

ICS ×××××
CCS ×××××

DB44

广东省地方标准

DB44/T ××××—××××

常见易制毒化学品的气相色谱-质谱 定性检验方法

Examination method for Precursor Chemicals—
Gas chromatography-mass spectrometry

(征求意见稿)

××××—××—×× 发布

××××—××—×× 实施

广东省市场监督管理局 发布

目 次

目 次.....	I
前 言.....	II
常见易制毒化学品的气相色谱质谱定性检验方法.....	1
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 试剂和材料.....	1
5.1 试剂.....	1
5.2 材料.....	2
6 仪器和设备.....	2
7 定性分析.....	2
7.1 样品制备.....	2
7.2 仪器条件.....	2
7.3 进样.....	3
8 结果评价与表述.....	3
8.1 定性结果评价.....	3
8.2 结果表述.....	3
附录 A（资料性）18 种常见易制毒化学品基本信息.....	5
附录 B（资料性）18 种常见易制毒化学品相关图谱.....	7
附录 C（资料性）18 种常见易制毒化学品质谱特征离子汇总表.....	25

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。

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这些专利的责任。

本文件由广东省公安厅提出。

本文件由广东省市场监督管理局归口。

本文件起草单位：广东省毒品实验技术中心（国家毒品实验室广东分中心）、广东警官学院、广州市公安局禁毒支队。

本文件主要起草人：徐若沧、胡庆坤、高伟杰、黄楚舒、刘昕、陈宁、郭靖、刘娟、黄炜。

本文件系首次发布。

常见易制毒化学品的气相色谱-质谱定性检验方法

1 范围

本文件描述了甲苯、 γ -丁内酯、1-苯基-2-丙酮、苯乙腈、苯乙酸、黄樟素、3-氧-2-苯基丁腈、胡椒醛、麻黄素、1-苯基-2-溴-1-丙酮、邻氨基苯甲酸、 α -苯乙酰乙酸甲酯、3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮、邻氯苯基环戊酮、N-乙酰邻氨基苯酸、N-苯乙基-4-哌啶酮、羟亚胺、4-苯胺基-N-苯乙基哌啶等18种易制毒化学品的气相色谱-质谱（GC-MS）定性检验方法。

本文件适用于甲苯、 γ -丁内酯、1-苯基-2-丙酮、苯乙腈、苯乙酸、黄樟素、3-氧-2-苯基丁腈、胡椒醛、麻黄素、1-苯基-2-溴-1-丙酮、邻氨基苯甲酸、 α -苯乙酰乙酸甲酯、3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮、邻氯苯基环戊酮、N-乙酰邻氨基苯酸、N-苯乙基-4-哌啶酮、羟亚胺、4-苯胺基-N-苯乙基哌啶等18种易制毒化学品的定性分析。其他易制毒化学品可参照使用。

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 20001.4—2015 标准编写规则 第4部分：试验方法标准

GB/T 13966—2013 分析仪器术语

GA/T 122 毒物分析名词术语

3 术语和定义

GB/T 13966、GA/T 122 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

以空白溶剂作对照，按平行操作的要求，对甲苯等18种易制毒化学品（具体信息参见附录A）进行提取。采用气相色谱-质谱检测，以保留时间、质谱特征离子和离子丰度比作为定性判断依据。

5 试剂和材料

5.1 试剂

除非另有说明，在分析中使用的试剂均为分析纯，试剂包括：

5.1.1 甲醇；

5.1.2 无水硫酸钠；

5.1.3 标准溶液：

a) 1.0 mg/mL标准储备液：准确称取一定量的甲苯、 γ -丁内酯、1-苯基-2-丙酮、苯乙腈、苯乙酸、黄樟素、3-氧-2-苯基丁腈、胡椒醛、麻黄素、1-苯基-2-溴-1-丙酮、邻氨基苯甲酸、 α -

乙酰乙酸甲酯、3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮、邻氯苯基环戊酮、N-乙酰邻氨基苯酸、N-苯乙基-4-哌啶酮、羟亚胺、4-苯胺基-N-苯乙基哌啶标准物质，分别用甲醇溶解，配成浓度为1.0 mg/mL的标准储备液，0 °C~4 °C冷藏保存，有效期6个月；或采用市售标准溶液；

b) 标准工作溶液按实验需求分为：

- 定性用标准工作溶液：分别移取甲苯、 γ -丁内酯、1-苯基-2-丙酮、苯乙腈、苯乙酸、黄樟素、3-氧-2-苯基丁腈、胡椒醛、麻黄素、1-苯基-2-溴-1-丙酮、邻氨基苯甲酸、 α -苯乙酰乙酸甲酯、3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮、邻氯苯基环戊酮、N-苯乙基-4-哌啶酮、羟亚胺、4-苯胺基-N-苯乙基哌啶标准储备液适量，用甲醇稀释，配制成0.1 mg/mL的标准工作溶液；移取N-乙酰邻氨基苯酸标准储备液适量，用甲醇稀释，配置成0.2 mg/mL的标准工作溶液，0 °C~4 °C冷藏保存，有效期3个月；
- 定性质控标准工作溶液：分别移取甲苯、 γ -丁内酯、1-苯基-2-丙酮、苯乙腈、苯乙酸、黄樟素、胡椒醛、麻黄素、1-苯基-2-溴-1-丙酮、3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮、邻氯苯基环戊酮、N-苯乙基-4-哌啶酮、羟亚胺、4-苯胺基-N-苯乙基哌啶标准储备液适量，用甲醇稀释，配制成0.01 mg/mL的质控标准工作溶液；分别移取3-氧-2-苯基丁腈，标准储备液适量，用甲醇稀释，配制成0.02 mg/mL的质控标准工作溶液；分别移取邻氨基苯甲酸、 α -苯乙酰乙酸甲酯标准储备液适量，用甲醇稀释，配制成0.05 mg/mL的质控标准工作溶液；移取N-乙酰邻氨基苯酸标准储备液适量，用甲醇稀释，配制成0.1 mg/mL的质控标准工作溶液；现配现用；

注：各种工作溶液的配制可根据实际情况进行调整。

5.2 材料

材料包括：

- a) 具盖离心管；
- b) 玻璃进样瓶。

6 仪器和设备

仪器和设备包括：

- a) 气相色谱-质谱仪（GC-MS）：配有电子轰击源（EI）；
- b) 离心机：转速大于或等于4000 r/min；
- c) 电子天平：实际分度值小于或等于0.1 mg；
- d) 涡旋振荡器；
- e) 移液器或移液管。

7 定性分析

7.1 样品制备

固体样品经均质化后，根据实际需求，称取约10 mg~100 mg于具盖离心管中，加入10 mL甲醇，密封并震荡10 min，以不低于4000 r/min离心5 min，取上清液作为样品溶液，供GC-MS分析。当样品需要稀释时，加入甲醇进行稀释，稀释液作为样品溶液，供GC-MS分析。

液体样品经均质化后，根据实际需求，移取10 μ L~100 μ L置于离心管中，加入10 mL甲醇，密封并震荡10 min，加入适量无水硫酸钠振荡1 min，以不低于4000 r/min离心5 min，取上清液作为样品溶液，供GC-MS分析。当样品需要稀释时，加入甲醇进行稀释，稀释液作为样品溶液，供GC-MS分析。

7.2 仪器条件

以下为参考条件，可根据不同品牌仪器和不同样品等实际情况进行调整：

- a) 离子源: EI;
- b) 色谱柱: HP-5 MS 石英玻璃毛细柱 (30 m×0.25 mm×0.25 μm) 或其他等效柱;
- 注: HP-5 MS 为 Agilent 公司产品的商业名称, 给出这一信息是为了方便本标准的使用者, 并不是代表对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果, 则可使用这些等效产品。
- c) 色谱柱温程: 初始温度 80 °C, 保持 2 min, 以 10 °C/min 升温至 100 °C 保持 5 min, 以 2 °C/min 升温至 120 °C 保持 1 min, 以 15 °C/min 升温至 280 °C, 保持 3 min;
- d) 进样口温度: 250 °C;
- e) 传输线温度: 250 °C;
- f) 离子源温度: 230 °C;
- g) 进样量: 1 μL;
- h) 分流比: 20:1;
- i) 载气: 高纯氦气 (He);
- j) 柱流量 (恒流): 0.8 mL/min;
- k) 采集方式: 全扫描 (Scan);
- l) 质量范围: 35 amu~500 amu;
- m) 溶剂延迟时间: 2 min。

7.3 进样

分别吸取样品空白 (甲醇)、样品溶液、标准溶液空白 (甲醇) 和定性用标准工作溶液, 按 7.2 条件进样分析。根据实际需求, 再分别吸取标准溶液空白 (甲醇) 和定性质控标准工作溶液, 按 7.2 条件进样分析。

