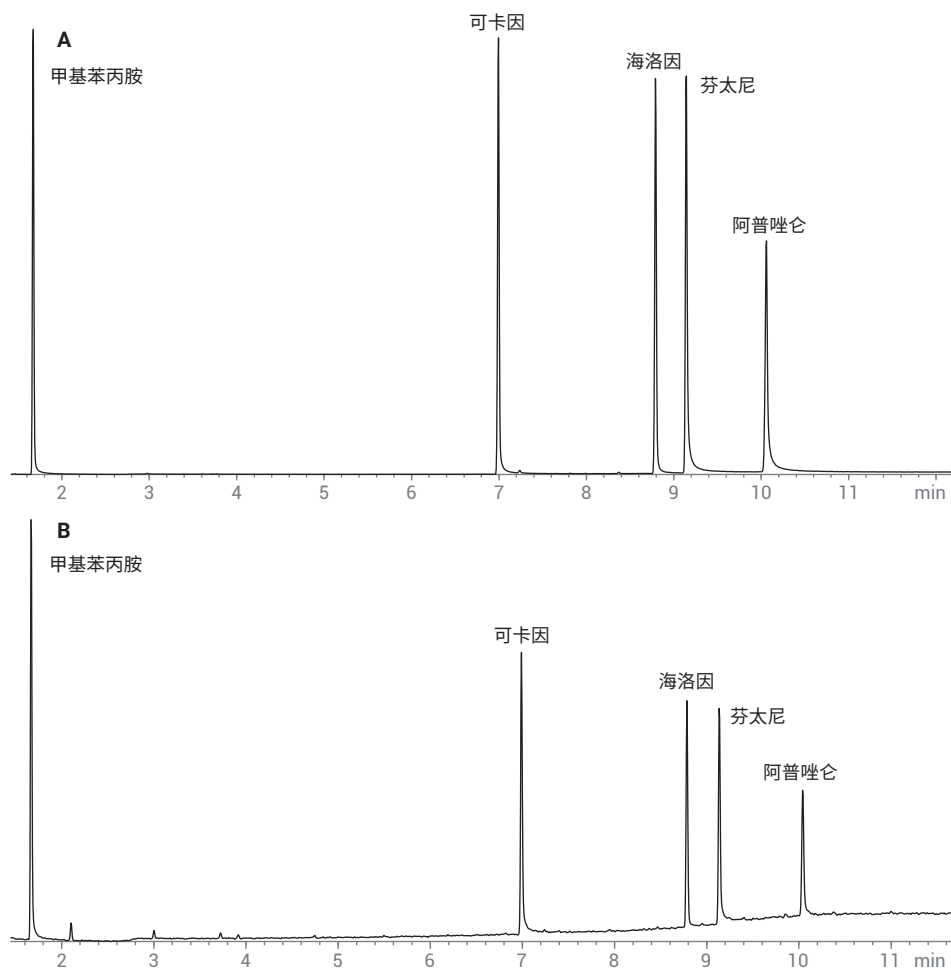


图 6. 浓度如下的 GC/MS 药物混合物 3 的 TIC: A) 进样浓度为 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 柱上进样浓度 5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , B) 进样浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 柱上进样浓度 0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$

在优化方法以重点关注胺化合物后，对含内标的 GC/MS 法医毒理学校验混标的化合物分离度和峰形完整性进行了审查。图 7 显示了校验混标 (5 µg/mL) 和内标 (2 µg/mL) 的 TIC，其中大多数化合物在 TIC 中彼此分离。在某些情况下，内标洗脱时间非常接近目标分析物，但在 TIC 中几乎实现基线分离，并在 EIC 中完全实现

基线分离。最显著的示例是甲基苯丙胺和萘-d<sub>8</sub>，它们的洗脱时间非常接近，并在 TIC 中未达到基线分离。然而，甲基苯丙胺和萘-d<sub>8</sub> 的特征离子有所不同，并可以在 EIC 中实现基线分离。另一组可以指示流路惰性问题特征是苯二氮卓类和血清素再摄取抑制剂的峰形。如果系统并非惰性或不够清洁，这些化合物类别的峰可能

