

司法鉴定技术规范

SF/Z JD0107005-2010

血液、尿液中 154 种毒(药)物的检测 液相色谱-串联质谱法

2010-04-07 发布

2010-04-07 生效

中华人民共和国司法部
司法鉴定管理局 发布

前 言

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由中华人民共和国司法部司法鉴定科学技术研究所提出。

本标准由中华人民共和国司法部归口。

本标准起草单位：中华人民共和国司法部司法鉴定科学技术研究所。

本标准主要起草人：向平、卓先义、沈敏、沈保华、刘伟、卜俊、马栋、严慧。

血液、尿液中 154 种毒(药)物的检测

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了血液和尿液中 154 种毒(药)物（见附录 A）的液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)检测方法。

本标准适用于血液和尿液中154种毒(药)物的筛选分析、定性和定量分析。

本标准血液中154种毒(药)物测定方法检出限为1-10ng/mL（见附录A）。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682-2008, ISO 3696: 1987, MOD)

GA/T 122 毒物分析名词术语

3 原理

本法利用154种常见毒(药)物可在中性、碱性条件下被有机溶剂从血、尿中提取出来的特点，用液相色谱-串联质谱法的多反应监测(MRM)模式进行检测，以保留时间、一对母离子/子离子对进行筛选分析；以保留时间和两对母离子/子离子对进行定性和定量分析。

4 试剂和材料

除另有规定外，试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 154 种毒(药)物对照品溶液的制备

分别精密称取各种毒(药)物对照品适量，用甲醇配成 1mg/mL 的对照品储备溶液。置于 -18°C 冷冻保存，保存期为 1 年。试验中所用其它浓度的标准溶液均从上述储备液稀释而得，储存在 4°C 冰箱中，保存期为 6 个月。

4.2 硼砂缓冲液

pH9.2。

4.3 乙醚。

4.4 乙腈

色谱纯。

4.5 乙酸胺

色谱纯。

4.6 甲酸

优级纯。

4.7 流动相缓冲液

20mmol/L 乙酸铵和 0.1%甲酸缓冲液：分别称取 1.54g 乙酸铵和 1.84g 甲酸置于 1000mL 容量瓶中，加水定容至刻度，pH 值约为 4。

5 仪器

5.1 液相色谱-串联质谱联用仪

配有电喷雾离子源。

5.2 分析天平

感量0.1mg。

5.3 旋涡混合器。

5.4 离心机。

5.5 恒温水浴锅。

5.6 移液器。

5.7 具塞离心试管。

6 测定步骤

6.1 样品预处理

取血液或尿液 1mL，加入 2mL pH9.2 硼砂缓冲液后用 3.5mL 乙醚提取，混旋，离心。上清液于 60°C 水浴中挥干，残留物中加入 100 μ L 乙腈:流动相缓冲液(70: 30)进行溶解，取 5 μ L 注入 LC-MS/MS。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱-串联质谱条件

- a) 液相柱：Allure PFP Propyl 100mm \times 2.1mm \times 5 μ m 或相当者，接 C₁₈ 保护柱；
- b) 柱温：室温；
- c) 流动相：V(乙腈): V(流动相缓冲液)=70: 30；
- d) 流速：200 μ L/min；
- e) 进样量：5 μ L；
- f) 离子源：电喷雾电离-正离子模式(ESI+)；
- g) 检测方式：多反应监测；
- h) 去簇电压(DP)、碰撞能量(CE)等参数见附录 A。

6.2.2 筛选分析

筛选分析选取毒(药)物的一对母离子/子离子。离子驻留时间(Dwell Time)为 5-10 ms，总循环时间 2s。如果检出的色谱峰保留时间与附录 A 中某种常见毒(药)物的色谱峰保留时间比较，相对误差小于 5%，且与空白检材添加该种对照品的色谱峰保留时间比较，相对误差小于 2.5%，可以初步认为检材中含有某种常见毒(药)物，并进行确证分析。

确证分析选取毒(药)物的两对母离子/子离子（见附录 A），离子驻留时间为 200 ms。如果检出的色谱峰保留时间与空白检材添加对照品的色谱峰保留时间比较，相对误差小于 2%，

并且在扣除背景后的样品质谱图中,均出现所选择的离子对,而且所选择的离子对相对丰度比与添加对照品的离子对相对丰度比之相对误差不超过表 1 规定的范围,则可判断样品中存在这种化合物。