8 结果评价与表述

8.1 定性结果评价

阳性结果评价: 在相同条件下进行测定时, 样品溶液中的目标物与浓度接近的定性用标准工作溶液中的目标物相比, 色谱峰保留时间一致 (相对误差在±1%之内)、质谱特征离子 (不少于3个) 一致, 且各离子丰度比的最大允许相对偏差范围不超过表1的规定, 样品空白无干扰, 则可判断样品中检出目标物。18种易制毒化学品的色谱图、质谱图及特征离子参见附录B。

表1 离子丰度比的最大允许相对偏差范围

离子丰度比	>50%	>20%~50%	>10%~20%	≤10%
最大允许相对偏差	±10%	±15%	±20%	±50%

阴性结果评价: 扣除背景后, GC-MS 定性质控标准工作溶液中检出目标物特征离子, 标准溶液空白无干扰, 10.0 mg/mL 或 10 μL/mL 样品溶液与定性质控标准工作溶液中目标物在同一保留时间 (相对误差在±1%之内) 未出现一致的特征离子, 则可判定样品中未检出目标物。

8.2 结果表述

8.2.1 阳性结果应表述为: 样品中检出甲苯、γ-丁内酯、1-苯基-2-丙酮、苯乙腈、苯乙酸、黄樟素、3-氧-2-苯基丁腈、胡椒醛、麻黄素、1-苯基-2-溴-1-丙酮、邻氨基苯甲酸、α-苯乙酰乙酸甲酯、3,4-亚

甲基二氧苯基-2-丙酮、邻氯苯基环戊酮、N-乙酰邻氨基苯酸、N-苯乙基-4-哌啶酮、羟亚胺、4-苯胺基-N-苯乙基哌啶成分。

8.2.2 阴性结果应表述为：样品中未检出甲苯、 γ -丁内酯、1-苯基-2-丙酮、苯乙腈、苯乙酸、黄樟素、3-氧-2-苯基丁腈、胡椒醛、麻黄素、1-苯基-2-溴-1-丙酮、邻氨基苯甲酸、 α -苯乙酰乙酸甲酯、3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮、邻氯苯基环戊酮、N-乙酰邻氨基苯酸、N-苯乙基-4-哌啶酮、羟亚胺、4-苯胺基-N-苯乙基哌啶成分。

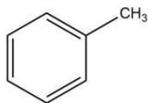
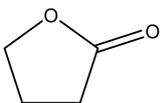
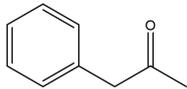
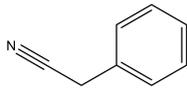
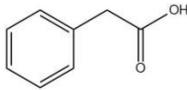
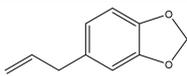
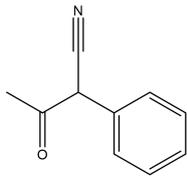
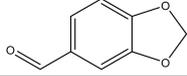
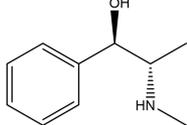
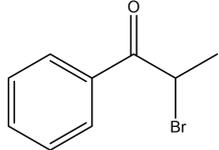
附录 A

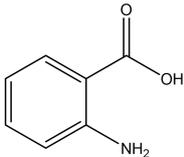
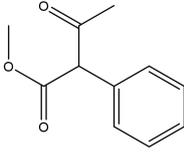
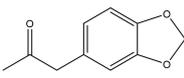
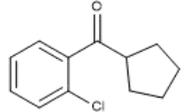
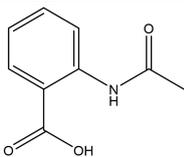
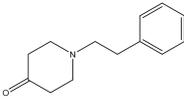
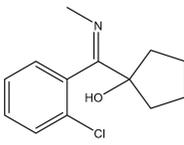
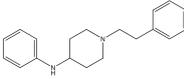
(资料性)

18 种易制毒化学品基本信息

18 种易制毒化学品基本信息见表 A.1。

表 A.1 18 种易制毒化学品基本信息

序号	中文名称	英文名称	化学式	结构式	CAS 编号
1	甲苯	Toluene	C ₇ H ₈		108-88-3
2	γ-丁内酯	γ- Butyrolactone	C ₄ H ₆ O ₂		96-48-0
3	1-苯基-2-丙酮	Benzyl methyl ketone	C ₉ H ₁₀ O		103-79-7
4	苯乙腈	Benzeneacetonitrile	C ₈ H ₇ N		140-29-4
5	苯乙酸	Phenylacetic acid	C ₈ H ₈ O ₂		103-82-2
6	黄樟素	Safrole	C ₁₀ H ₁₀ O ₂		94-59-7
7	3-氧-2-苯基丁腈	α-Phenylacetoacetonitrile	C ₁₀ H ₉ NO		4468-48-8
8	胡椒醛	Piperonal	C ₈ H ₆ O ₃		120-57-0
9	麻黄素	Ephedrine	C ₁₀ H ₁₅ NO		299-42-3
10	1-苯基-2-溴-1-丙酮	2-Bromo-1-phenyl-1-propanone	C ₉ H ₉ BrO		2114-00-3

11	邻氨基苯甲酸	Anthranilic acid	$C_7H_7NO_2$		118-92-3
12	α-苯乙酰乙酸甲酯	Methyl 2-phenylacetoacetate	$C_{11}H_{12}O_3$		16648-44-5
13	3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮	Piperonyl methyl ketone	$C_{10}H_{10}O_3$		4676-39-5
14	邻氯苯基环戊酮	2-Chlorophenyl cyclopentyl ketone	$C_{12}H_{13}ClO$		6740-85-8
15	N-乙酰邻氨基苯酸	N-Acetyl anthranilic acid	$C_9H_9NO_3$		89-52-1
16	N-苯乙基-4-哌啶酮	1-phenethyl-4-piperidone	$C_{13}H_{17}NO$		39742-60-4
17	羟亚胺	1-[(2-chlorophenyl)(methylimino)methyl]cyclopentanol	$C_{13}H_{16}ClNO$		6740-87-0
18	4-苯胺基-N-苯乙基哌啶	N-Phenyl-1-(2-phenylethyl)-4-piperidinamine	$C_{19}H_{24}N_2$		21409-26-7

附录 B

(资料性)