会表现出响应损失、展宽或拖尾增加。然而，TIC (图 7) 中的峰未表现出明显的拖尾或展宽，说明该系统 (特别是超高惰性砂芯衬管) 呈惰性。

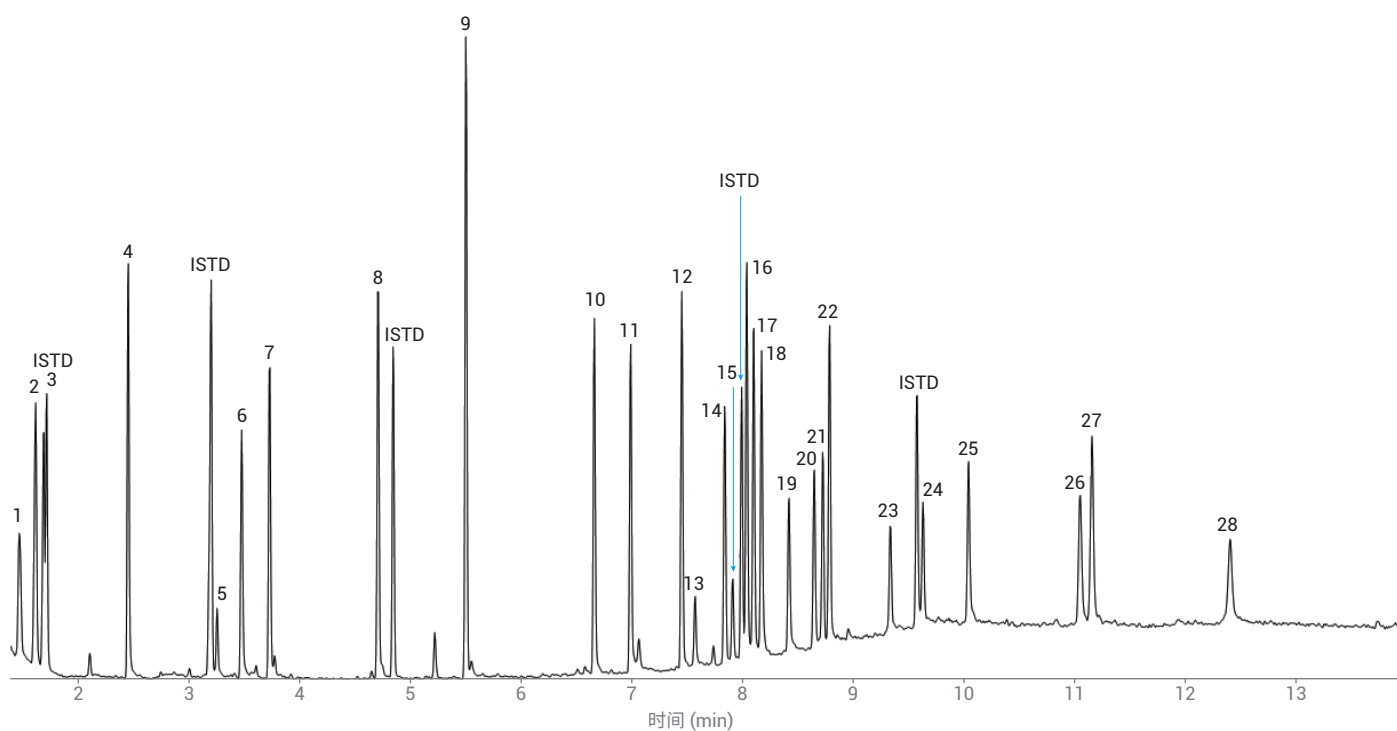


图 7. 进样浓度为 5 µg/mL (柱上进样浓度为 0.25 µg/mL) 的安捷伦法医毒理学校验混标和进样浓度为 2 µg/mL (柱上进样浓度为 0.1 µg/mL) 的内标 TIC。表 3 中列举了相应化合物的峰。1,4-二氯苯-d<sub>4</sub> 在溶剂延迟中洗脱，不包括在内



