

气相色谱法检测摇头丸中的盐酸氯胺酮^①

贺江南¹, 陈文斌², 刘冬娴¹

(1. 湖南公安高等专科学校 公安科学技术系, 湖南 长沙 410006 2. 长沙市公安局, 湖南 长沙 410006)

摘 要 以三氯甲烷提取、气相色谱法测定摇头丸中的盐酸氯胺酮含量, 线性范围 $1.0 \times 10^{-3} - 4.0 \times 10^{-1} \text{mg/ml}$, 回归方程为 $y = 1.402 \times 10^7 x + 8.193 \times 10^4$ ($r = 0.998$), 检测限为 $2.0 \times 10^{-4} \text{mg/ml}$, 回收率 90.3%。

关键词 气相色谱法 盐酸氯胺酮

中图分类号 O657.7+1

文献标识码 A

文章编号 1671-0231(2003)01-0070-03

摇头丸是近几年来在我国出现的一种新型毒品, 是用 MDMA(3,4-亚甲二氧基甲基安非他明)与其他添加剂混合而成的片剂。不同产地、牌号、批次的摇头丸, 其添加剂的种类和含量均不相同。对摇头丸中的添加剂进行检测, 对于分析摇头丸的来源产地及串并毒品案件有一定的指导作用。

盐酸氯胺酮是一种静脉全麻药, 医疗上用于全麻诱导、复合全麻及小儿基础麻醉, 麻醉作用快而效短, 有镇痛作用^[1]。因较易获得, 盐酸氯胺酮是摇头丸中最常见的添加剂之一。本文用气相色谱仪定量检测了长沙市公安局缴获的 2 种摇头丸中盐酸氯胺酮的含量, 结果满意。

1 实验部分

1.1 试剂和仪器

盐酸氯胺酮及 MDMA、咖啡因对照品均由公安部物证鉴定中心提供 盐酸氯胺酮用三氯甲烷配制成含量为 1.0mg/ml 的贮备液, 临用时稀释得到所需浓度的溶液 三氯甲烷, 分析纯, 湖南长沙福利化学试剂厂 实验用水为二次蒸馏水 摇头丸片剂由长沙市公安局提供。

气相色谱仪为安捷伦公司的 Agilent 4890D; N2000 色谱数据工作站, 浙江大学智能信息研究所。

1.2 色谱条件

色谱柱为 HP-5, $15\text{m} \times 0.53 \text{mm}(\text{id})$, 膜厚 $1.5\mu\text{m}$, 色谱柱的升温程序为: 在 150°C 保留 1 min, 然后以 $15^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至 240°C , 并保持 3min 进样口温度为 250°C 检测器 火焰离子化检测器, 温度 280°C 载气(N_2): 流量为 26.8ml/min 分流进样, 分流比 1:1。

1.3 实验方法

将摇头丸片剂研碎拌匀, 准确称取 25.0mg , 用三氯甲烷溶解, 过滤, 滤液转移至 100ml 容量瓶中, 残渣用三氯甲烷清洗 2 次, 洗涤液并入同一容量瓶中, 用三氯甲烷定容至刻度。用 $1\mu\text{l}$ 微量注射器进样 $1.00\mu\text{l}$, 气相色谱法检测。

2 结果与讨论

2.1 溶剂选择

准确称取 5 份摇头丸各 25.0mg , 分别以甲醇、无水乙醇、三氯甲烷、乙酸乙酯、苯为溶剂, 按上述实验方

① 收稿日期 2002-09-01

作者简介 贺江南(1971-), 女, 湖南宁乡人, 讲师, 研究方向: 化学分析和仪器分析教学。

法进行提取分析,结果如表 1 所示,以甲醇、无水乙醇、三氯甲烷为溶剂时盐酸氯胺酮的提取率都在 90% 以上。本实验中以三氯甲烷为溶剂。

表 1 不同溶剂的提取率测试(%)