18 种易制毒化学品相关谱图

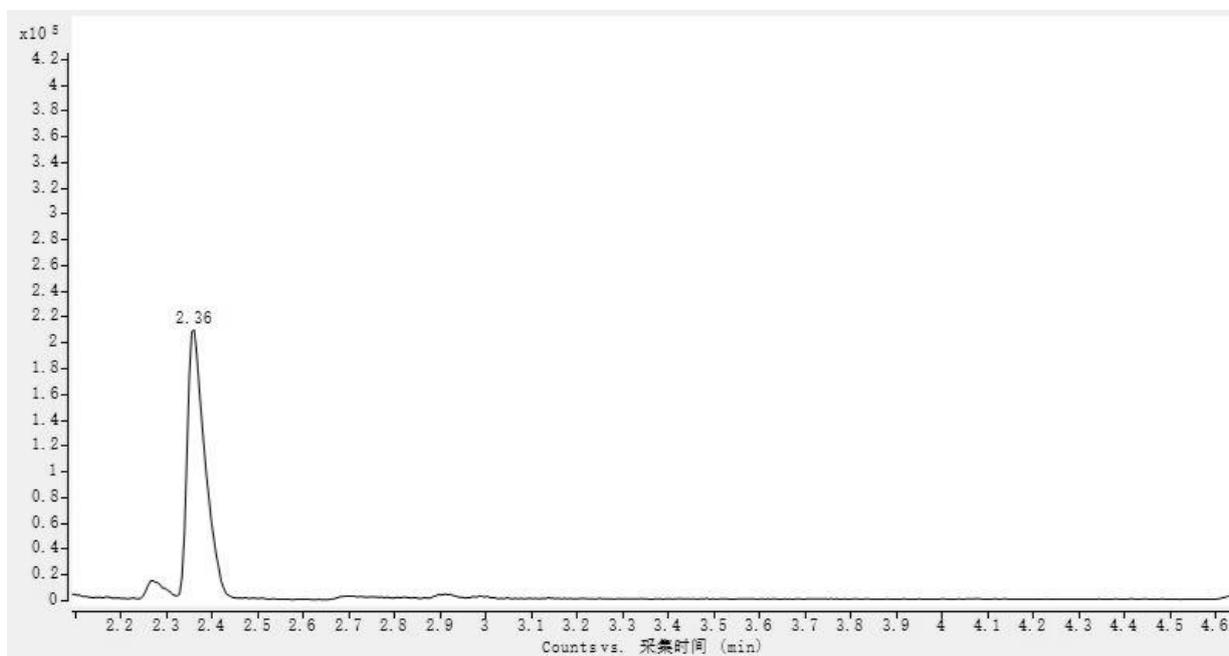


图 B.1 甲苯的总离子流色谱图

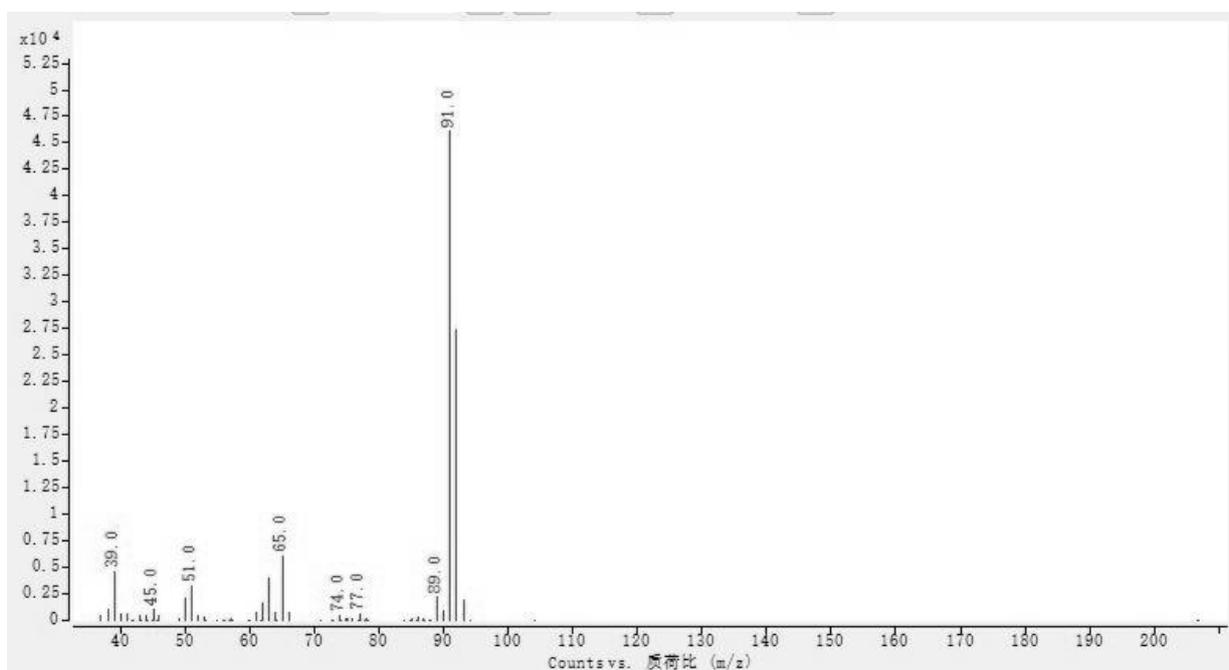
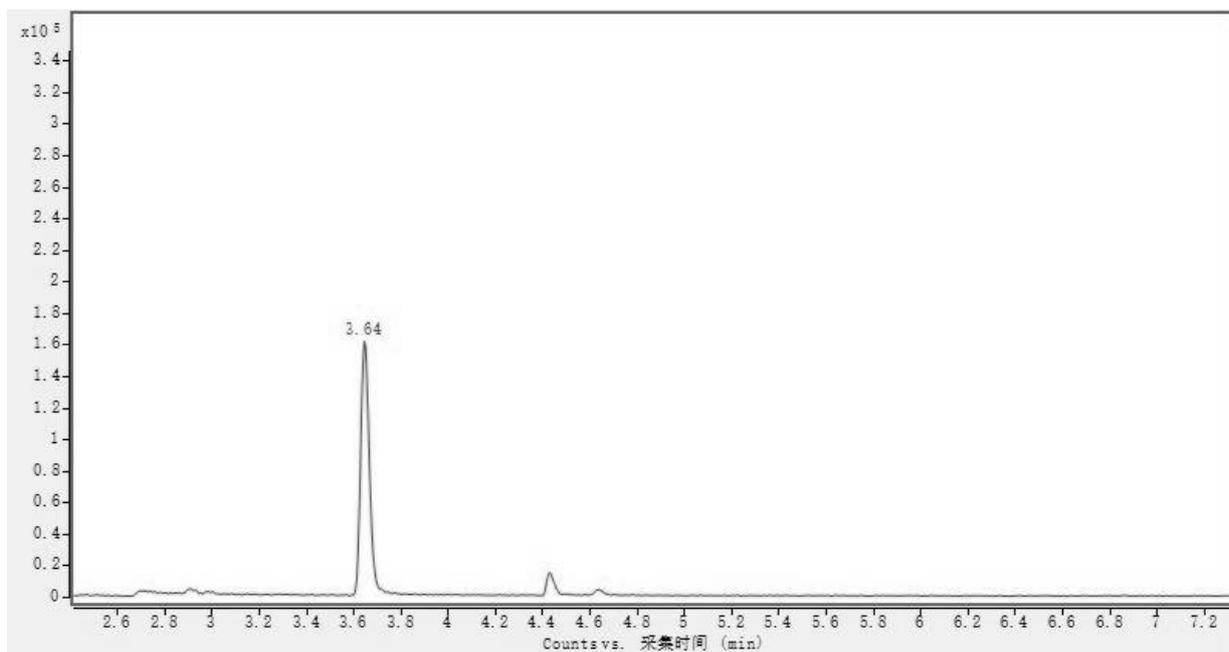
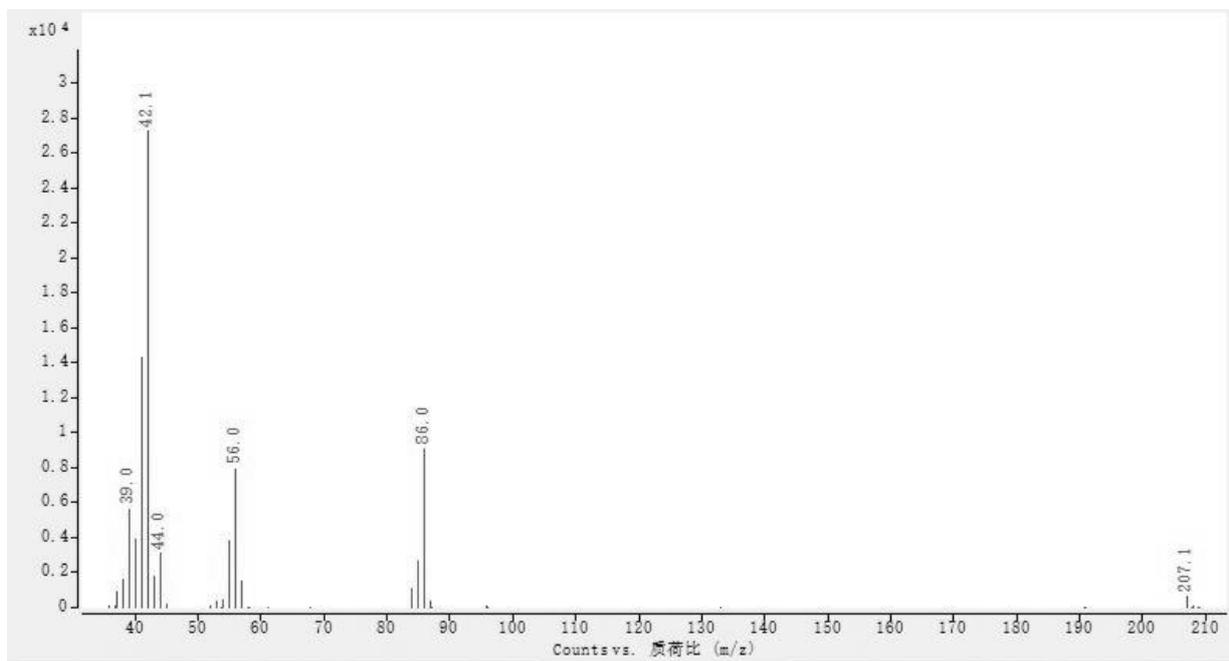