## 进样重现性

通过对标样进行多次进样，测试多次进样重现性，以验证衬管和系统的惰性。向法医毒理学校验混标 (5 µg/mL) 中加入 2 µg/mL 氘代多环芳烃内标混合物，以跟踪目标分析物的响应因子 (RF)。通过分流进样，使柱上目标分析物浓度为 0.25 µg/mL，ISTD 浓度为 0.1 µg/mL，可采用较低的浓度来考察衬管一致性和脱活工艺。在每根衬管上完成 10 次重复进样；使用每种化合物的 EIC 面积来计算每次运行的 RF。对每种化合物的 10 个 RF 值取平均，得到每种化合物和衬管的平均 RF 和 %RSD 值。第一次测试包括使用表 3 中的相同分流方法参数，对 1 µL 的 5 µg/mL 校验混标进行 10 次重复进样分析。表 4 显示了采用柱上进样量为 0.25 ng 的 12 种药物分析物得到的每根衬管的 %RSD 值；所有化合物均可参见附录表 A1。使用 0.25 ng 的柱上进样浓度，因为较高的浓度可能会隐藏响应中的一些偏差并产生更出色的重现性。采用较低的浓度能够更严格地测试衬管和整个 GC/MSD 系统。

在表 4 列出的所选化合物中，衬管表现出良好的进样重现性，每种化合物和 10 次重复进样组的 %RSD 值低于 15%。此外，除氯硝西洋外的所有化合物（附录表 A1）均具有低于 10% RSD 的 %RSD 值，表明每个衬管和整个系统呈惰性。经过衍

生化后，苯二氮卓类药物通过 GC 获得最佳分析结果<sup>[4,5,6]</sup>；在该校验混标中，苯二氮卓类药物未经衍生化，这可能导致衬管 5 上氯硝西洋的 %RSD 较高。

表 4. 10 次重复进样得到的 12 种所选碱性药物化合物的 %RSD 值，显示了柱上进样浓度为 0.25 µg/mL 时的进样重现性。所有结果列于附录 A 表 A1 中

编号	化合物	10 次重复进样的 %RSD					
		衬管 1 (批号 2)	衬管 2 (批号 3)	衬管 3 (批号 2)	衬管 4 (批号 3)	衬管 5 (批号 2)	衬管 6 (批号 3)
3	甲基苯丙胺	3.69	3.72	1.65	3.39	6.26	2.03
6	MDMA	4.42	3.38	2.63	3.91	7.51	3.34
9	苯环己哌啶	6.78	3.01	2.14	2.47	3.22	3.57
11	可卡因	6.32	4.24	3.10	3.04	6.47	4.02
13	奥沙西洋	9.43	4.29	6.04	4.89	5.70	4.58
14	可待因	8.42	3.50	2.67	1.97	8.26	4.83
19	氧可酮	7.10	3.76	2.34	4.42	2.39	4.75
20	替马西洋	3.89	2.90	2.25	3.69	3.33	3.93
22	海洛因	4.86	1.95	3.00	5.59	9.55	3.98
23	硝西洋	5.03	4.48	4.69	4.14	4.17	3.92
24	氯硝西洋	4.14	1.92	6.45	5.68	12.48	7.88
28	曲唑酮	4.21	4.44	4.72	5.46	7.35	4.92

## 衬管之间的重现性

使用六根超高惰性通用烧结砂芯衬管所采集的数据，计算衬管之间的重现性以验证两个批次的惰性和一致性。表 5 包含一组（12 个）选定的碱性药物化合物和采用各个衬管得到的平均 RF；所有 28 种化合物以及采用各个衬管得到的化合物的平均 RF 可见附录表 A2。对 60 个 RF 值取平均，以计算总体平均 RF 和 %RSD。比较表 5（和附录表 A2）中的六根衬管，结果发现每种化合物的 RF 大体一致。总共 60 次进样的总体 %RSD 值进一步证实了这种一致性，其中所有化合物的 %RSD 值均低于 15%。氯硝西洋的重现性值为

13.37% RSD，而所有其他化合物的 RSD 均低于 10%。较高的 %RSD 值可能与该苯二氮卓类药物未经衍生化的状态有关。总体而言，所有 %RSD 值低于 15% 的结果表明，这些衬管产生了高重现性数据，且制造和脱活工艺一致。

## 模拟实际基质

生成对乙酰氨基酚提取物（溶于甲苯中）以模拟实际基质，测试重复基质进样后的 5 µg/mL 法医毒理学校验混标的化合物响应。这是因为该混合物中的几种化合物可能对衬管（和系统）的惰性和清洁度很敏感。重复进行一系列进样。在空白甲

