

# SF

## 中华人民共和国司法行政行业标准

SF/T 0116—2021  
代替 SF/Z JD0107004—2016

---

### 血液、尿液中苯丙胺类兴奋剂、哌替啶和 氯胺酮的检验方法

Determination of amphetamine-type stimulants, meperidine and ketamine in blood  
and urine

2021 - 11 - 17 发布

2021 - 11 - 17 实施

---

中华人民共和国司法部 发布



## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 原理 .....	1
5 试剂、仪器和材料 .....	1
6 定性分析 .....	2
7 定量分析 .....	4
8 分析结果评价 .....	6
附录 A（资料性） 血液和尿液中 AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮的检出限 .....	7

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替SF/Z JD0107004—2016《生物检材中苯丙胺类兴奋剂、哌替啶和氯胺酮的测定》，与SF/Z JD0107004—2016相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了免疫筛选法（见2016年版的第一篇）；
- b) 删除了免疫筛选法和毛发检验表述（见2016年版的第1章）；
- c) 删除了毛发提取（见2016年版的10.1.3和16.1.3）；
- d) 增加了控制样品（见6.1.2）；
- e) 增加了分析结果评价（见第8章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由司法鉴定科学研究院提出。

本文件由司法部信息中心归口。

本文件起草单位：司法鉴定科学研究院。

本文件主要起草人：刘伟、卓先义、向平、沈保华、卜俊、严慧。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2010年首次发布为SF/Z JD0107004—2010，2016年第一次修订；

——本次为第二次修订。

# 血液、尿液中苯丙胺类兴奋剂、哌替啶和氯胺酮的检验方法

## 1 范围

本文件描述了血液、尿液中苯丙胺(AMP)、甲基苯丙胺(MAMP)、3,4-亚甲二氧基甲基苯丙胺(MDMA)、3,4-亚甲二氧基苯丙胺(MDA)、哌替啶和氯胺酮的气相色谱-质谱和液相色谱-串联质谱的检验方法,包括原理、试剂、仪器和材料、定性分析、定量分析以及分析结果评价。

本文件适用于血液、尿液中AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮的定性定量分析,其它检材中AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮的定性定量分析参照使用。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GA/T 122 毒物分析名词术语

## 3 术语和定义

GA/T 122界定的术语和定义适用于本文件。

## 4 原理

血液、尿液中的苯丙胺类兴奋剂、哌替啶和氯胺酮,在碱性条件下用有机溶剂提取和净化后,用气相色谱-质谱法和液相色谱-串联质谱法进行检测,经与平行操作的空白样品和添加样品比较,以保留时间、特征离子(对)和离子(对)丰度比进行定性分析;以定量离子(对)峰面积为依据,采用外标法进行定量分析。

## 5 试剂、仪器和材料

### 5.1 试剂

气相色谱-质谱法试验用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水,液相色谱-串联质谱法试验用水应符合 GB/T 6682 中规定的一级水。除另有说明外,在分析中使用的试剂均为分析纯,试剂包括:

- a) 10%氢氧化钠溶液;
- b) 0.1mol/L 盐酸溶液;
- c) 丙酮;
- d) 乙醚;
- e) 甲醇: HPLC 级;
- f) 乙腈: HPLC 级;
- g) 乙酸铵: HPLC 级;
- h) 50%甲酸溶液: HPLC 级;
- i) 20mmol/L 乙酸铵(含 0.1%甲酸): 分别称取乙酸铵 1.54g 和移取 50%甲酸溶液 2mL 置于 1000mL 容量瓶中,加水定容至刻度, pH 值约为 4;
- j) 混合溶液[乙腈:20mmol/L 乙酸铵溶液(含 0.1%甲酸) (7:3, v/v)];
- k) 标准物质溶液;