图 B.2 甲苯质谱图

图 B.3 γ -丁内酯的总离子流色谱图图 B.4 γ -丁内酯质谱图

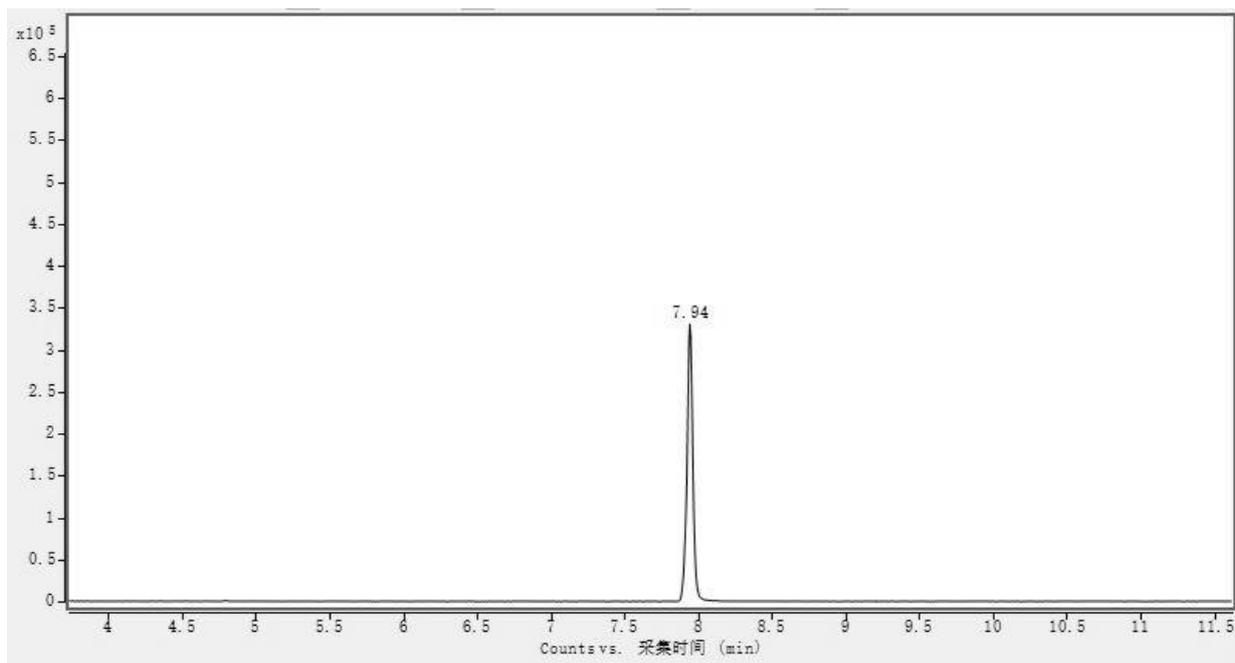


图 B.5 1-苯基-2-丙酮的总离子流色谱图

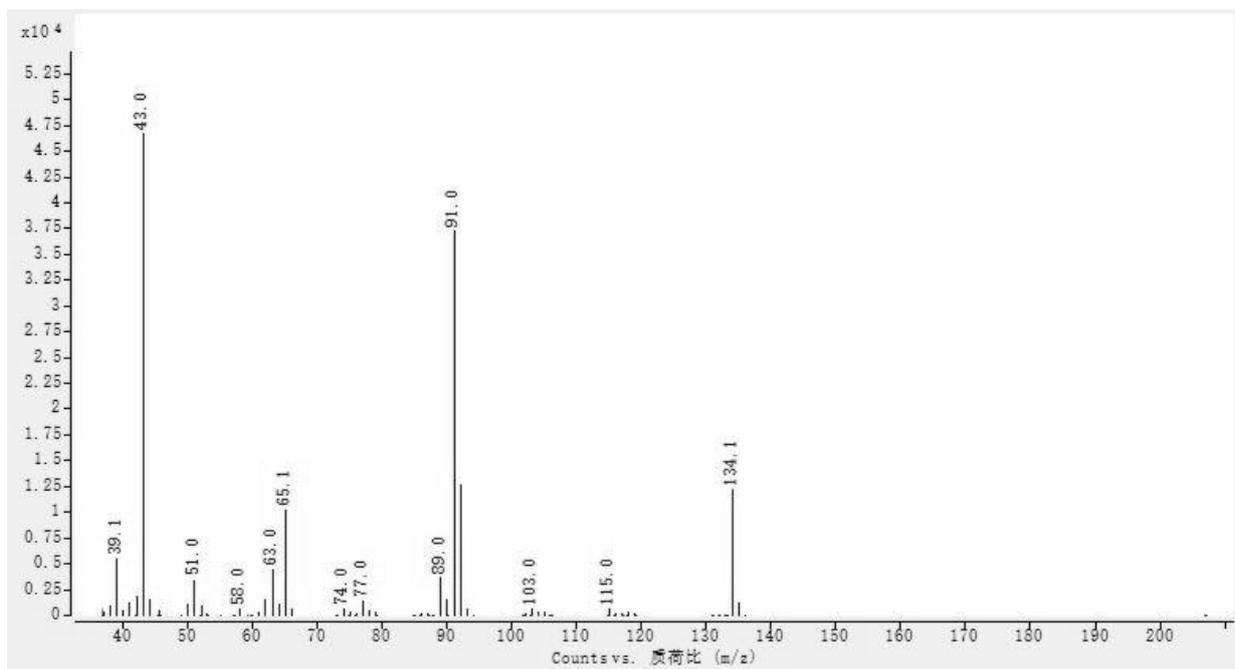


图 B.6 1-苯基-2-丙酮质谱图

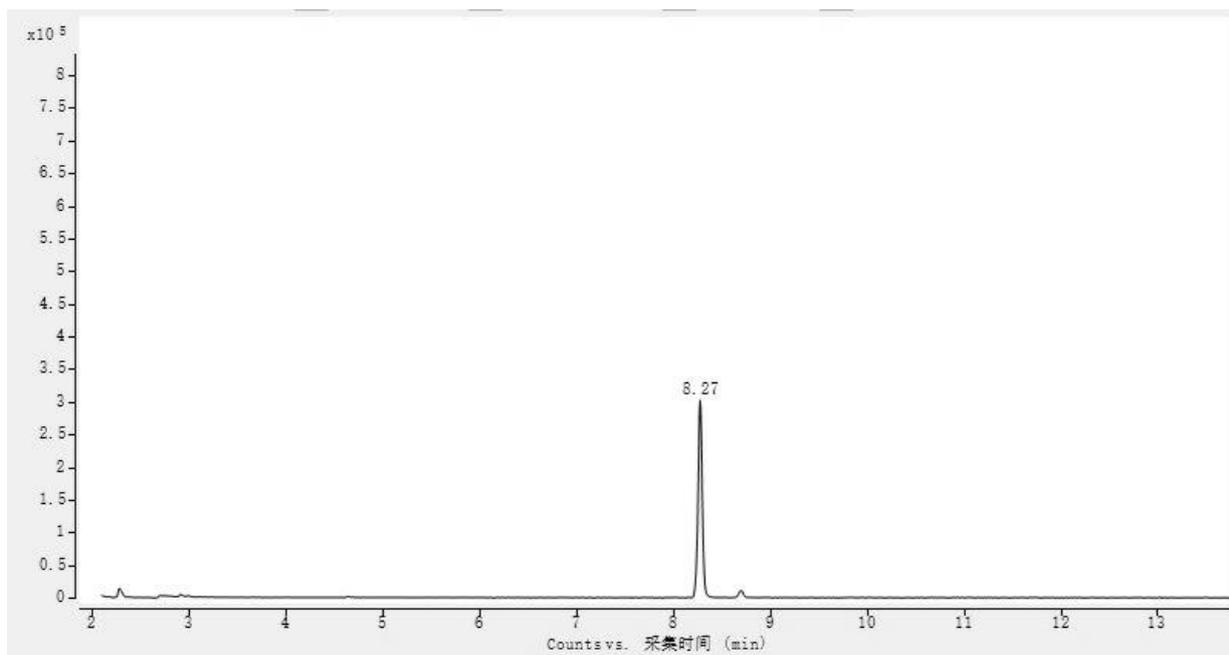


