

气相色谱法测定尿液中可卡因及其代谢物爱冈宁甲基酯

王小波¹ 叶能胜¹ 谷学新^{*1} 王继芬²

¹(首都师范大学化学系, 北京 100048) ²(中国人民公安大学刑事科学技术系, 北京 100038)

可卡因 (cocaine, COC) 在体内迅速吸收代谢, 经自发水解或者酶催化水解生成主要代谢产物苯甲酰爱冈宁和爱冈宁甲基酯, 以原体形式从尿液中排出仅约 10%~20%。目前, 尿液中可卡因及其代谢物爱冈宁甲基酯的检测方法主要有气相色谱法 (GC)^[1], 气相色谱-质谱联用法 (GC-MS)^[2], 高效液相色谱-质谱联用法 (HPLC-MS)^[3], 毛细管电泳 (CE)^[4]。本研究采用液-液萃取法提取尿液中的可卡因及其代谢物爱冈宁甲基酯, 并利用气相色谱进行定性定量检测。本方法操作简单、准确、快速。为检测可卡因滥用和法医学毒物分析提供可靠的手段。

Agilent 7890 N 型气相色谱仪, 配氢火焰离子化检测器 (美国 Agilent 公司), HP-5 弹性石英毛细管柱 (30 m × 0.32 mm i.d. × 0.25 μm)。盐酸可卡因和盐酸爱冈宁甲基酯标准品 (国家麻醉药品实验室), 甲醇 (色谱纯, 美国 Fisher 公司), 其它试剂均为分析纯。空白尿采自健康志愿者。

标准溶液配制: 分别准确称取盐酸可卡因和盐酸爱冈宁甲基酯配制成浓度均为 3 g/L (以游离碱计算) 的标准储备液, 密封保存于 -20 °C 下。将标准储备液稀释成 100 mg/L 混合标准溶液, 备用。

柱温采用程序升温: 110 °C 保持 1 min, 以 3 °C/min 升至 130 °C, 15 °C/min 升至 230 °C 保持 3 min, 30 °C/min 升至 280 °C, 保持 6 min。进样口温度: 280 °C; 检测器温度: 280 °C; 载气: 高纯氮恒流 3.0 mL/min; 燃气: 氢气流速 30 mL/min; 尾吹气流速 25 mL/min。进样体积 1 μL, 分流比 10:1。

取 1 mL 空白尿样置于 50 mL 具塞锥形瓶中, 加入 30 μL 100 mg/L 上述混合标准溶液, 振荡摇匀, 静置 30 min。加 1 mL 碳酸钠-碳酸氢钠缓冲溶液 (pH 9.5), 8 mL 有机提取试剂, 40 °C 水浴振荡提取 6 min, 将反应液转移至离心管中, 9000 r/min 离心 10 min。取有机相, 40 °C 下氮吹仪吹干, 用乙酸乙酯溶解残渣并定容至 50 μL, 取 1 μL 进样进行 GC-FID 测定。

按照上述方法对样品进行处理并检测。结果表明: 可卡因和代谢物爱冈宁甲基酯可以与基体干扰很好的分离。

在 0.06~10 mg/L 范围内线性良好, 相关系数均大于 0.9984。COC 和 EME 的检出限为 40 μg/L (S/N = 3)。向空白尿样中加入 COC 和 EME 的混合标准溶液, 配制尿样中 2 种药物的质量浓度分别是 0.2, 1 和 5 mg/L 的尿样各 6 份, 并进行 GC-FID 分析。计算出 COC 和 EME 的平均回收率为 65.2~101.4%, 相对标准偏差低于 8.5%。空白尿液中加入 COC 和 EME 的混合标准溶液, 按上述方法处理样品, 后立即进样检测, 再隔 2, 6, 10, 12 和 24 h 进样检测, 结果 COC 和 EME 的峰面积的相对标准偏差分别为 2.6% 和 2.1%, 表明提取后的样品在 24 h 内稳定。

本文所建方法重现性好和回收率高, 为尿液中可卡因滥用的检测提供了一种快捷而实用的方法。

References

- 1 Farina M, Yonamine M, Silva O A. *Forensic Sci. Int.*, 2002, 16: 204-207
- 2 Saito T, Maseb H. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 2007, 43: 358-363
- 3 孙其然, 向平, 严慧等. *法医学杂志*, 2008, 24(4): 268-272
- 4 da Costa J L, Tonin F G, de Matta Chasin A A et al. *Electrophoresis*, 2009, 30: 2238-2244

* E-mail: guxuexin@263.net

气相色谱法测定尿液中可卡因及其代谢物爱冈宁甲基酯

作者: [王小波](#), [叶能胜](#), [谷学新](#), [王继芬](#)

作者单位: [王小波, 叶能胜, 谷学新\(首都师范大学化学系, 北京, 100048\)](#), [王继芬\(中国人民公安大学刑事科学技术系, 北京, 100038\)](#)

刊名: [分析化学](#) ISTIC SCI PKU

英文刊名: [CHINESE JOURNAL OF ANALYTICAL CHEMISTRY](#)

年, 卷(期): 2009, 37(z1)

被引用次数: 0次

参考文献(4条)

1. [Farina M, Yonamine M, Silva O A](#) [查看详情](#) 2002
2. [Saito T, Maseb H](#) [查看详情](#) 2007
3. [孙其然, 向平, 严慧, 沈敏](#) [LC-MS/MS测定尿液中可卡因及其代谢物苯甲酰爱康宁\[期刊论文\]-法医学杂志](#) 2008(4)
4. [da Costa J L, Tonin F G, de Matta Chasin A A](#) [查看详情](#) 2009

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_fxhx2009z1569.aspx

授权使用: 浙江大学(wfzjdx), 授权号: d9b804d1-4888-46db-8bfd-9db20185fe44

下载时间: 2010年7月13日