苯进样分析后，对校验混标进行三次进样分析。然后对一组重复的对乙酰氨基酚提取物和校验混标样品进行分析；对乙酰氨基酚提取物进样 10 次并对校验混标进样一次，直至完成对乙酰氨基酚提取物的 100 次进样分析。该序列以校验混标的三次进样结束，共包含 15 次校验混标进样，且总进样次数为 116 次。

由校验混标进样来计算平均 RF 和 %RSD 值，了解 GC/MS 系统在对乙酰氨基酚提取物 100 次进样分析中的惰性和清洁度。可以采用几种阿片类和苯二氮卓类药物来跟踪系统维护计划。

表 5. 10 次重复进样得到的 12 种所选碱性药物化合物的响应因子，显示了柱上进样浓度为 0.25 µg/mL 时的衬管间重现性，包括每种化合物总共 60 次进样的总体平均 RF 和 %RSD 值。所有 28 种化合物的结果列于附录 A 表 A2 中

编号	化合物	平均 RF						总体平均 RF	%RSD
		衬管 1 (批号 2)	衬管 2 (批号 3)	衬管 3 (批号 2)	衬管 4 (批号 3)	衬管 5 (批号 2)	衬管 6 (批号 3)		
3	甲基苯丙胺	0.584	0.586	0.649	0.619	0.611	0.592	0.606	5.05
6	MDMA	0.818	0.814	0.948	0.905	0.890	0.847	0.870	7.07
9	苯环己哌啶	0.361	0.354	0.346	0.348	0.358	0.361	0.354	4.07
11	可卡因	0.223	0.234	0.200	0.230	0.233	0.241	0.227	7.44
13	奥沙西洋	0.015	0.016	0.017	0.016	0.017	0.017	0.016	8.13
14	可待因	0.051	0.051	0.042	0.051	0.050	0.052	0.050	8.91
19	氧可酮	0.067	0.071	0.073	0.075	0.072	0.071	0.071	5.31
20	替马西洋	0.089	0.099	0.110	0.107	0.108	0.103	0.103	7.77
22	海洛因	0.081	0.090	0.099	0.093	0.095	0.087	0.091	8.24
23	硝西洋	0.040	0.041	0.042	0.039	0.040	0.041	0.041	4.87
24	氯硝西洋	0.066	0.072	0.039	0.034	0.033	0.030	0.032	13.37
28	曲唑酮	0.082	0.091	0.102	0.091	0.090	0.087	0.091	8.36

随着 GC/MS 系统变脏或出现惰性问题，这些化合物（包括羟考酮、劳拉西洋、可待因、替马西洋和曲唑酮）的峰面积和峰高都会降低。此外，羟考酮会形成显著拖尾；随着时间推移，所有这些峰变化将影响 %RSD 值并导致 %RSD 增大。表 6 汇总了校验混标中所有 28 种分析物的平均 RF 和 %RSD 值。回顾 %RSD 值，24 种化合物的 %RSD 值均低于 20%，这表明对乙酰氨基酚提取物的模拟实际基质获得了优异的重现性。三种化合物（可待因、劳拉西洋和羟考酮）的 %RSD 值介于 20% 和 30% 之间，替马西洋的 %RSD 为 40.06%。

表 6. 在包含 100 次对乙酰氨基酚提取物进样在整个序列中，利用 5 µg/mL 校验混标进样 15 次得到的平均 RF 和 %RSD 值来测试惰性稳定性

编号	化合物	平均 RF	%RSD
1	安非他明	0.284	12.45
2	芬特明	0.474	15.81
3	甲基苯丙胺	0.488	10.03
4	尼古丁	0.582	8.43
5	MDA	0.126	13.57
6	MDMA	0.722	7.21
7	MDEA	0.871	10.65
8	哌替啶	0.297	8.69
9	苯环己哌啶	0.384	8.05
10	美沙酮	0.553	12.19
11	可卡因	0.162	12.81
12	普罗地芬	0.489	12.67
13	奥沙西洋	0.013	17.85
14	可待因	0.054	23.49
15	劳拉西洋	0.019	22.07
16	地西洋	0.135	6.20
17	氢可酮	0.104	6.15
18	THC	0.085	11.55
19	氧可酮	0.049	20.25
20	替马西洋	0.069	40.06
21	氟硝西洋	0.032	12.96
22	海洛因	0.079	10.31
23	硝西洋	0.020	11.76
24	氯硝西洋	0.025	13.69
25	阿普唑仑	0.048	13.80
26	维拉帕米	0.260	16.34
27	士的宁	0.124	13.69
28	曲唑酮	0.063	11.00