图 B.7 苯乙腈的总离子流色谱图

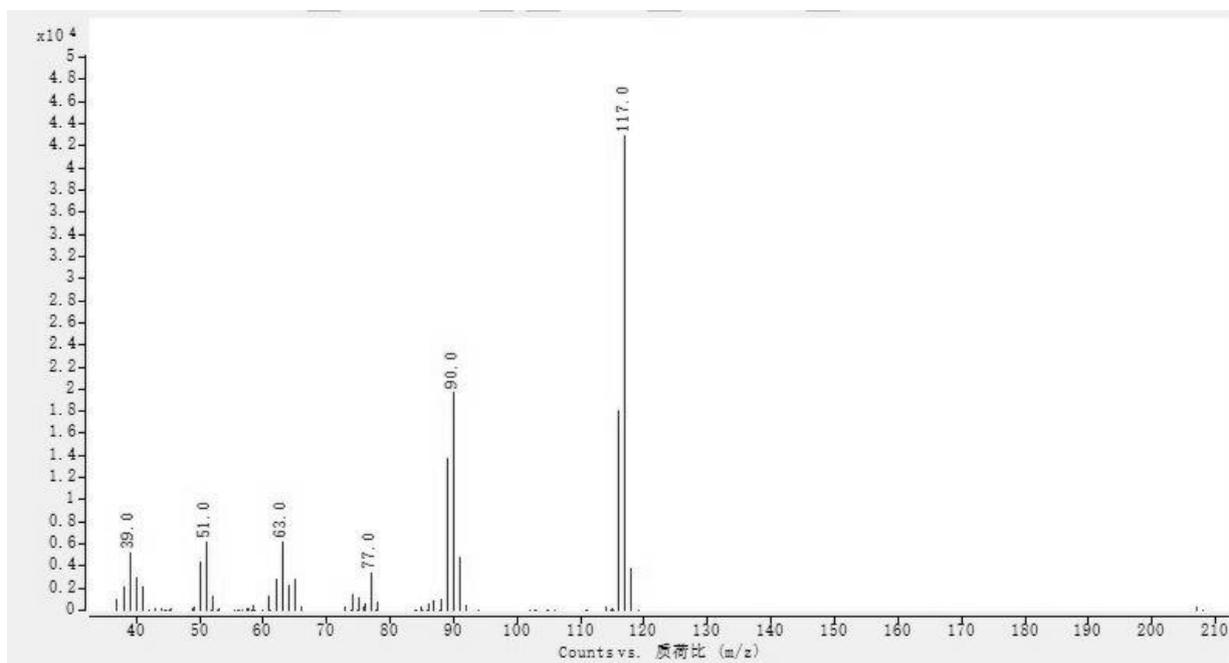


图 B.8 苯乙腈质谱图

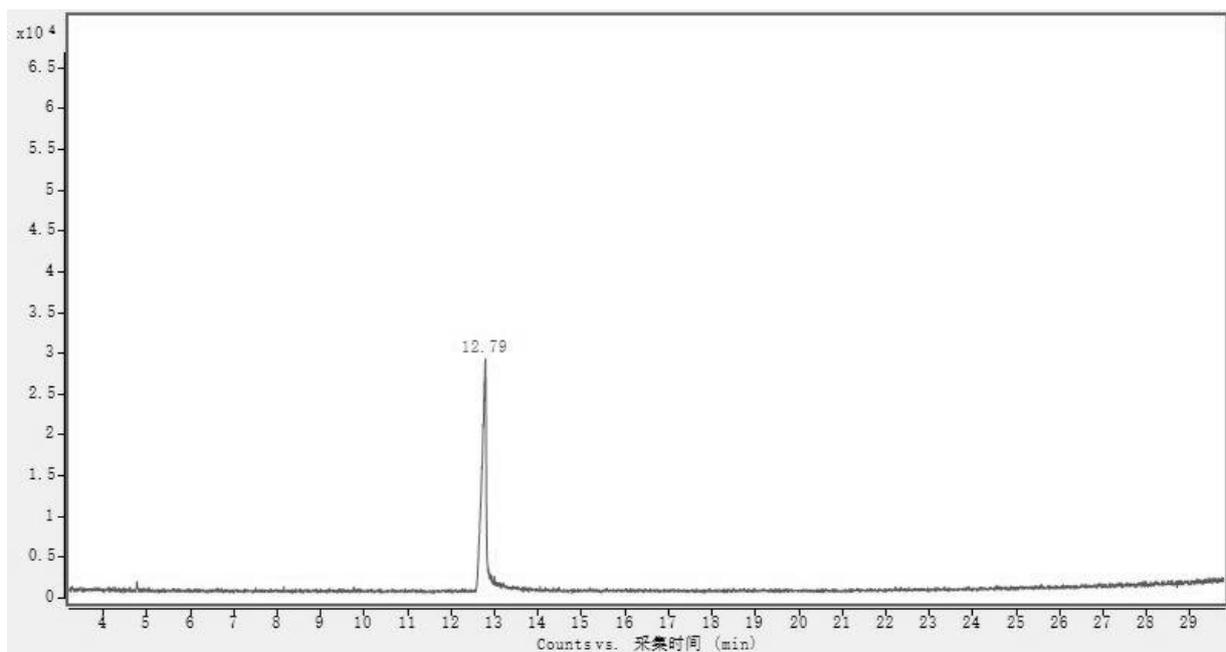


图 B.9 苯乙酸的总离子流色谱图

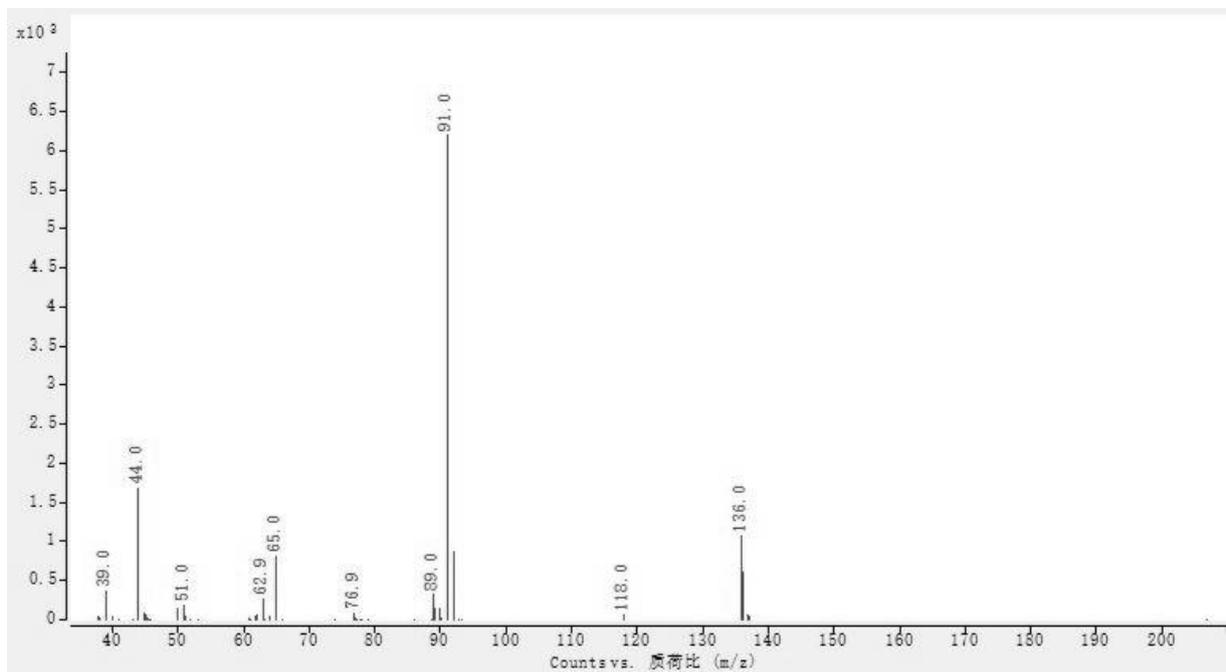


图 B.10 苯乙酸质谱图

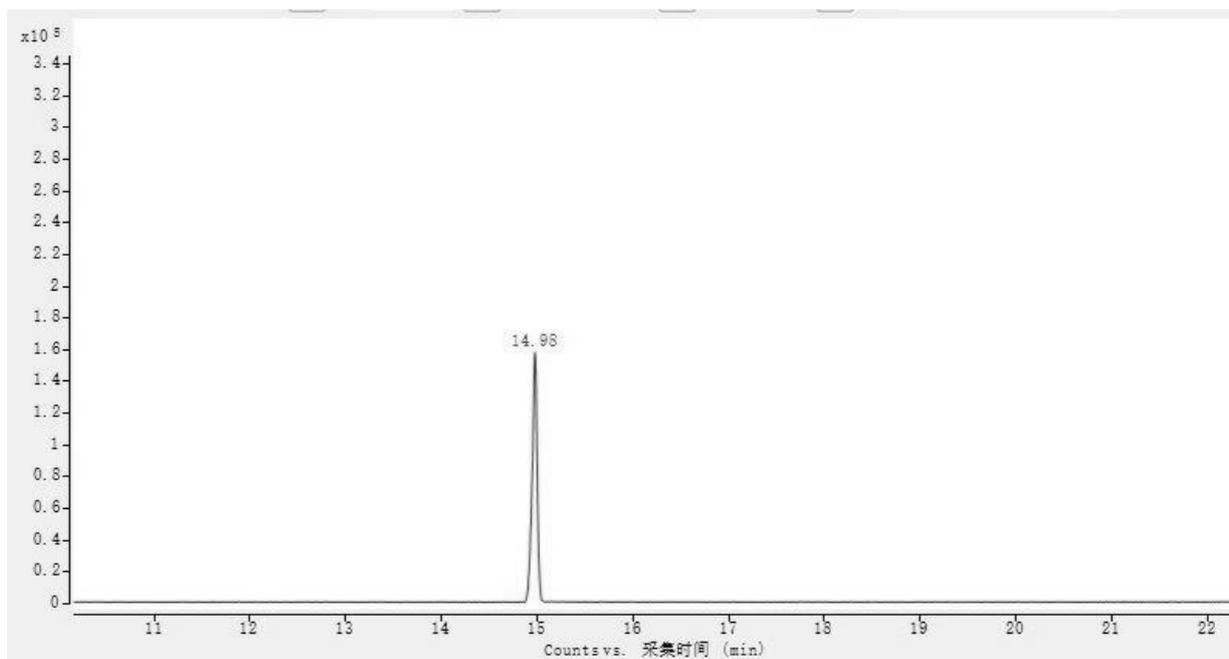


