

使用 Agilent QuickProbe GC/MS 系统 提高原始案件样品的法医学筛查通量

作者

Melissa Churley 和
Luis Cuadra-Rodriguez
安捷伦科技有限公司

Erin Shonsey
阿拉巴马州法医学部

摘要

使用 Agilent QuickProbe GC/MS 系统进行法医学分析预筛查可实现简单快速的分析工作流程，而无需样品前处理。通过超快速色谱分离技术可获得能在谱库中进行检索的谱图，从而可以开发出强大的法医学筛查流程。使用 QuickProbe GC/MS，无需在确认测试之前进行前处理和基于试剂的分析，可显著提高实验室分析效率。阿拉巴马州法医学部 (ADFS) 要求在法医学分析的各阶段提供可评审的数据以提高在法庭上的辩护能力，通过 QuickProbe GC/MS 筛查获得的谱图可满足这一要求。

前言

传统上，刑事司法实验室的样品分析工作流程包括目视检查、称重和一系列推断试验，然后再通过提取和 GC/MS 分析进行后续确认。为了响应 NAS 报告并为 ISO 17025 认证做准备，ADFS 重新编写了操作规程，要求在法医学分析的各阶段提供可评审的数据。QuickProbe GC/MS (图 1) 的评估结果提供了一种查获样品的预筛查方法，无需萃取即可生成质谱图，最大程度提高了通量。

实验部分

QuickProbe 装置安装在 GC/MS 系统 GC 仪器顶部的检测器插槽上 (图 2)。它包含一个与大气连通的加热进样口，采用恒定氮气流以防止空气侵入。系统使用快速加热 (最高 16 °C/s 或 960 °C/min) 的短毛细管色谱柱 (Agilent J&W DB-1ht, 1.5 m × 0.25 mm, 0.10 μm)，可在一分钟之内实现色谱分离。用玻璃探头 (图 3) 接触样品 (液体、固体和粉末)，将其引入 QuickProbe 进样口进行 3 到 6 秒蒸发，然后用 GC/MS 采集数据。几乎无需样品前处理。首先将玻璃探头插入探头支架，然后在处于取样位置 (图 3) 时将其浸入液体样品中，或者沿着固体样品或植物材料刮擦取样。粉末或颗粒样品使用 Pocket 尖端探头进行取样，这种探头的尖端有一个杯状的小凹痕。进样时，首先将玻璃探头缩回支架中。同时按下 QuickProbe 装置上的启动按钮和探头支架上的推杆，装置开始运行并将探头定位至进样口温度最高的部分。进样时间一般为 5 秒，可以根据需要调整时间。采用以下标准 GC/MS 数据分析软件包进行搜索，实现化合物鉴定：Agilent



图 1. 安装在 Agilent 5977 GC/MS 系统上的 Agilent QuickProbe 装置 (G3971A)

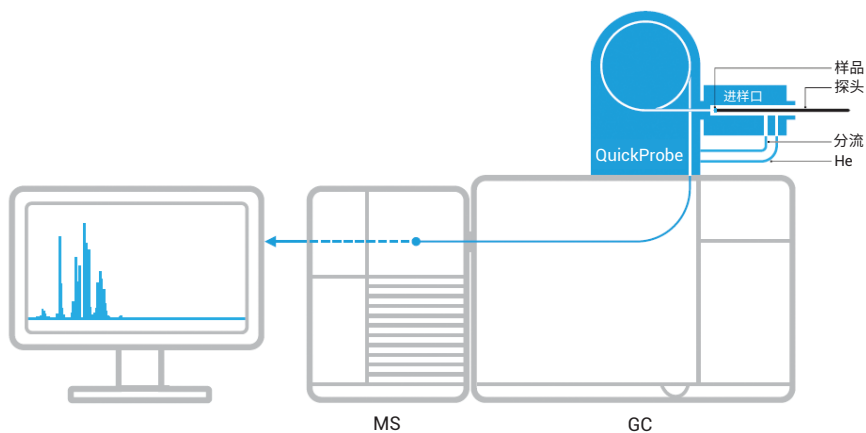


图 2. QuickProbe 直插式气质联用仪的示意图



图 3. 采用非接触式包装的样品探头 (A) 和探头支架 (B)