- 1) AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮标准物质储备液：分别取 AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮，精密称取适量，用甲醇配成 1.0mg/mL 的标准储备液。密封，置于冰箱中冷冻保存，有效期为 12 个月；
- 2) AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮标准物质工作液：试验中所用其它浓度的标准物质工作液均由符合 5.1 k) 1) 的标准物质储备液用甲醇稀释而得。密封，置于冰箱中冷藏保存，有效期为 3 个月。

## 5.2 仪器和材料

仪器和材料包括：

- a) 气相色谱-质谱仪 (GC-MS)：配有电子轰击源 (EI)；
- b) 液相色谱-串联质谱仪 (LC-MS/MS)：配有电喷雾离子源 (ESI)；
- c) 电子天平：分度值  $\leq 0.1\text{mg}$ ；
- d) 涡旋振荡器；
- e) 离心机：转速 4000r/min；
- f) 恒温水浴锅；
- g) 移液器；
- h) 具塞离心试管。

## 6 定性分析

### 6.1 样品前处理

#### 6.1.1 案件样品

##### 6.1.1.1 尿液样品

取尿液 2mL 置于 10mL 具塞离心试管中，用 10%氢氧化钠溶液调至  $\text{pH}>11$ ，用乙醚 3mL 提取，涡旋混合、离心，转移有机层至另一离心管中，约 60°C 水浴中挥干，残留物用甲醇 50 $\mu\text{L}$  复溶（供气相色谱-质谱仪分析）或混合溶液 [乙腈:20mmol/L 乙酸铵溶液（含 0.1%甲酸）（7:3, v/v）]100 $\mu\text{L}$  复溶（供液相色谱-串联质谱仪分析）。

##### 6.1.1.2 血液样品

取血液 2mL 置于 10mL 具塞离心试管中，加入 10%氢氧化钠溶液 0.2mL，用乙醚 3mL 提取，然后按照 6.1.1.1 方法操作。

##### 6.1.2 控制样品

取等量相同基质空白样品两份，一份作为空白样品，一份添加 MAMP 标准物质工作液，制得 0.2 $\mu\text{g/mL}$  添加样品，与案件样品平行操作。

若案件样品中出现 AMP、MDMA、MDA、哌替啶或氯胺酮可疑色谱峰，取空白样品，添加案件样品中出现的可疑目标物对照品，然后按照 6.1.1 方法操作。

## 6.2 仪器分析

### 6.2.1 仪器条件

#### 6.2.1.1 气相色谱-质谱仪参考条件

气相色谱-质谱仪参考条件如下，应用时可根据不同品牌仪器的实际情况进行调整。

- a) 色谱柱：DB-5MS 毛细管柱 (30m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 $\mu\text{m}$ ) 或其它等效柱；

注：DB-5MS 毛细管柱为 Agilent 公司产品的商品名称，给出这一信息是为了方便本文件的使用者，并不是表示对该产品的认可。如果其它等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

- b) 柱温：100°C 保持 1.5min，以 25°C/min 程序升温至 280°C，保持 15min；

- c) 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ ，流速：1.0mL/min；  
d) 进样口温度：250℃；  
e) 进样量：1 $\mu$ L；  
f) 电子轰击源：70eV；  
g) 四极杆温度：150℃；  
h) 离子源温度：230℃；  
i) 接口温度：280℃；  
j) 检测方式：全扫描；  
k) 质量范围：50m/z~500m/z；  
l) AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮的保留时间与特征离子见表1。

表1 AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮的保留时间与特征离子

化合物	保留时间 min	特征离子 m/z
AMP	4.3	44、91 <sup>a</sup> 、120
MAMP	4.7	58、91 <sup>a</sup> 、134
MDA	6.6	77、136 <sup>a</sup> 、179
MDMA	7.0	58、135 <sup>a</sup> 、193
哌替啶	8.0	71、172、247 <sup>a</sup>
氯胺酮	8.4	180 <sup>a</sup> 、209、152