图 B.11 黄樟素的总离子流色谱图

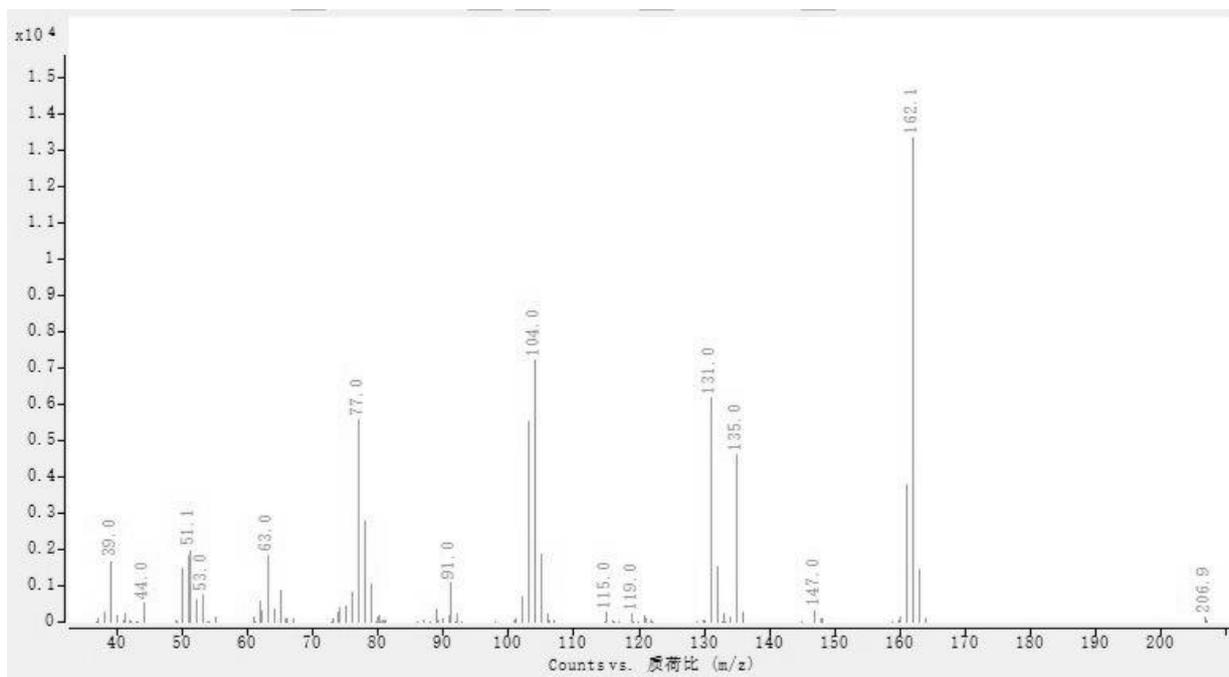


图 B.12 黄樟素质谱图

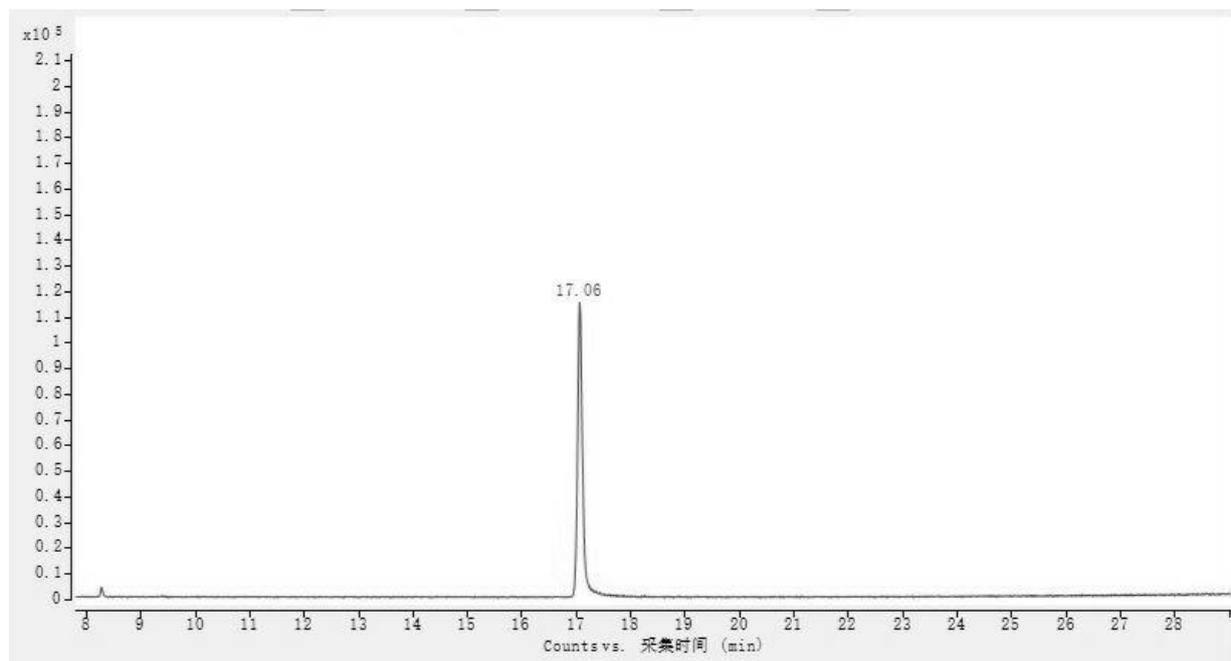


图 B.13 3-氧-2-苯基丁酮的总离子流色谱图

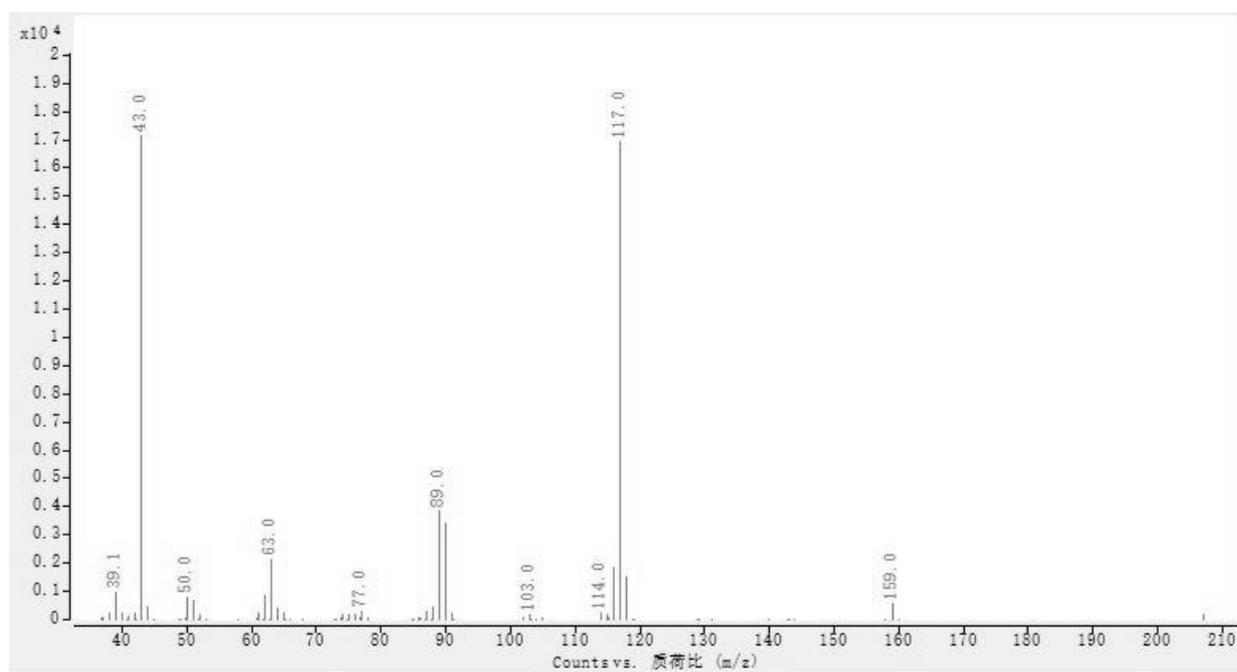


图 B.14 3-氧-2-苯基丁酮质谱图