ChemStation、MassHunter 定性分析、定量分析和未知物分析软件。美国法庭科学技术学会 (AAFS) 和 Cayman Chemical (Cayman) 药物谱库匹配采用的最小匹配因子为 80。

结果与讨论

本研究所选案件样品此前已经过分析、裁决并已成为研究样品。样品处理对可靠的法医学分析至关重要，探头载样技术随样品类型和所需筛查而变化。建议的工作流程如下：1) 运行系统空白，2) 运行探头空白，3) 运行样品，4) 运行空白。用户需在系统空白完成之后运行探头支架空白，确保探头支架尖端没有被污染，可以用水或溶剂冲洗探头支架进行清洁。各种样品类型（包括散装材料和查获毒品）性质各不相同，对于给定的筛查可能需要一种逻辑性方法。例如，同时对片剂的内部和外部进行采样，可以提供有关片剂组分、过往处理和储存环境的信息。在某些情况下，用手术刀刮擦外表面会暴露出内部成分。

对于植物材料（例如大麻和火麻），使用探头尖端刮擦或摩擦材料即可完成取样。就大麻而言，THC 通常是色谱图中最强的峰。THC 和大麻二酚是可以区分的，但需要进一步的样品评估，以确定植物材料是工业大麻还是大麻（后者 THC 干重 $\geq 0.3\%$ ）。QuickProbe GC/MS 可以分离并鉴定主要成分 THC，但尚不能确定能否进行更准确的定量分析。

由于某些粉末样品（如可卡因）具有静电，样品之间需要用水冲洗探头支架以防污染。或者，可以将粉末溶解于 1 mL 甲醇中。查获样品的部分结果如图 4 和图 5 所示。



图 4A. 查获的可卡因粉末样品，使用 Pocket 尖端探头取样。然后将探头置于一张干净的称量纸上，Pocket 尖端朝下，用甲醇冲洗两次。探头干燥后，将其插入探头支架，该探头支架已事先用水清洗并用实验室擦拭布擦干。