替马西洋和苯二氮卓类药物通常对进样口惰性和清洁度非常敏感，导致这些分析物在 100 次对乙酰氨基酚提取物进样中的 %RSD 值升高。随着基质进样次数增加，替马西洋响应降低，如图 8A 以及附录图 A1 所示。图 8A 包括羟考酮、氟硝西洋和海洛因的峰，这些化合物的峰响应均随着进样次数增加而发生不同程度的降低。图 8B 显示了更换衬管后替马西洋及其他附近峰的响应有所恢复，表明衬管中的基质导致了响应损失。总体而言，对于未经衍生化的苯二氮卓类药物而言，这些结果非常出色，且其余分析物也都获得了优异的结果。模拟基质 %RSD 值（表 6）与重现性研究（表 5）的总体平均 %RSD 值的比较结果通常表明，随着模拟基质发挥作用，%RSD 有所增加。这是可以理解的，因为基质沉积在衬管中，并可能导致与碱性药物分析物发生不良的相互作用。

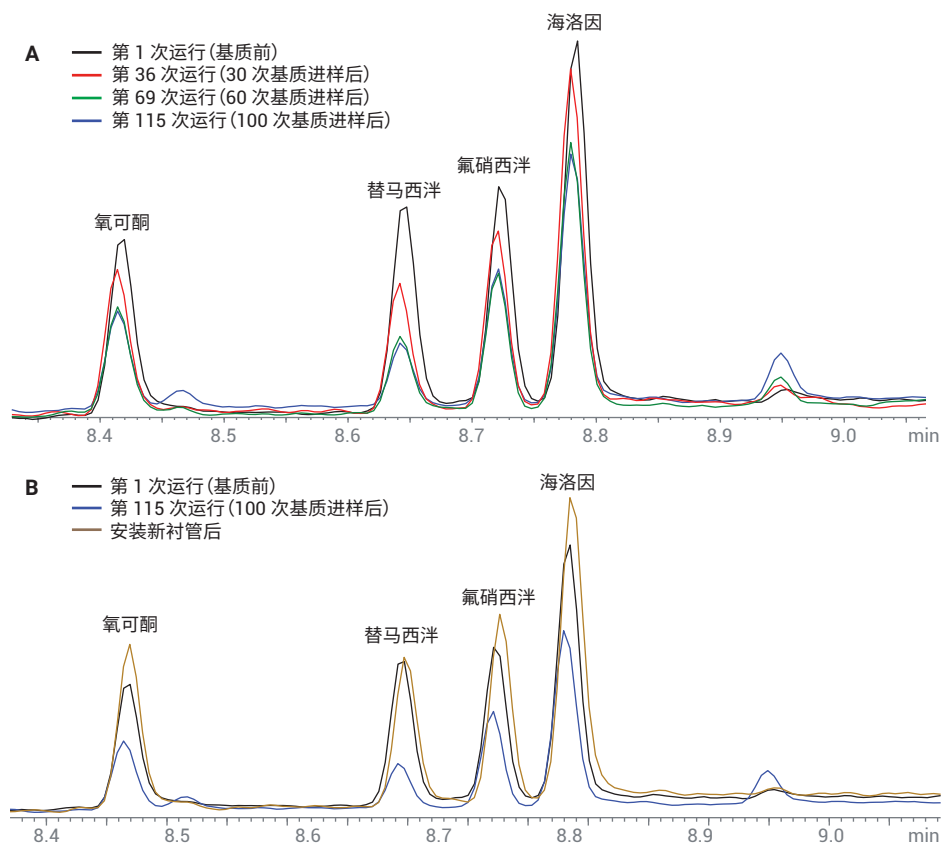


图 8. A) 检测模拟基质中羟考酮、替马西洋、氟硝西洋和海洛因所得到的 TIC 叠加图，对 100 次运行实验中基质前第 1 次运行（黑色）、30 次基质提取物进样后第 36 次运行（红色）、60 次基质进样后第 69 次运行（绿色）和 100 次基质进样后最终第 115 次运行（蓝色）的峰响应进行比较。B) 检测模拟基质中羟考酮、替马西洋、氟硝西洋和海洛因所得到的 TIC 叠加图，对基质前第 1 次运行（黑色）、100 次基质进样后最终第 115 次运行（蓝色）和更换衬管后第一次运行（金色）的峰响应进行比较

