

在线衍生化-气相色谱/质谱法测定人体毛发中 γ -羟基丁酸的含量

[背景] γ -羟基丁酸 (GHB), 又名4-羟基丁酸, 是一种天然神经递质和精神活性药物。GHB在美国已被作为“俱乐部药物”管控, 在新加坡被归类为A类管制药物, 而在我国被列为“毒品”。GHB的服食一般具有一次性、剂量小、效果强、体内含量低和新陈代谢快等特点, 尿液和血液中GHB的浓度在服食后8-12 h内就会降低至内源的浓度水平。而毛发具有易于收集、稳定、易于保存、检测时效长、能反映长期用药信息等优点, 不仅可以作为血液、尿液和其他生物检材的补充材料, 甚至成为提供证据的唯一手段。GHB分子的极性较大, 不易挥发, 因此毛发中的GHB需要经过消解、酸化、提取、酯化等复杂的样品前处理步骤, 才能进行GC/MS分析。在本技术报告中, THM-GC/MS法用于分析人体毛发中GHB的含量, 无需大量的毛发和复杂的前处理过程。

[方法] 多功能热裂解器(EGA/PY-3030D)直接连接到GC/MS装置的GC进样口, 形成Py-GC/MS系统。称取0.30 mg洗涤剪碎的毛发, 放到热裂解样品杯中, 用微量进样器加入2 μ L 25 wt%四甲基氢氧化铵 (TMAH), 将样品杯自由落体进入到设定为500 $^{\circ}$ C的裂解炉中, 样品中的GHB与TMAH在高温下瞬间反应生成相应的甲基化产物, 通过GC/MS进行分离分析。

[结果] GHB的衍生化色谱图如图Fig. 1所示。在本方法中, GHB的线性范围为2-200 ng/mg, 线性相关系数为0.9997, 检出限和定量限分别为0.3 ng/mg和1.0 ng/mg。方法的精密度和加标回收率分别在1.99-7.86 %和98.5-117.4 %之间。该方法成功分析了1例阳性毛发样本(如图Fig. 2所示)和3例阴性毛发样本。结果表明, 阳性样本中GHB的总含量为7.7 ng/mg, 内源性含量为2.8 ng/mg, 阴性样本中GHB的含量为0-3.7 ng/mg。检出结果与离线硅烷化-GC/MS法的测定结果一致。

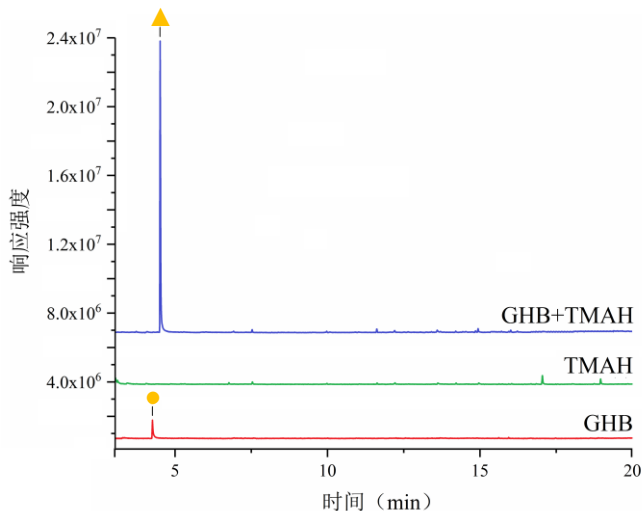


Fig. 1 GHB、TMAH和GHB与TMAH 衍生化反应的总离子流图。
峰标记为 (●) GHB, (▲) γ -羟基丁酸甲酯。

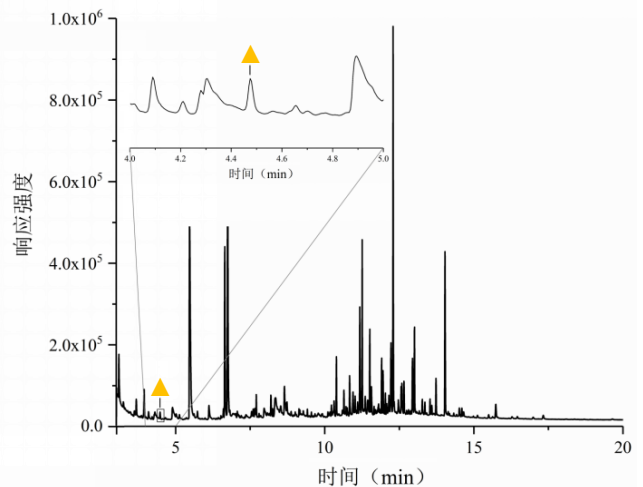


Fig. 2 阳性毛发中GHB (m/z 59) 的选择离子流图。
峰标记为 (▲) γ -羟基丁酸甲酯。

热裂解炉温度: 500 $^{\circ}$ C, GC进样口温度: 300 $^{\circ}$ C, GC柱箱温度: 50 $^{\circ}$ C (10 $^{\circ}$ C/min) - 100 $^{\circ}$ C (25 $^{\circ}$ C/min) - 300 $^{\circ}$ C (保持10 min)
分流比: 30:1, 分离柱: RtX-5MS (5%联苯-95%聚二甲基硅氧烷), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μ m
载气线速度: 36.3 cm/s (He), 传输线温度: 300 $^{\circ}$ C, 离子源温度: 230 $^{\circ}$ C, 质谱扫描模式: SIM, 选择离子 m/z : 59, 74和101

参考: Y. Liu, Y. Fan, Z. Huang, H. Liu, L. Wang, Z. Shen, I. Watanabe, *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, 151 (2020) 104920.

Keywords: 在线衍生化-气相色谱/质谱法, 人体毛发, γ -羟基丁酸, 四甲基氢氧化铵

使用产品: 多功能热裂解器

应用领域: 人体毛发中的毒品分析

关联的技术笔记:

如有任何查询, 请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发·制造

Frontier Laboratories Ltd.

Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102

www.frontier-lab.com