表 1 相对离子对丰度比的最大允许相对误差(%)

相对离子对丰度比	≥50	20~50	10~20	≤10
允许的相对误差	±20	±25	±30	±50

6.2.3 定量测定

采用外标-校准曲线法或单点法定量。用相同基质空白添加适量目标物对照品制得一系列校准样品,以目标物的第 1 个母离子/子离子对峰面积对为纵坐标,添加浓度为横坐标绘制校准曲线,用校准曲线对检材进行定量。添加浓度应覆盖检材浓度范围。当空白检材中添加目标物浓度在检材中目标物浓度的±50% 以内时,可采用单点校准法来计算目标化合物的浓度。

6.3 平行试验

样品应按以上步骤同时平行测定两份。

平行试验中两份检材测定结果的双样相对相差若不超过 20% 时(腐败检材不超过 30%),结果按两份检材浓度的平均值计算。双样相对相差按式 (1) 计算:

$$\text{双样相对相差 (\%)} = \frac{|C_1 - C_2|}{\bar{C}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C_1 、 C_2 ——两份样品平行定量测定的结果;

\bar{C} ——两份样品平行定量测定结果的平均值 $(C_1 + C_2) / 2$ 。

6.4 空白试验

除以相同基质空白替代检材外,均按上述步骤进行。

7 结果计算

以外标-校准曲线法或按式 (2) 计算:

$$C = \frac{A_1 \times W}{A_2 \times W_1} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C ——被测样品中毒(药)物浓度 C ($\mu\text{g/mL}$);

A_1 ——检材中目标物的峰面积;

A_2 ——空白检材中添加目标物的峰面积;

W ——空白检材中目标物的添加量 (μg);

W_1 ——检材量 (mL)。

附 录 A
(资料性附录)

154 种毒药物的 LC-MS/MS 分析参数

表 A 154 种毒药物的 LC-MS/MS 分析参数

目标物名称	母离子/子离子对		DP (V)	CE(1) (eV)	Rt (min)	LOD (ng/mL)
	(1)	(2)				
去甲麻黄碱 norephedrine	134.2/115.1	134.2/91.1	70	31	3.85	0.1
苯丙胺 amphetamine	136.1/119.1	136.1/91.1	40	21	5.12	0.1
甲胺磷 methamidophos	142.1/94	142.1/112.1	60	20	1.36	10
甲基苯丙胺 methamphetamine	150.1/119.1	150.1/91.1	30	16	6.07	0.1
苯丁胺 phentermine	150/91.1	150/133.3	20	27	6.11	0.1
苯丙醇胺 phenylpropanolamine	152.1/134.3	152.1/117.2	40	16	3.9	10
扑热息痛 acetaminophenol	152.3/110.2	152.3/93	50	21	1.4	1
尼古丁 nicotine	163.2/130.2	163.2/117.1	30	30	4.59	0.1
灭多威 methomyl	163.2/88.0		30	20	1.43	1
速灭威 metolcarb	166.1/109.1	166.1/81.1	50	19	1.99	0.1
麻黄碱 ephdrine	166.1/148.1	166.1/133.1	40	18	4.65	0.1
匹莫林 pemoline	177.0/106		20	20	1.37	1
可铁宁 cotinine	177.2/101.2	177.2/80.2	30	11	1.73	0.1
尼克刹米 nikethamide	179.3/108.1	179.3/72.1	65	26	1.77	0.1
MDA	180.1/163.1	180.1/135.1	40	15	5.01	0.1
美西律 mexiletine	180.2/58.2	180.2/163.3	50	22	7.02	0.1
茶碱 theophylline	181.1/124.0	181.1/96	50	20	1.28	1
乙酰甲胺磷 acephate	184/143.1	184/125.1	55	12	2.23	1
爱康宁 ecognine	186.2/168.3	186.2/82.2	57	25	1.3	1
叶蝉散 isoprocarb	194.1/137.2	194.1/152	55	13	2.23	0.1
BDB	194.2/135.3	194.2/177.2	50	19	5.81	0.1
MDMA	194.2/163.4	194.2/135.3	35	18	5.93	0.1
咖啡因 caffeine	195.2/138.2	195.2/110	50	29	2.86	0.1
爱康宁甲酯 ecognine ester	200.2/182.2	200.2/82.2	52	25	3.83	1
西维因 carbaryl	202.1/145.2	202.1/117.1	50	14	2.2	0.1
MDE	208.2/163.3	208.2/135.3	50	19	6.81	0.1
MBDB	208.3/177	208.3/135.3	50	15	6.88	0.1
氧乐果 omethoate	214/155.1	214/183.1	50	22	1.36	1
眠尔通 meprobamate	219.2/158.2	219.2/97	50	12	1.49	0.1