## 结论

安捷伦超高惰性烧结砂芯衬管具有优异惰性，在管制药物样品分析中具有极大的潜力。使用高效色谱柱和分流进样，这些衬管使胺类、阿片类药物和苯二氮卓类药物类别以及使用法医毒理学校验混标考察的几种其他化合物类别获得了优异的色谱结果、峰形和分离度。衬管之间的性能表明，所测试的衬管具有高重现性，所有 28 种分析物 RF 值的平均 RSD 为 8.9%。胺化合物类具有优异的峰形，甚至柱上进样浓度低至 0.25 µg/mL 时也是如此。进样重现性和模拟基质重现性测试也展示了衬管的稳定性，在基质测试中，在 100 次模拟基质进样后，28 种分析物的平均 %RSD 为 14.2%。带有烧结砂芯的超高惰性通用细径单锥衬管为样品气化、非挥发性基质捕集以及色谱柱和检测器保护提供了空间，是管制药物分析中分流进样的理想选择。

## 参考文献

1. Zhao, L.; Quimby, B. 使用带玻璃毛超高惰性进样口衬管和 GC/MS 进行滥用药物的分析，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5990-7596CHCN，**2011**
2. Dang, N. A. Analyze Drugs of Abuse with Agilent J&W Ultimate Plus Tubing in an Inert Flowpath (在惰性流路中利用 Agilent J&W Ultimate Plus 管线分析滥用药物)，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-5303EN，**2016**
3. Fausett, A. 使用 Agilent 8890 气相色谱进行滥用药物的法医学分析，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5994-0486ZHCN，**2019**
4. Joyce, J. R.; et al. The Decomposition of Benzodiazepines During Analysis by Capillary Gas Chromatography/Mass Spectrometry. *Biomed. Mass Spectrom.* **1984**, *11*, 284–89
5. Jones, C. E.; et al. Benzodiazepines Identified by Capillary Gas Chromatography-Mass Spectrometry, with Specific Ion Screening Used to Detect Benzophenone Derivatives. *Clin. Chem.* **1989**, *35*(7), 1394–1398
6. West, R. E.; Ritz, D. P. GC/MS Analysis of Five Common Benzodiazepine Metabolites in Urine as tert-Butyldimethylsilyl Derivatives. *J. Anal. Toxicol.* **1993**, *17*, 114–116

## 附录

表 A1. 采用六根带有烧结砂芯的超高惰性通用细径单锥衬管（部件号 5190-5105）所得到的碱性药物化合物 %RSD 值的完整列表，显示了柱上进样浓度为 0.25 µg/mL 时的进样重现性

编号	化合物	平均 RF					
		衬管 1 (批号 2)	衬管 2 (批号 3)	衬管 3 (批号 2)	衬管 4 (批号 3)	衬管 5 (批号 2)	衬管 6 (批号 3)
1	安非他明	3.30	3.94	2.92	2.38	3.00	1.53
2	芬特明	4.36	3.64	1.48	3.40	5.20	2.23
3	甲基苯丙胺	3.69	3.72	1.65	3.39	6.26	2.03
4	尼古丁	8.80	4.39	2.43	3.96	7.76	5.93
5	MDA	5.15	3.10	2.29	4.50	5.42	4.62
6	MDMA	4.42	3.38	2.63	3.91	7.51	3.34
7	MDEA	6.44	4.16	2.62	1.62	2.09	3.88
8	哌替啶	6.36	4.07	1.97	2.80	2.77	4.44
9	苯环己哌啶	6.78	3.01	2.14	2.47	3.22	3.57
10	美沙酮	4.18	2.49	1.54	2.92	6.22	4.42
11	可卡因	6.32	4.24	3.10	3.04	6.47	4.02
12	普罗地芬	2.97	2.53	1.18	1.64	3.40	2.32
13	奥沙西洋	9.43	4.29	6.04	4.89	5.70	4.58
14	可待因	8.42	3.50	2.67	1.97	8.26	4.83
15	劳拉西洋	9.59	5.14	3.60	5.80	4.56	5.88
16	地西洋	4.68	3.05	3.53	3.05	4.05	2.68
17	氢可酮	4.47	3.93	2.41	2.76	3.00	3.79
18	THC	3.02	4.75	3.60	3.16	2.76	4.08
19	氧可酮	7.10	3.76	2.34	4.42	2.39	4.75
20	替马西洋	3.89	2.90	2.25	3.69	3.33	3.93
21	氟硝西洋	4.81	4.14	2.48	5.62	8.30	4.93
22	海洛因	4.86	1.95	3.00	5.59	9.55	3.98
23	硝西洋	5.03	4.48	4.69	4.14	4.17	3.92
24	氯硝西洋	4.14	1.92	6.45	5.68	12.48	7.88
25	阿普唑仑	8.80	4.51	6.93	3.96	8.18	2.93
26	维拉帕米	4.59	2.27	3.09	2.97	2.19	1.56
27	士的宁	3.02	1.88	4.11	3.40	5.98	2.22
28	曲唑酮	4.21	4.44	4.72	5.46	7.35	4.92