甲 醇	无水乙醇	三氯甲烷	乙酸乙酯	苯
92.8	91.3	98.3	63.4	51.2

2.2 检测范围和检测限

将盐酸氯胺酮贮备液稀释,得系列标准溶液,分别取 1.00 μ l,按上述色谱条件进行定量分析。实验表明,在 $1.0 \times 10^{-3} - 4.0 \times 10^{-1}$ mg/ml 浓度范围内,色谱峰面积与盐酸氯胺酮标准溶液浓度成线性关系,回归方程为 $y = 1.402 \times 10^7x + 8.193 \times 10^4$ ($r = 0.998$),检测限为 2.0×10^{-4} mg/ml。

2.3 样品检测结果

取摇头丸片剂 2 种,分别按上述实验方法处理检测。图 1 为 1 号样品的色谱图,从谱图可知,在上述条件下检测,MDMA 保留时间为 1.665min,盐酸氯胺酮的保留时间为 3.765min。

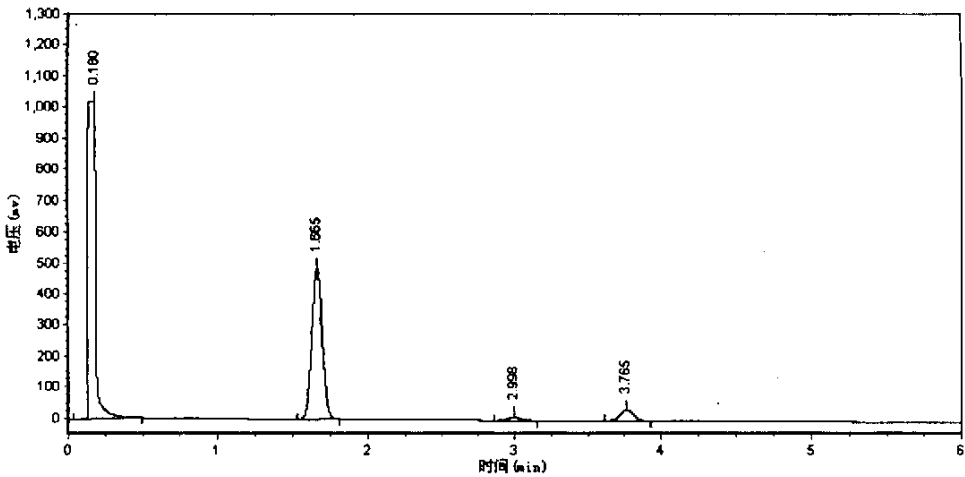


图 1 1 号摇头丸气相色谱图($C = 0.25$ mg/ml)

表 2 样品检测结果

序号	检材性状	主要成分	氯胺酮含量 ^a (mg·mg ⁻¹)
1	浅蓝色圆形片剂	MDMA,盐酸氯胺酮	0.037 ± 0.002
2	标‘C \ C’符号橙色圆形片剂	MDMA,盐酸氯胺酮,咖啡因	0.014 ± 0.002

^a 盐酸氯胺酮含量 = 盐酸氯胺酮重量/样品重量 ± SD($n = 3$)

2.4 回收率测定

称取 3 份 25.0mg 第 1 号检材,分别添加 5.0mg、8.0mg、10.0mg 盐酸氯胺酮,按上述实验方法进行处理测定,结果见表 3,平均回收率为 90.3%。

表 3 回收率测定

实际值(mg. mg ⁻¹)	测得值(mg. mg ⁻¹)	回收率(%)
0.198	0.177	89.4
0.270	0.245	90.7
0.312	0.281	90.1

3 结论

本文中用气相色谱法检测摇头丸中盐酸氯胺酮的含量,方法简单、快速,提取率较高。

参考文献：

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 化学工业出版社,1991.

Determination of ketamine hydrochloric
in ecstasy by gas chromatograph

HE Jiang – nan¹, CHENG Wen – bin², LIU Dong – xian¹

- (1. Department of Public Security Science and Technology , Hunan Public Security College,Changsha 410006,China ;
2. Changsha Public Security Bureau Station,Changsha 410006,China)

Abstract Ketamine hydrochloric in ecstasy was extracted into chloroform and analyzed by gas chromatograph. A linear relationship between the peak area of GC and the sample 's concentration is $y = 1.402 \times 10^7x + 8.193 \times 10^4$ ($r = 0.998$). The linear concentration range from 1.0×10^{-3} to 4.0×10^{-1} mg/ml, with the detection limit 2.0×10^{-4} mg/ml, and the recovery of 90.3% .