扑米酮 primidone	219.2/162.3	219.2/119.2	55	17	1.41	10
MDPA	222.2/163.3	222.2/135.3	50	19	8.3	0.1
呋喃丹 furadan	222.2/165.2	222.2/123	50	17	2.01	0.1
敌敌畏 dichlorvos	223.1/127.1	223.1/109.1	60	23	2.17	0.1
久效磷 monocrotophos	224.1/127.1	224.1/193.1	50	20	1.46	0.1
去甲氯胺酮 norketamine	224.1/207.1	224.1/125.1	40	19	3.54	0.1
阿米洛利 amiloride	230.1/171	230.1/212.4	60	24	4	1
乐果 dimethoate	230/199	230/171.1	45	13	1.67	0.1
萘普生 naproxen	231.2/185.4	231.2/170.3	60	20	2.44	10
可乐定 clonidine	232.1/162.3	232.1/215.2	60	48	6.07	10
芬氟拉明 fenflutamine	232.2/159.3	232.2/187.3	20	32	10.38	0.1
氨基比林 Aminophenazone	232.3/111.2	232.3/98.1	50	21	2.11	1
去甲度冷丁 normeperidine	234.2/160.3	234.2/91.1	75	23	8.32	0.1
利多卡因 lidocaine	235.2/86.3	235.2/101.2	35	28	6.65	0.1
普鲁卡因 procaine	237.2/100.2	237.2/164.4	50	22	5.37	10
卡马西平 Carbamazepine	237.3/194.3	237.3/192.3	60	26	1.76	0.1
氯胺酮 ketamine	238.1/179.1	238.1/125.1	40	25	5.3	0.1
抗蚜威 pirimicarb	239.1/72	239.1/182.1	50	20	2.74	0.1
舒喘宁 salbutamol	240.1/148.2	240.1/222.2	50	26	3.07	10
氯胺酮-d ₄ ketamine-d ₄	242.2/183.1	242.2/129.2	40	26	5.31	0.1
度冷丁 meperidine	248.3/220.3	248.3/174.1	50	30	8.49	0.1
7-氨基硝基安定 7-aminonitrazepam	252.2/121.1	252.2/146.2	80	37	1.5	1
奥卡西平 oxcarbazepine	253.0/235.9	253.0/208.1	70	19	1.74	0.1
西米替丁 cimetidine	253.2/159.3		70	20	2.57	1
三氨蝶啶, triamterene	254.0/237	254.0/104	60	37	4.03	1
拉莫三嗪 lamotrigine	256.1/211.2	256.1/145.1	50	35	9.82	0.1
苯海拉明 diphenhydramine	256.2/167.2	256.2/165.2	30	17	12	0.1
敌百虫 trichlorfon	259.3/223	259.3/127.1	60	16	1.5	0.1
肌安宁 Carisoprodol	261.3/200.2	261.3/97.1	50	23	1.8	1
甲拌磷 phorate	261/75.1	261/244.3	40	17	1.5	1
甲基对硫磷 parathion-methyl	264.1/125	264.1/232	60	30	4.03	10
去甲替林 nortriptyline	264.2/233.1	264.2/191.3	50	20	0.28	10
曲马多 Tramadol	264.2/58	264.2/246.2	50	37	7.4	0.1
丁卡因 tetracaine	265.2/176.2	265.2/220.4	50	30	9.03	10
阿替洛尔 atenolol	267.2/145.2	267.2/190.3	60	38	2.76	10