表 A2. 采用六根带有烧结砂芯的超高惰性通用细径单锥衬管（部件号 5190-5105）所得到的法医毒理学校验混标化合物的完整列表，显示了衬管之间的重现性、每根衬管的平均响应因子、总共 60 次进样的总体平均 RF 以及柱上进样浓度为 0.25 µg/mL 时的总体 %RSD 值

编号	化合物	平均 RF						总体平均 RF	总体 %RSD
		衬管 1 (批号 1)	衬管 2 (批号 2)	衬管 3 (批号 3)	衬管 4 (批号 3)	衬管 5 (批号 1)	衬管 6 (批号 2)		
1	安非他明	0.263	0.257	0.268	0.262	0.268	0.263	0.263	3.16
2	芬特明	0.540	0.545	0.603	0.574	0.574	0.546	0.564	5.26
3	甲基苯丙胺	0.584	0.586	0.649	0.619	0.611	0.592	0.606	5.05
4	尼古丁	0.737	0.750	0.876	0.808	0.780	0.725	0.779	8.66
5	MDA	0.124	0.126	0.136	0.134	0.128	0.128	0.129	5.36
6	MDMA	0.818	0.814	0.948	0.905	0.890	0.847	0.870	7.07
7	MDEA	1.022	1.025	1.124	1.116	1.076	1.056	1.070	5.19
8	哌替啶	0.348	0.351	0.365	0.369	0.361	0.356	0.358	4.33
9	苯环己哌啶	0.361	0.354	0.346	0.348	0.358	0.361	0.354	4.07
10	美沙酮	0.620	0.645	0.557	0.645	0.656	0.656	0.630	6.74
11	可卡因	0.223	0.234	0.200	0.230	0.233	0.241	0.227	7.44
12	普罗地芬	0.509	0.526	0.498	0.541	0.542	0.539	0.526	4.03
13	奥沙西洋	0.015	0.016	0.017	0.016	0.017	0.017	0.016	8.13
14	可待因	0.051	0.051	0.042	0.051	0.050	0.052	0.050	8.91
15	劳拉西洋	0.021	0.021	0.017	0.020	0.020	0.022	0.020	9.17
16	地西洋	0.150	0.162	0.177	0.174	0.173	0.163	0.167	6.59
17	氢可酮	0.118	0.126	0.127	0.134	0.131	0.125	0.127	5.09
18	THC	0.098	0.101	0.100	0.106	0.105	0.100	0.102	4.52
19	氧可酮	0.067	0.071	0.073	0.075	0.072	0.071	0.071	5.31
20	替马西洋	0.089	0.099	0.110	0.107	0.108	0.103	0.103	7.77
21	氟硝西洋	0.038	0.041	0.041	0.041	0.042	0.041	0.041	6.20
22	海洛因	0.081	0.090	0.099	0.093	0.095	0.087	0.091	8.24
23	硝西洋	0.040	0.041	0.042	0.039	0.040	0.041	0.041	4.87
24	氯硝西洋	0.066	0.072	0.039	0.034	0.033	0.030	0.032	13.37
25	阿普唑仑	0.028	0.032	0.082	0.072	0.070	0.067	0.071	9.27
26	维拉帕米	0.382	0.381	0.355	0.372	0.375	0.393	0.377	4.14
27	士的宁	0.152	0.154	0.168	0.155	0.155	0.150	0.156	5.15
28	曲唑酮	0.082	0.091	0.102	0.091	0.090	0.087	0.091	8.36