<sup>a</sup>为定量离子。

#### 6.2.1.2 液相色谱-串联质谱参考条件

液相色谱-串联质谱参考条件如下，应用时可根据不同品牌仪器的实际情况进行调整。

- a) 色谱柱：Allure PFP Propyl 液相色谱柱(2.1mm $\times$ 100mm $\times$ 5 $\mu$ m)或其它等效柱，前接保护柱；  
注：Allure<sup>®</sup> PFP Propyl柱为Restek公司产品的商品名称，给出这一信息是为了方便本文件的使用者，并不是表示对该产品的认可。如果其它等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。  
b) 流动相：A为乙腈，B为20mmol/L乙酸铵溶液(含0.1%甲酸)，A:B=70:30；  
c) 流速：200 $\mu$ L/min；  
d) 柱温：室温；  
e) 进样量：5 $\mu$ 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(MRM)；  
h) 离子源电压(IS):5500V；  
i) 碰撞气(CAD)、气帘气(CUR)、雾化气(GS1)、辅助气(GS2)均为高纯氮气，使用前调节各气流流量以使质谱灵敏度达到检测要求；  
j) 去簇电压(DP)、碰撞能量(CE)应优化至最佳灵敏度；  
k) AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮的定性离子对、定量离子对、去簇电压(DP)、碰撞能量(CE)和保留时间见表2。

表2 AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮的定性离子对、定量离子对、去簇电压(DP)、碰撞能量(CE)和保留时间

化合物	定性离子对 m/z	去簇电压 V	碰撞能量 eV	保留时间 min
AMP	136.1/119.1 <sup>a</sup>	20	33	5.12
	136.1/91.1		26	
MAMP	150.1/119.1 <sup>a</sup>	30	16	6.07
	150.1/91.1		26	
MDMA	194.2/163.4 <sup>a</sup>	35	18	5.93
	194.2/105.0		29	

表 2 (续)

MDA	180.1/163.1 <sup>a</sup>	40	15	5.01
	180.1/135.1		28	
哌替啶	248.3/220.3 <sup>a</sup>	50	30	8.49
	248.3/174.1		30	
氯胺酮	238.1/179.1 <sup>a</sup>	40	25	5.3
	238.1/125.1		40	

<sup>a</sup> 为定量离子对。

### 6.2.2 进样

分别吸取案件样品、空白样品和添加样品提取液，按照 6.2.1 规定的条件进样分析。

### 6.3 记录

记录案件样品、空白样品和添加样品中可疑色谱峰的保留时间、特征离子（对）和离子（对）丰度比。方法检出限参见附录 A。

### 6.4 定性判断依据

#### 6.4.1 气相色谱-质谱法

以保留时间、特征离子和离子丰度比作为定性判断依据。

如果案件样品中出现目标物的定性离子的特征色谱峰，保留时间与添加样品中相应标准物质的色谱峰保留时间比较，相对误差在 $\pm 2\%$ 内，并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，且定性离子丰度比与添加样品的离子丰度比之相对误差不超过表 3 规定的范围，则可判定案件样品中存在该种目标物。

表3 离子丰度比的最大允许相对误差

单位为百分数（%）

离子丰度比	>50	>20~50	>10~20	$\leq 10$
允许的相对误差	$\pm 10$	$\pm 15$	$\pm 20$	$\pm 50$

#### 6.4.2 液相色谱-串联质谱法

以保留时间、特征离子对和离子对丰度比作为定性判断依据。

如果案件样品出现目标物的两对定性离子对的特征色谱峰，保留时间与添加样品中相应标准物质的色谱峰保留时间比较，相对误差在 $\pm 2.5\%$ 内，且定性离子对丰度比与添加样品的离子对丰度比之相对误差不超过表 4 规定的范围，则可判定案件样品中存在目标物成分。