去甲安定 nordiazepam	271.2/140.2	271.2/208.1	70	36	2.04	1
美沙芬 dexmethorphanum	272.3/147.2	272.3/213.3	60	42	11.34	0.1
布桂嗪, bucinnazine	273.2/117.1	273.2/155.2	60	25	5.47	1
扑尔敏 chlorpheniramine	275.2/230.1	275.2/167.1	50	22	9.54	0.1
去氢替林 cyclobenzaprine	276.3/216.3	276.3/231	50	34	1.83	0.1
克仑特罗 clenbuterol	277.2/203.1	277.2/259.1	60	23	6.79	0.1
杀螟松 fenitrothion	278.1/124.9	278.1/246.2	76	30	1.5	1
阿米替林 amitriptyline	278.2/191.3	278.2/233.3	60	35	2.84	1
EDDP	278.2/234.3	278.2/249.3	70	41	9.82	1
多虑平 doxepin	280.3/107.2	280.3/220.2	50	31	12	0.1
丙咪嗪 imipramine	281.3/86.2	281.3/208.2	50	24	4.93	0.1
硝基安定 nitrazepam	282.2/236.2	282.2/180.2	70	32	1.89	1
酚妥拉明 phentolamine	282/212.3	282/239.5	60	20	6.96	10
7-氨基氟硝安定 7-aminoflunitrazepam	284.2/135.2	284.2/226.2	80	39	1.7	0.1
安定 diazepam	285.1/193.3	285.1/154.1	80	45	2.51	0.1
异丙嗪 promethazine	285.2/86.1	285.2/198.1	55	25	9.57	0.1
吗啡 morphine	286.1/201.2	286.1/165.3	80	36	3.08	0.1
7-氨基氯硝西洋 7-aminoclonazepam	286.1/222.2	286.1/250.1	60	34	1.5	0.1
氢吗啡酮 hydromorphone	286.2/185.3	286.2/199.1	85	40	5.2	1
去甲氧安定 demoxepam	287.1/269.3	287.1/180.2	70	38	1.92	1
羟基安定 oxazepam	287.2/241.2	287.2/269.3	50	31	1.77	1
异稻瘟净 iprobenfos	289/91.1	289/205.1	60	66	2.82	0.1
阿托品 atropine	290.3/124.1	290.3/93.1	85	34	4.68	0.1
对硫磷 parathion	292.1/236	292.1/264	60	21	4.03	10
艾司唑仑 estazolam	295.2/267.3	295.2/205.2	70	34	2.09	1
尼美西洋 nimetazepam	296.1/250.2	296.1/222.1	70	36	2.22	0.1
去甲氟西汀 norfluoxetine	296.2/134.2	296.2/134.2	60	10	11.38	10
喹硫磷 quinalphos	299.1/163.2	299.1/243.2	50	29	3.62	1
可待因 codeine	300.2/199.2	300.2/165.3	80	40	4.01	0.1
二氢可待因酮 hydrocodone	300.2/199.2	300.2/171.3	80	40	5.2	0.1
甲羟安定 temazepam	301.2/255.2	301.2/283.1	70	36	1.21	0.1
杀扑磷 methidathion	303.1/145	303.1/85.1	50	15	3.19	0.1
可卡因 cocaine	304.1/182.2	304.1/150.2	60	28	10.08	0.1
东莨菪碱 scopolamine	304.3/138.3	304.3/156.3	60	31	4.17	10
二嗪农 diazinon	305.1/169.2	305.1/153.1	60	29	3.69	1
珊特拉林 sertraline	306.2/275.1	306.2/159.2	80	17	3.19	10
左吡登 zolpidem	308.1/235.1	308.1/263.2	40	53	4.12	0.1