如模拟实际基质部分所述，在每 10 次对乙酰氨基酚提取物运行后进样分析法医毒理学学校验混标，其中在序列的开始和结束处运行三次校验混标，并计算每次运行的 RF。在该基质研究结束时，将衬管更换为带有烧结砂芯的超高惰性通用细径单锥

衬管，并再次运行校验混标以确定响应是否恢复正常。为绘制这些数据，对前三个 RF 取平均，并用于计算每次运行（包括新衬管）的归一化 RF（列为第 117 次运行）。图 A1 显示了对乙酰氨基酚提取物实验中归一化 RF 的曲线。

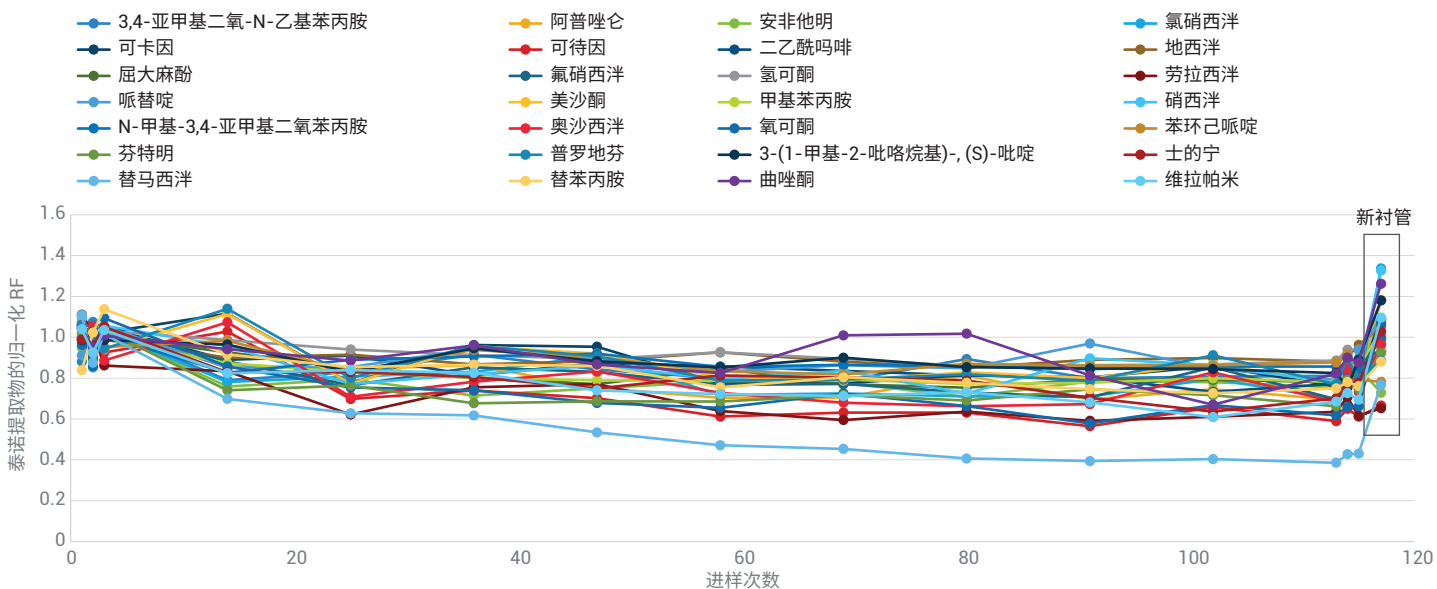


图 A1. 模拟实际基质（对乙酰氨基酚提取物）测试中各种法医毒理学混合物（柱上进样浓度 0.25 µg/mL）运行的归一化 RF，其中最后一个数据点对应于新衬管

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

用于司法鉴定。

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2019  
2019 年 6 月 14 日，中国出版  
5994-1012ZHCN

查找当地的安捷伦客户中心：

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

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

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

