

采用睿科 Fotector Plus 全自动固相萃取仪分析血液、尿液、饮料中的安眠药

摘要

常见安眠药（包括巴比妥类、苯二氮卓类、吩噻嗪类药物等）是刑事化验经常需要进行筛选检验的药物，本方法采用睿科 Fotector Plus 和 Waters HLB 固相萃取柱建立了 SPE 柱提取血液、尿液和饮料中的 9 种常见安眠药的自动固相萃取方法。该方法操作简便，提取回收率高，完全可以用于实际办案中。

简介

在刑事化验工作中，经常会遇到安眠药筛选检验，因为各种安眠药经常被犯罪分子用于麻醉抢劫、麻醉凶杀等。对于常见安眠药的提取检验，普遍采用的液-液提取法需根据药物的性质，在酸、碱条件下分别萃取净化，操作费时而且耗费大量有机溶剂。相对液-液萃取法而言，固相萃取法操作简便，所用溶剂少，回收率高，净化效果好，是很有前景的检材前处理方法。本文采用 Waters HLB 萃取柱，睿科 Fotector Plus 全自动固相萃取仪进行提取，气质联用仪进行定性定量，建立了血液、尿液和饮料中的 9 种常见安眠药的自动固相萃取检测。

仪器与耗材

睿科 Fotector Plus 全自动固相萃取仪，气质联用仪 Agilent 7890A/5975C。

Waters HLB (60mg/3mL)，甲醇、乙醇、三氯甲烷均为分析纯试剂。实验用水直接使用自来水。

磷酸盐缓冲液 (PH=6, 称 Na₂HPO₄·2H₂O 4.38g 和 NaH₂PO₄·H₂O 24.21g 用超纯水溶解，定容成 1000mL)

实验方法

取样品 2mL 于离心管中，加入 pH=6 缓冲液 10mL，超声 5min，5000r/min 离心 15min，将上清液置于样品瓶中，HLB 柱装在全自动固相萃取仪上，按图 1 进行固相萃取。洗脱液浓缩至 1mL，供 GC/MS 检测。

图 1 Fotector Plus 固相萃取程序

No	Command	Solvent	Output	Push speed	Volume	Time
1	Condition	二氯甲烷	Waste1	2	3	1.5
2	Condition	甲醇	Waste1	2	3	1.5
3	Condition	磷酸缓冲液...	Waste2	2	3	1.5
4	Sample loading		Waste2	1	12	12
5	Vials washing	磷酸缓冲液...	Waste2	30	2	0.1
6	Air push		Waste2	20	20	1
7	Dry					1
8	Syringe washing	甲醇		10	2	0.2
9	Syringe washing	三氯甲烷		10	2	0.2
10	Elute	三氯甲烷	Collector	1	4	4
11	Air push		Collector	10	5	0.5
12	End					
13						

实验结果与讨论

1. 9 种安眠药的全扫描图 (图 2)

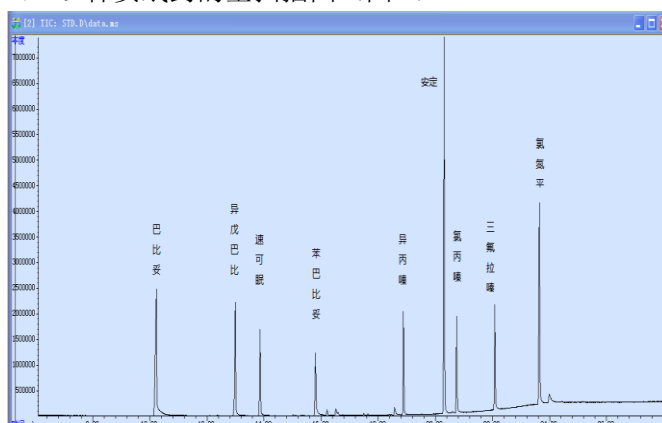


图 2 9 种安眠药标准品(20μ g/mL)的全扫描图

2. 在 5μ g/mL 的加标水平下，样品经过前处理提取，萃取后，用 Fotector Plus 净化，9 种安眠药血液中的回收率在 70.7%~87.2% 之间，RSD<10.1% (n=3)，尿样中的回收率在 73.8~105% 之间，RSD=6.7% (n=3)，饮料中的回收率在 75%~109.1% 之间，RSD<10.0% 完全满足公安系统检测对回收率的要求，回收率如表 1 所示：

表 1 加标回收率 (%)

化合物	血液		尿样		饮料	
	Avg	RSD	Avg	RSD	Avg	RSD
巴比妥	71.6	10.1	77.4	5.4	75.0	10.0
异戊巴比妥	70.7	3.4	105.0	5.3	109.1	9.9
速可眠	87.2	3.9	92.3	5.2	96.2	8.1
苯巴比妥	81.1	8.8	98.5	6.7	92.9	6.4
异丙嗪	79.5	7.3	73.8	0.8	85.3	3.1
安定	75.4	1.9	102.6	1.9	102.1	7.9
氯丙嗪	77.3	4.5	99.4	1.3	103.4	5.9
三氟拉嗪	74.2	2.5	97.5	0.2	99.0	7.2
氯氮平	86.3	6.3	91.5	0.3	102.2	6.6

3. 从上述数据来看，血液中的安眠药由于基质较为复杂，所以对回收率的影响较大，受害人在死亡后，血液会发生凝固后自溶的现象，是大量的血细胞碎片在血清中，对分析结果造成影响，而饮料与尿液样品则基质相对简单，对回收率的影响较小，总体来说本方法是适用于血液、尿液、饮料中的安眠药的检测。
4. 液液萃取与固相萃取比较（图三）：从回收率加过来说，液液萃取对苯二氮杂卓类安眠药与吩噻嗪类安眠药的回收率比固相萃取要好，而对于巴比妥类的回收率来说，固相萃取要优于液液萃取，且苯二氮杂卓类安眠药与吩噻嗪类安眠药的回收率也能够满足检测的要求，这是因为巴比妥类安眠药是呈较强的酸性，而苯二氮杂卓类安眠药与吩噻嗪类安眠药是弱碱性，本实验在 PH=6 的条件下进行，巴比妥类安眠药容易解离成离子状态而无法被萃取，因此对于多种类别的安眠药同时检测的情况下，固相萃取方法要优于液液萃取方法，同时液液萃取会萃取出大量的胆固醇，影响到后续的分析。

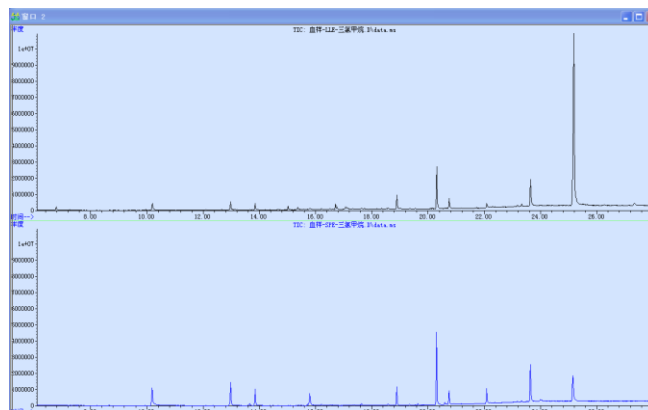


图 3. 血液基质液液萃取与固相萃取比较

结论

采用 Waters HLB 萃取柱，通过睿科 Fotector Plus 全自动固相萃取仪和气质联用仪，对血液、尿液、饮料中的 9 种安眠药的检测，可取得较好的结果，完全适用于公安系统实际办案中。