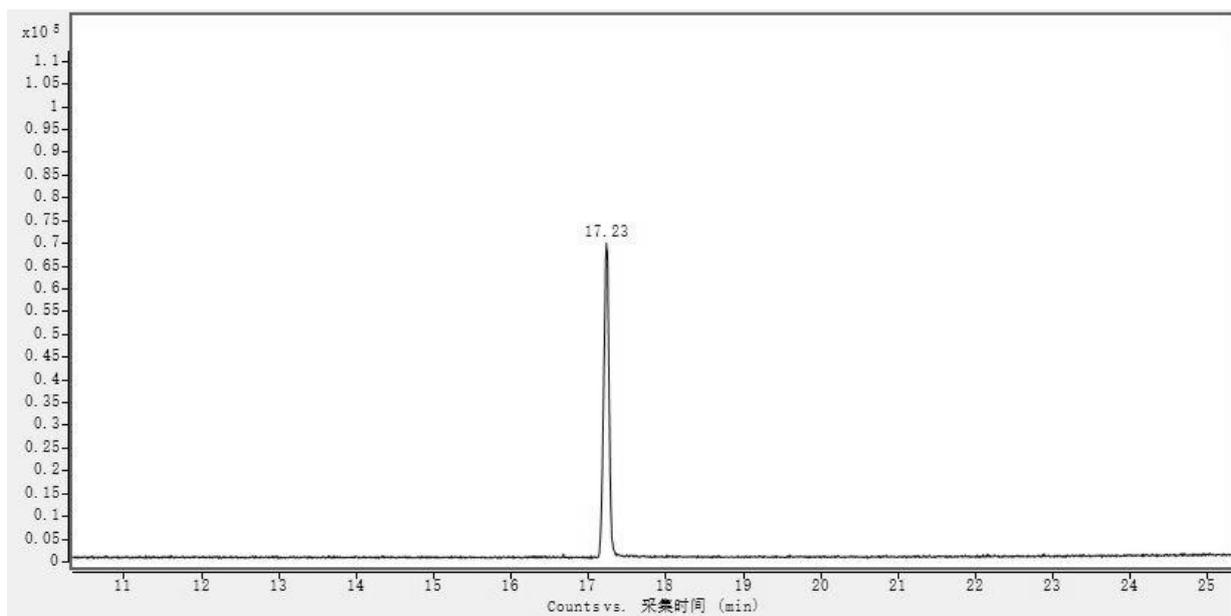


图 B.15 胡椒醛的总离子流色谱图

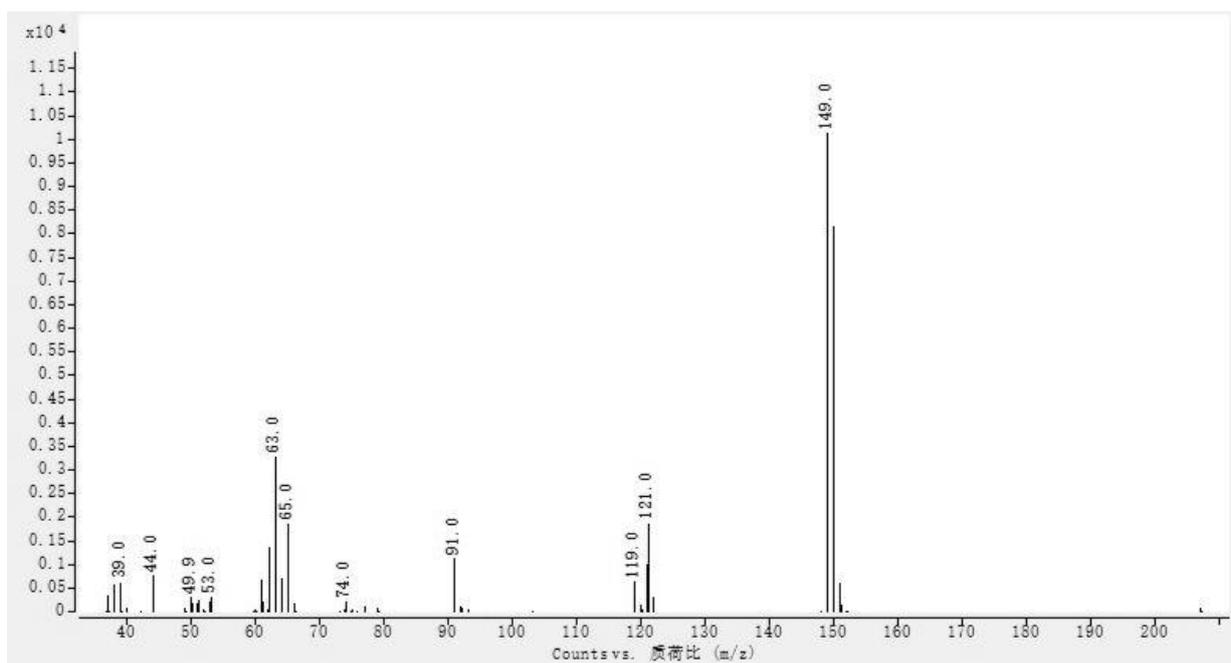


图 B.16 胡椒醛质谱图

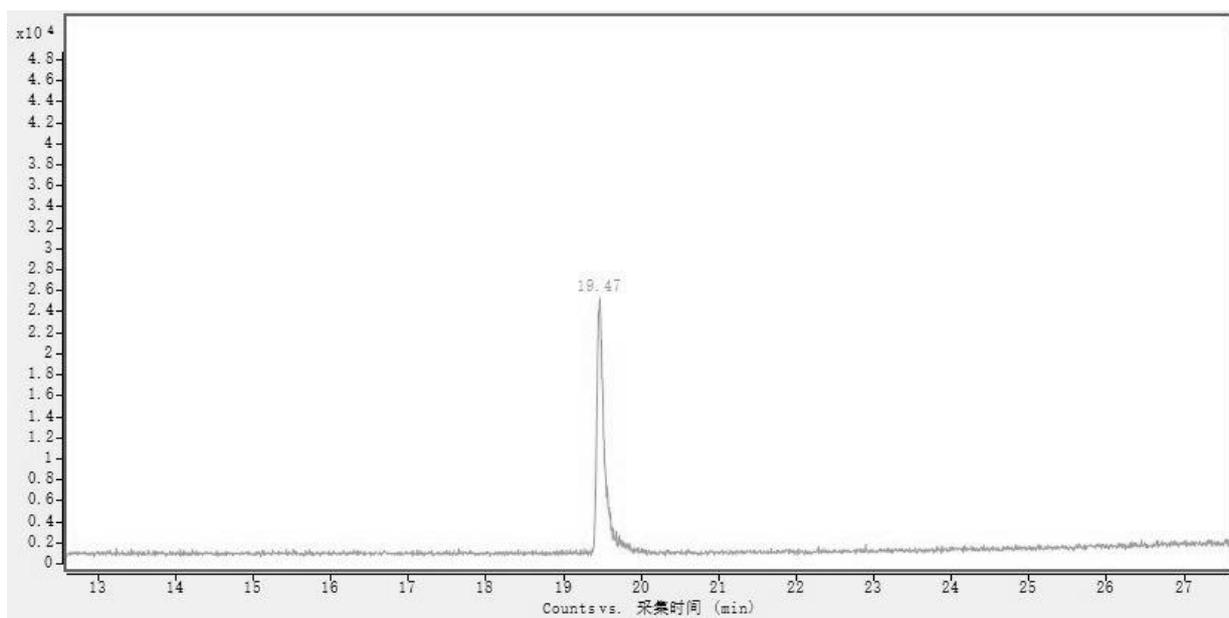


图 B.17 麻黄素的总离子流色谱图

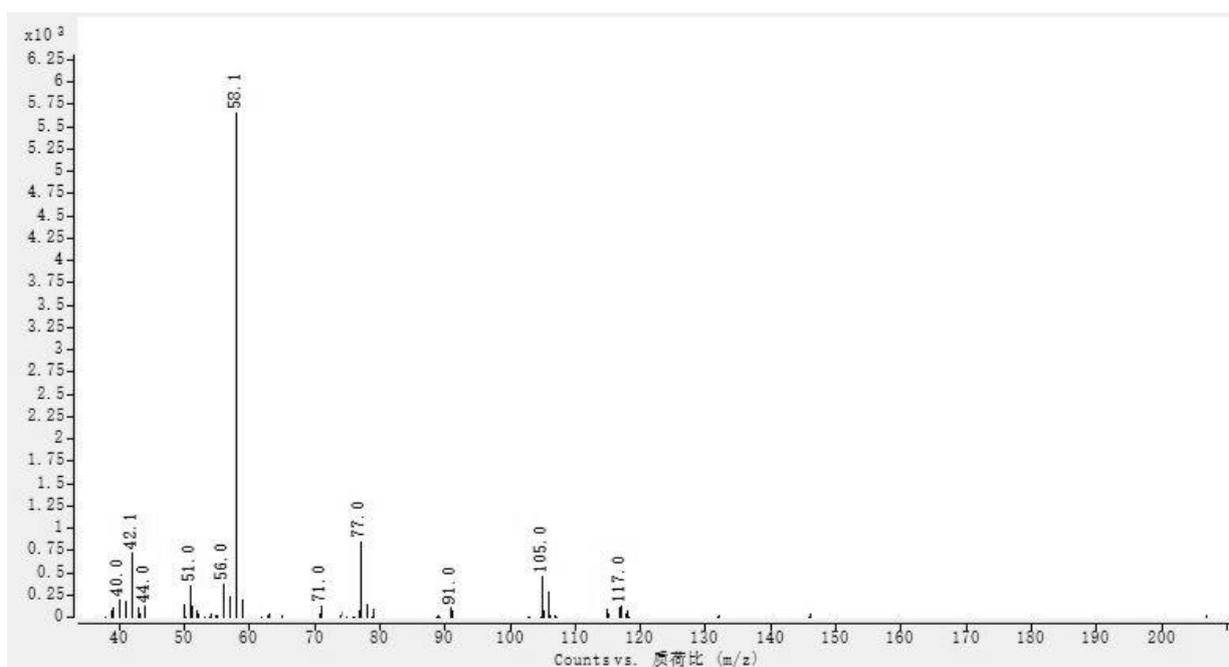