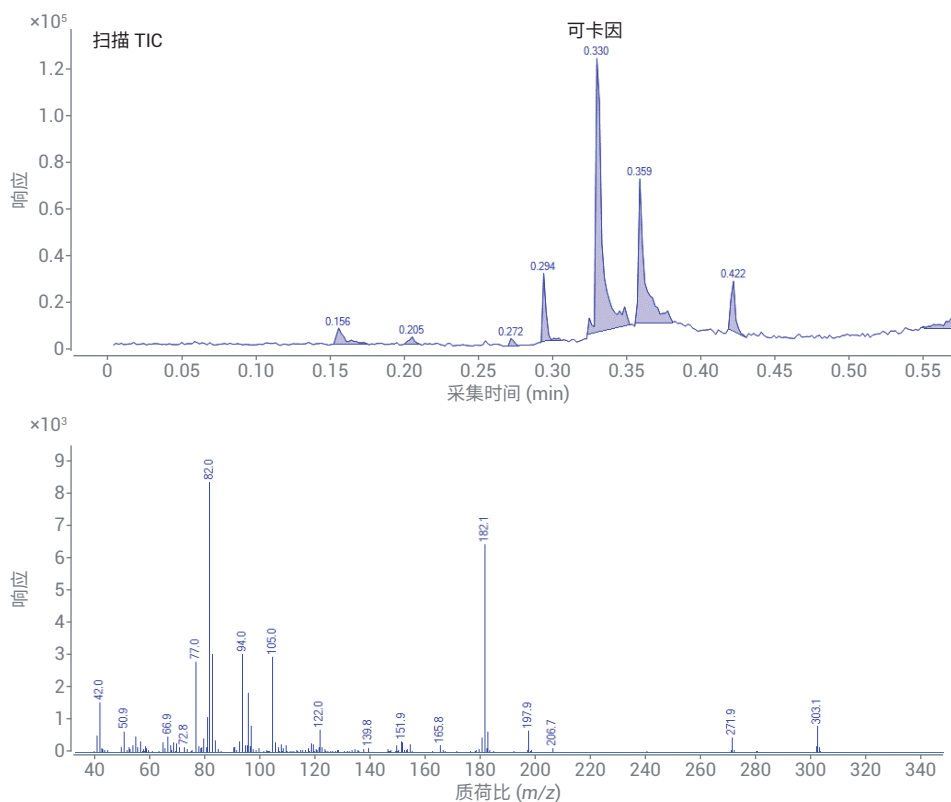


图 4B. 同一可卡因粉末样品的色谱结果和质谱结果。可卡因峰在 0.330 分钟时洗脱，AAFS 谱库匹配得分为 99

获得的原始样品或溶解样品的谱图在 AAFS 和 Cayman 药物谱库中获得了出色的谱库匹配得分。因此，在筛查过程中可以省去所有提取步骤。由于样品的典型分析时间为 1 分钟，总分析时间为 3 到 4 分钟，其中包括对相应空白（系统、探头和用到的任何溶剂）的分析，因此在这种情况下样品通量得到了显著提高。

在药物化学实验室中使用 QuickProbe GC/MS 系统能够获得明显的优势，例如生成可评审的谱图以进行案件筛查，以及可以筛查此前无法筛查的样品（如合成大麻素）。

表 1 提供了案件样品的筛查结果，包括在本研究中评估的谱库匹配得分。黄色突出显示的结果表明，鉴定出的化合物与案件样品（此前已裁决并已成为本研究的测试样品）的已知鉴定结果不匹配。一些遗漏的鉴定结果很容易解释。例如氯硝西洋洗脱较晚，并且难以通过 GC/MS 进行分析。GHB 必须经过衍生化才能进行 GC/MS 分析，打火机油中的甲基苯丙胺峰被丙烷峰覆盖。烟酰胺是伪麻黄碱的一种切割剂（有时在样品中可能观察到伪麻黄碱）。尽管如此，QuickProbe 还是能准确鉴定本研究中 83% 的样品。