Key words :gas chromatography ;ketamine hydrochloric.

气相色谱法检测摇头丸中的盐酸氯胺酮

作者: 贺江南, 陈文斌, 刘冬娴
作者单位: 贺江南, 刘冬娴(湖南公安高等专科学校, 公安科学技术系, 湖南, 长沙, 410006), 陈文斌(长沙市公安局, 湖南, 长沙, 410006)
刊名: 湘潭师范学院学报(自然科学版)
英文刊名: JOURNAL OF XIANGTAN NORMAL UNIVERSITY (NATURAL SCIENCE EDITION)
年, 卷(期): 2003, 25(1)
被引用次数: 0次

参考文献(1条)

1. 国家药典委员会 中国药典 1991

相似文献(4条)

1. 期刊论文 贺江南. 刘冬娴. HE Jiang-nan. LIU Dong-xian 气相色谱法检测饮料中的盐酸氯胺酮 - 长春师范学院学报(自然科学版) 2007, 26(2)

文中考察了液液提取-气相色谱法检测饮料中盐酸氯胺酮的条件. 饮料检材中添加pH值为9.2的缓冲溶液, 再用三氯甲烷提取, 提取液浓缩后加内标烯丙丙巴比妥, 进行气相色谱法分析. 以盐酸氯胺酮与烯丙丙巴比妥色谱峰面积比Y对橙汁中盐酸氯胺酮浓度X(g/mL)进行线性回归, 在0.02-25.0 g/mL浓度范围内, 线性回归方程为 $Y=0.0055+0.4785X$ ($r=0.9999$), 检测限为0.005 μg/mL, 平均提取率91.5%. 该方法可用于饮料中的盐酸氯胺酮的提取检验.

2. 期刊论文 贺江南. 刘冬娴. 黄娟娟 固相微萃取-气相色谱法检验盐酸氯胺酮 - 中国人民公安大学学报(自然科学版) 2003, 9(4)

论文研究了以固相微萃取(SPME)-气相色谱法提取检验盐酸氯胺酮的最优条件. 结果表明, 以涂敷有30 μm厚的聚二甲基硅氧烷的石英纤维直接萃取水中盐酸氯胺酮时, 室温下萃取10min, 在250℃下解吸5min, 效果最好. 以上述条件提取检验茶水和尿中的盐酸氯胺酮, 结果满意.

3. 期刊论文 刘民. 侯钦. 余以勇. 赵志新 盐酸氯胺酮中毒及其检验 - 刑事技术 2001, ""(4)

报道了盐酸氯胺酮(Ketamini hydrochloridum)中毒致死一例. 经尸检和毒物分析, 证实为氯胺酮中毒致死. 死者血液经气相色谱法定量结果为91 μg/mL血, 使用斯-奥氏法提取其回收率为92%~96%.

4. 期刊论文 曹洁. 王玉瑾. 王英元. CAO Jie. WANG Yu-jin. WANG Ying-yuan 氯胺酮在急性中毒家兔体内的分布 - 中国药物与临床 2007, 7(8)

目的 建立氯胺酮的家兔急性中毒模型, 研究氯胺酮在家兔体内的分布情况. 方法 按150 mg/kg剂量给予实验家兔盐酸氯胺酮溶液, 灌胃, 30 min后处死. 样品用乙酸乙酯萃取后, 气相色谱/质谱联用法(GC/MS)对家兔体液和组织中的氯胺酮进行定性分析, 气相色谱法定量分析. 结果 急性中毒家兔体液和组织中氯胺酮浓度大小依次是: 尿>肝>胆汁>肾>血>脾>心>肺>脑. 结论 肾、胆是氯胺酮的主要排泄途径, 对疑为口服氯胺酮中毒死亡的案件, 除血液外, 尿液、肾脏、肝脏及胆汁是毒物分析的最佳检材, 建立的提取检测方法可应用于氯胺酮滥用的分析和科学研究.

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_xtsfxyxb200301022.aspx

授权使用: 浙江大学(wfzjdx), 授权号: 78f6899d-2d74-4d8c-91a8-9db20185aa6e

下载时间: 2010年7月13日