阿普唑仑 alprazolam	309.1/281.1	309.1/274.2	80	33	2.62	0.1
美沙酮 methadone	310.2/265.2	310.2/105.1	50	22	6.84	0.1
大麻酚 CBN	311.2/223.2	311.2/293.1	60	29	6.92	10
蒂巴因 thebaine	312.2/58.2	312.2/266.2	60	38	6.94	0.1
奥氮平 olanzapine	313.1/255.9	313.1/84.1	70	32	8.86	0.1
氟硝安定 flunitrazepam	314.2/268.3	314.2/239.3	85	35	2.2	0.1
乙基吗啡 ethylmorphine	314.3/229.3	314.3/165.4	80	36	4.42	10
四氢大麻酚 THC	315.2/193.2	315.2/259.2	60	32	6.78	10
大麻二酚 CBD	315.2/193.2	315.2/105.2	60	32	4.45	10
氯硝安定 clonazepam	316.2/270.1	316.2/214.1	75	36	1.89	0.1
羟可待酮 oxycodone	316.2/298.1	316.2/241.1	80	27	4.4	0.1
泰尔登 chlorprothixene	316.3/271.2	316.3/231.1	65	27	7.46	10
溴西洋 bromazepam	317.1/183.3	317.1/210.2	60	43	2.1	1
CE cocaethylene	318.2/196.2	318.2/150.2	61	26	11.94	10
氯丙嗪 chlorpromazine	319.3/86.2	319.3/246.2	60	30	18.5	1
稻丰散 phenthoate	321.1/247.2	321.1/163.1	60	15	3.9	1
劳拉西洋 lorazepam	321.1/275.1	321.1/303.1	60	30	1.73	0.1
治螟磷 sulfotep	323.1/171.1	323.1/295.2	60	20	4.1	1
α -羟基阿普唑仑 α -hydroxyalprazolam	325.2/297.2	325.2/279.2	90	35	1.77	1
咪哒唑仑 midazolam	326.2/291.4	326.2/244.2	65	37	4.09	0.1
氯氮平 clozapine	327.3/270.1	327.3/296.3	75	32	9	0.1
单乙酰吗啡 6-acetylmorphine	328.1/211.3	328.1/165.3	90	36	4.24	0.1
纳络酮 naloxone	328.3/310.1	328.3/253.2	60	27	3.71	0.1
帕罗克赛 paroxetine	330.3/192.3	330.3/70.1	60	28	10.41	1
马拉硫磷 malathion	331.1/127.1	331.1/99.1	60	18	1.83	0.1
胺菊酯 tetramethrin	332.4/164.4	332.4/135.3	60	34	4.49	0.1
咳必清 carbetapentane	334.4/100.1	334.4/145.3	60	33	4.15	1
芬太尼 fentanyl	337.2/188.3	337.2/105.2	70	31	10.59	0.1
法莫替丁 famotidine	338.2/189.3	338.2/259	60	27	2.21	10
罂粟碱 papaverine	340.1/202.2	340.1/202.2	60	37	4.19	0.1
右丙氧芬 propoxyphene	340.2/266.2	340.2/324.3	30	12	2.79	1
坎利酮 canrenone	341.2/107.1	341.2/187.2	70	30	2.63	1
羟基咪哒唑仑 hydroxymidazolam	342.0/324.2	342.0/203	70	29	3.1	1
舒必利 sulpiride	342.1/112.2	342.1/214.2	60	35	4.17	10
乙酰可待因 acetylcodeine	342.2/225.2	342.2/165.3	85	35	6.3	0.1
三唑仑 triazolam	343.2/308.2	343.2/315.2	80	36	2.42	0.1
萝巴新 raubasine	353.2/144.1	353.2/210.2	70	37	8.54	1

消炎痛 indomethacin	358.2/139.3	358.2/174.2	70	26	3.13	10
α -羟基三唑仑 α -hydroxytriazolam	359.2/331.2	359.2/176.1	80	38	1.73	0.1
伏杀磷 phosalone	370.1/184.1	370.1/324.1	70	20	0.97	0.1
海洛因 heroin	370.2/268.2	370.2/165	90	38	5.91	0.1
曲唑酮 trazodone	372.2/176.2	372.2/148.3	60	34	6.13	0.1
氟哌啶醇 haloperidol	376.2/165.4	376.2/358.2	60	33	1.58	0.1
氟安定 flurazepam	388.2/315.2	388.2/288.1	65	32	10.13	0.1
洛贝林 lobelonum	388.2/96	388.2/216.3	60	30	14.7	1
奋乃静 perphenazine	404.2/171.3	404.2/143.2	60	33	13.2	10
三氟拉嗪 trifluoperazine	408.4/195.3	408.4/133.3	40	19	2.23	0.1
利培酮 risperidone	411.2/191.4		80	43	7.1	1
那可汀 norcotine	414.2/220.3	414.2/353.2	60	32	4.52	0.1
哌氟酰胺 flecanide	415.1/398.1	415.1/301.2	70	33	10.5	1
西沙比利 cisapride	466.2/184.2	466.2/234.1	75	38	12.53	1
丁丙诺啡 buprenorphine	468.1/396	468.1/187.2	110	52	9.96	10
伟哥 vagra	475.0/58.1	475.0/100.1	80	60	4.16	1
阿米三嗪 almitrine	478.1/203.0	478.1/234.2	60	43	10.92	1