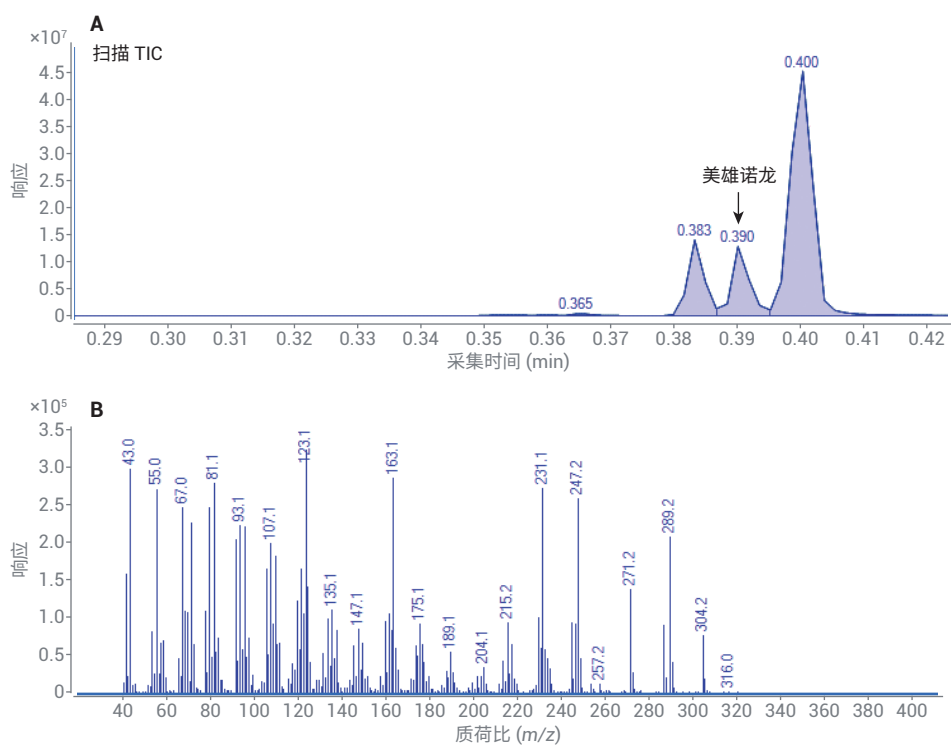


图 5. 含有美雄诺龙的样品的色谱结果（放大图）和质谱结果。美雄诺龙峰在 0.390 分钟时洗脱，AAFS 谱库匹配得分为 91

表 1. 案件样品（此前已裁决）结果，含谱库匹配得分

样品	鉴定的主要化合物	鉴定结果
13HQ00031-1	异戊巴比妥 (91), 司可巴比妥 (91)	异戊巴比妥钠
13HQ00048-1	甲氨二氮草 (87)	甲氨二氮草
13HQ00114-1	己二酸 (93)	植物材料
13HQ00128-1	硬脂酸 (89)	氯硝西洋
13HQ00170-1	劳拉西洋 (99)	劳拉西洋
13HQ00180-1	奥沙西洋 (72)	奥沙西洋
13HQ00289-1	JWH250 (80)	JWH 250
13HQ00411-1	吗啡 (98)	吗啡
13HQ00434-1	苯巴比妥 (96)	苯巴比妥
13HQ00505-1	戊巴比妥 (72)	戊巴比妥
13HQ00522-1	PCP (苯环己哌啶) (92), 环己烯 (95)	苯环己哌啶
13HQ00525-1	氯胺酮 (97)	甲基苯丙胺, 氯胺酮
13HQ00552-1	二甲砷 (90), 烟酰胺 (96), 甲基苯丙胺 (64)	甲基苯丙胺, 烟酰胺
13HQ00581-1	替马西洋 (99)	替马西洋
13HQ00584-1	PCP (苯环己哌啶) (96)	苯环己哌啶
13HQ00591-1	戊巴比妥 (91)	戊巴比妥
13HQ00611-1	苯甲酸 (90), 可卡因 (99), 脱水芽子碱甲酯 (98), 苯甲酰爱康宁 (96)	可卡因
13HQ00615-1	可卡因 (99)	盐酸可卡因
13HQ00622-1	二甲砷 (76), 烟酰胺 (96), 甲基苯丙胺 (93)	甲基苯丙胺, 烟酰胺
13HQ00866-2	己二酸 (47)	GHB/H ₂ O/CHCl ₃
13HQ00869-1	伪麻黄碱 (83)	伪麻黄碱

样品	鉴定的主要化合物	鉴定结果
13HQ00881-1	愈创甘油醚 (98)	愈创甘油醚
13HQ00893-1	美雄诺龙 (91)	美雄诺龙
13HQ00912-1	己二酸 (86)	碳酸氢钠
13HQ00933-1	丙酸睾酮 (99), 庚酸睾酮 (72)	类固醇
13HQ00938-1	己二酸异辛酯 (72), 己二酸 (80)	氢吗啡酮
13HQ00949-1	十二酸 (86)	群勃龙
13HQ00970-1	癸酸诺龙 (99)	癸酸诺龙
13HQ00972-1	苯甲酸苄酯 (98), 环戊丙酸睾酮 (99)	睾酮
13HQ00975-1	烟酰胺 (98)	伪麻黄碱
13HQ01188-1	可待因 (97)	硫酸可待因
13HQ01192-1	氢吗啡酮 (99)	二氢吗啡酮
13HQ01193-1	氯胺酮 (97)	氯胺酮
13HQ01195-1	海洛因 (99)	海洛因
13HQ01198-1	二苯甲酮 (91), 去甲西洋 (99)	二钾氯氮
13HQ01217-1	AM2201 (99)	AM2201
13HQ01231-1	AM2201 (99)	AM2201
13HQ01238-1	己二酸 (86)	阴性
14HQ00003-1	1,4-丁二醇 (83)	1,4-丁二醇
15HQ00097-1	海洛因 (99)	海洛因和乳糖
16HQ00095-1	丙烷 (78)	打火机油中的甲基苯丙胺
16HQ00197-1	咖啡因 (97)	疑似卡痛叶
16HQ00197-8	己二酸 (62)	疑似卡痛叶
18HQ00193-1	1-二环丁醇 (72)	植物材料
18HQ00195-1	大麻二酚 (90)	Relax 软糖
18HQ00203-1	己二酸 (91)	Brownie
18HQ00204-1	可可碱 (95), 甘油 (83)	Kush Cakes
18HQ00216-1	大麻二酚 (93)	Pharxma
18HQ00218-1	丙二醇 (86)	CBD Drip Gold
19HQ00057-1	对乙酰氨基酚 (87)	氢可酮/APAP 糖浆
HW250	大麻二酚 (98)	大麻二酚
HW750	大麻二酚 (97)	大麻二酚