表4 离子对丰度比的最大允许相对误差

单位为百分数（%）

离子对丰度比	>50	>20~50	>10~20	$\leq 10$
允许的相对误差	$\pm 20$	$\pm 25$	$\pm 30$	$\pm 50$

## 7 定量分析

### 7.1 分析方法

采用外标-工作曲线法或外标-单点法定量分析。

### 7.2 样品前处理

取案件样品两份，然后按照 6.1.1 的方法操作。



另取相同基质空白样品若干份，添加适量目标物，制得系列浓度或单点浓度的添加样品，与案件样品平行操作。

案件样品中目标物的浓度应在工作曲线的线性范围内。配制单点浓度的添加样品时，案件中目标物浓度应在单点浓度的±50%内。

### 7.3 仪器分析

#### 7.3.1 仪器条件

仪器条件应符合 6.2.1 的规定。

#### 7.3.2 进样

分别将案件样品、系列浓度的添加样品或单点浓度添加样品，按照 6.2.1 规定的条件进样分析。

### 7.4 记录与计算

#### 7.4.1 记录

记录案件样品、系列浓度的添加样品或单点浓度添加样品中目标物定量离子（对）的峰面积值，然后计算案件样品中目标物的含量。

#### 7.4.2 外标-工作曲线法

在系列浓度的添加样品中，以目标物峰面积值 ( $Y$ ) 为纵坐标、目标物的质量浓度 ( $C$ ) 为横坐标进行线性回归，得线性方程。

根据案件样品中目标物的峰面积值，按公式(1)计算出案件样品中目标物的含量。

$$C = \frac{Y - a}{b} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$C$ ——案件样品中目标物的含量，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$Y$ ——案件样品中目标物的峰面积值；

$a$ ——线性方程的截距；

$b$ ——线性方程的斜率。

#### 7.4.3 外标-单点校正法

根据案件样品和添加样品中目标物的峰面积值，按公式(2)计算出案件样品中目标物的含量。

$$C = \frac{A \times c}{A'} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

$C$ ——案件样品中目标物的含量，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$A$ ——案件样品中目标物的峰面积值；

$A'$ ——添加样品中目标物的峰面积值；

$c$ ——添加样品中目标物的含量，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )。

#### 7.4.4 计算相对相差

案件样品同时平行测定两份，双样相对相差按公式(3)计算：

$$RD = \frac{|C_1 - C_2|}{\bar{C}} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

式中：

$RD$ ——相对相差(%);

$C_1$ 、 $C_2$ ——两份案件样品平行定量测定的结果，单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$\bar{C}$ ——两份案件样品平行定量测定结果的平均值 $(C_1+C_2)/2$ ，单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

## 8 分析结果评价

### 8.1 定性分析结果评价

#### 8.1.1 阴性结果评价

阴性结果评价包括:

- a) 如果案件样品中未检出目标物，添加样品中检出目标物，则阴性结果可靠;
- b) 如果添加样品中未检出目标物，则阴性结果不可靠，应按照第6章规定重新提取检验。

#### 8.1.2 阳性结果评价

阳性结果评价包括:

- a) 如果案件样品中检出目标物且空白样品无干扰，则阳性结果可靠;
- b) 如果空白样品亦呈阳性，则阳性结果不可靠，应按照第6章规定重新提取检验。

### 8.2 定量分析结果评价

两份案件样品的相对相差不超过20%（腐败检材不超过30%）时，结果按两份案件样品的平均值计算，否则应重新测定。

## 附录 A

(资料性)

## 血液和尿液中 AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮的检出限

血液和尿液中 AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮的检出限见表 A.1。

表A.1 血液和尿液中 AMP、MAMP、MDMA、MDA、哌替啶和氯胺酮的检出限

样品	成分	GC-MS 检出限	LC-MS/MS 检出限
		$\mu\text{g/mL}$	$\mu\text{g/mL}$
血液	AMP	0.2	0.02
	MAMP	0.2	0.02
	MDMA	0.2	0.02
	MDA	0.2	0.02
	哌替啶	0.2	0.02
	氯胺酮	0.2	0.02
尿液	AMP	0.1	0.02
	MAMP	0.1	0.02
	MDMA	0.1	0.02
	MDA	0.1	0.02
	哌替啶	0.1	0.02
	氯胺酮	0.1	0.02