在对 QuickProbe 筛查方法进行评估后，可以为药物分析案件推荐一个完整的工作流程。如图 6 所示，先由一支筛查团队对案件进行分类，然后再进行分析，这不同于传统的案件分析，过去需要分析人员对每个案件进行分别筛查。QuickProbe GC/MS 是一项通用的筛查技术，可用于任何含粉末、液体或未知植物材料的样品。案件分类后将由另一位分析人员进行药物筛查。新的工作流程将限制每位分析人员的必需任务，使筛查团队能够在运行之前为分析人员将案件整理分批。这样就能减少分析人员数量以及员工的工作量。

从一名分析人员处理一个案件转变为一个分析团队处理一个案件，这将大大提升工作效率。首次取样后无需萃取即可将案件有效地分批，使确认分析人员能够依次测试整批案件样品。QuickProbe 筛查所产生的可评审数据可以分批记录并保存以供将来参考。由于每个案件至少要有两名科学家参与，如今由另一位科学家负责确证证据分析，从而能够提高分析测定的可信度。

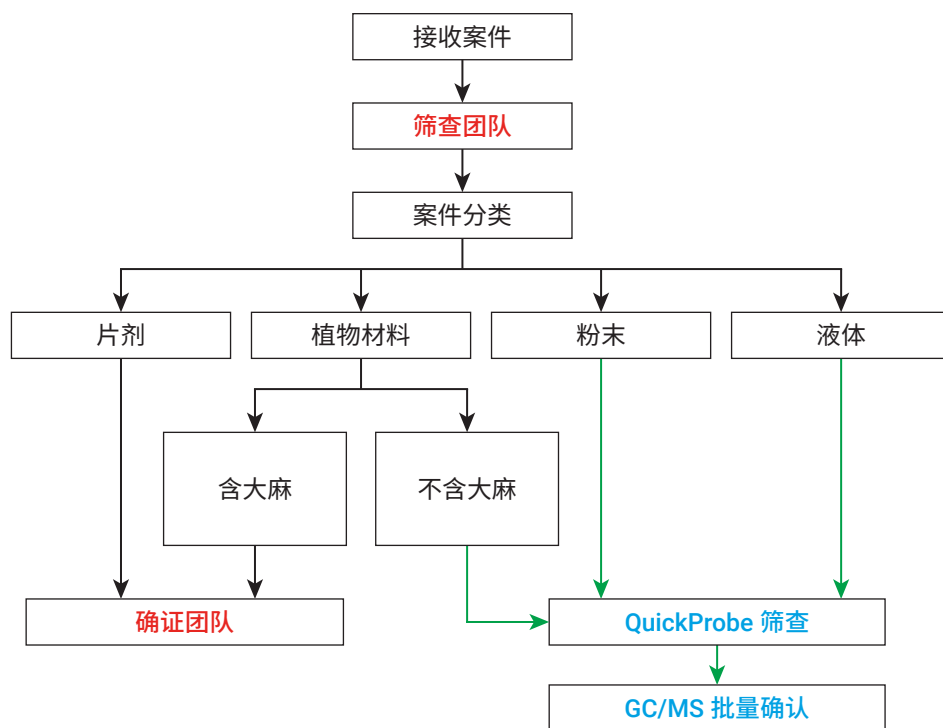


图 6. 建议的实验室工作流程

结论

研究表明，QuickProbe GC/MS 系统筛查方法相比法医药物化学实验室中的传统筛查技术具有更多优势。该方法为各种分析物提供了统一的筛查测试，同时还提供可评审数据，这些数据能够被记录下来并与案件记录一起保存。此外，该方法还能筛查传统筛查技术无法筛查的新型分析物（如合成大麻素）。

选择使用 QuickProbe GC/MS 系统进行筛查，每次运行都能生成可在谱库中进行检索的谱图，提高了结果的可信度。根据该方法开发的工作流程不仅提高了分析效率，也提高了分析结果的可信度。

www.agilent.com

用于司法鉴定。

DE.6378472222

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，2020
2020 年 6 月 25 日，中国出版
5994-2025ZHCN

查找当地的安捷伦客户中心：

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

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

 **Agilent**
Trusted Answers