图 B.18 麻黄素质谱图

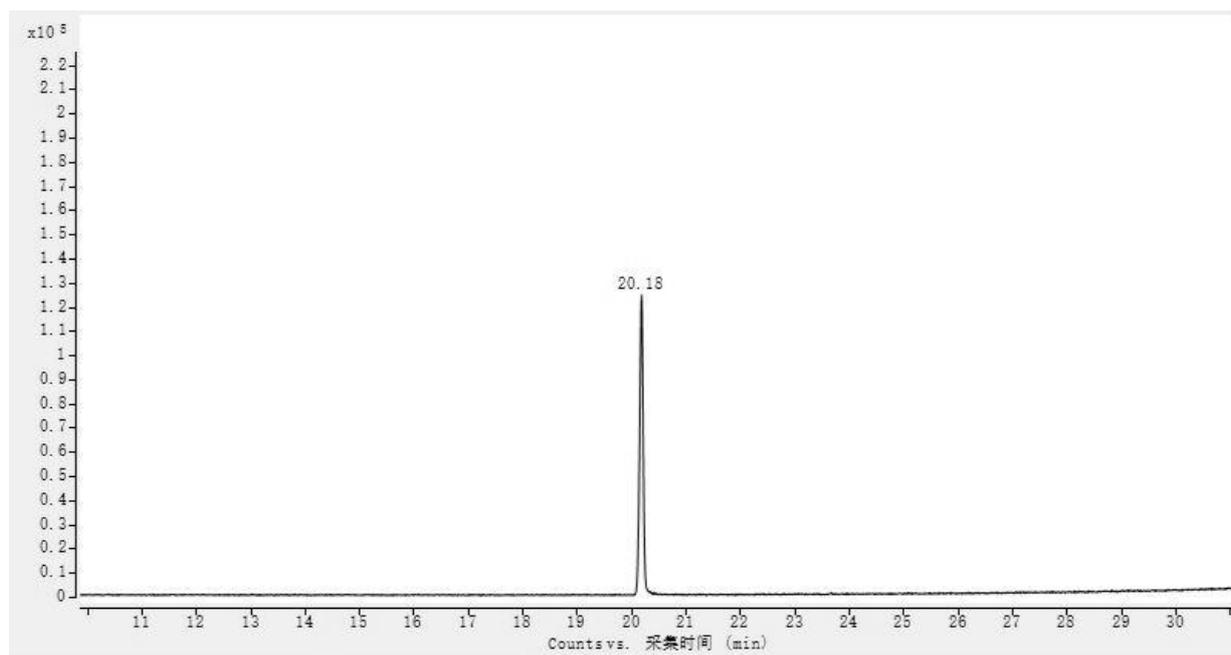


图 B.19 1-苯基-2-溴-1-丙酮的总离子流色谱图

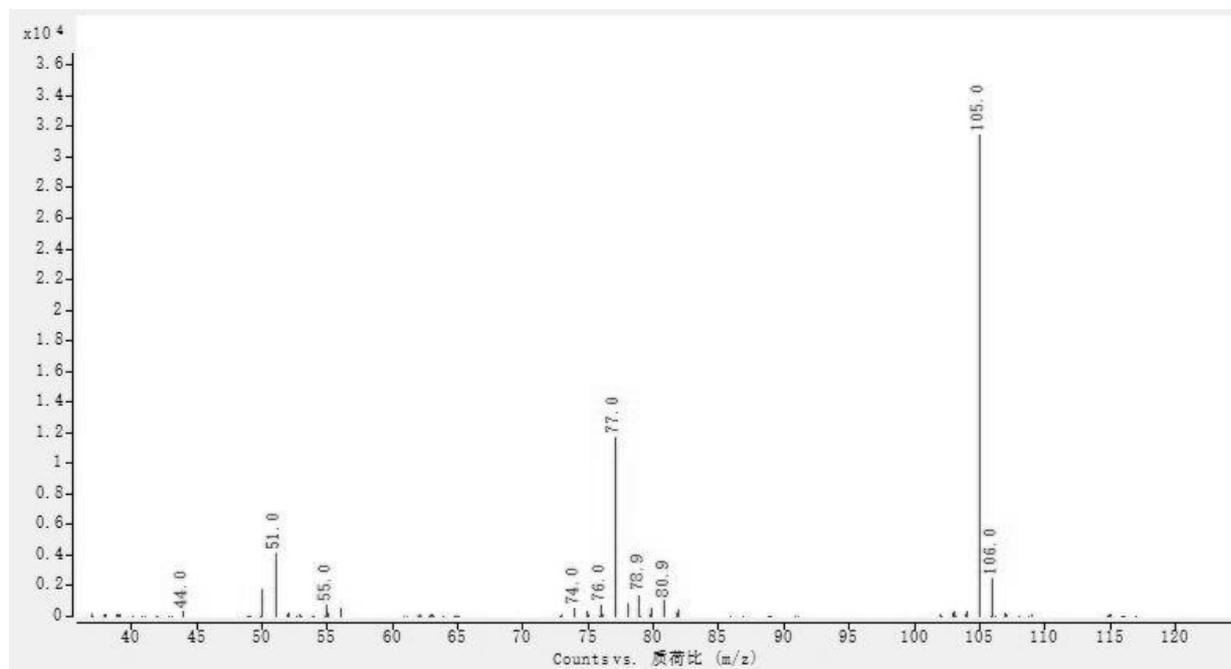


图 B.20 1-苯基-2-溴-1-丙酮质谱图

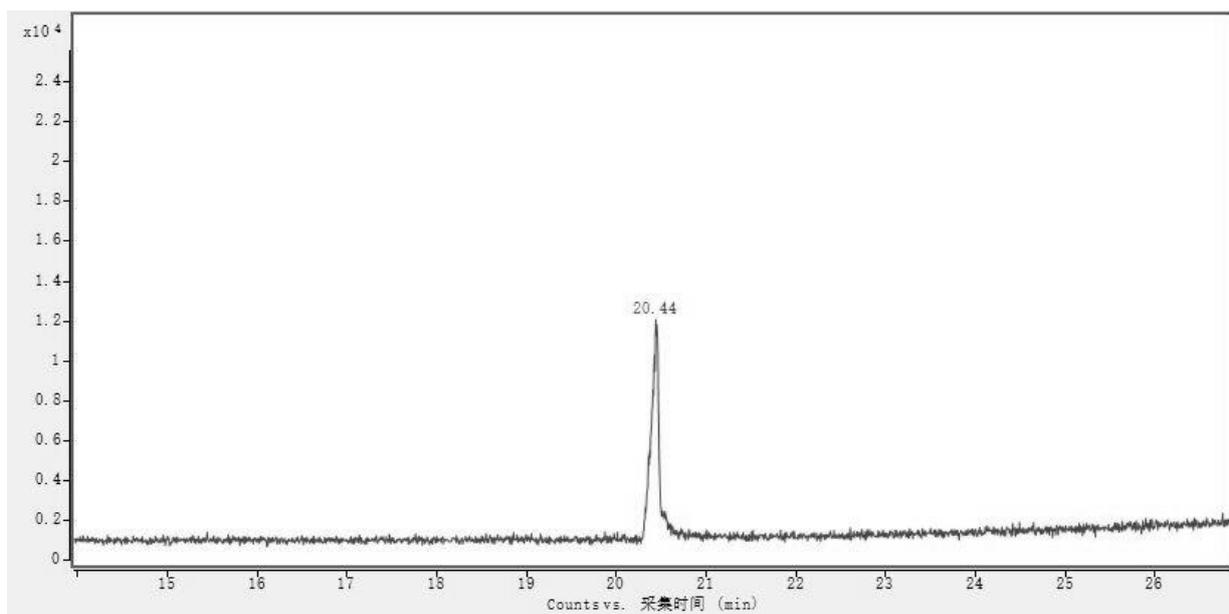


图 B.21 邻氨基苯甲酸的总离子流色谱图

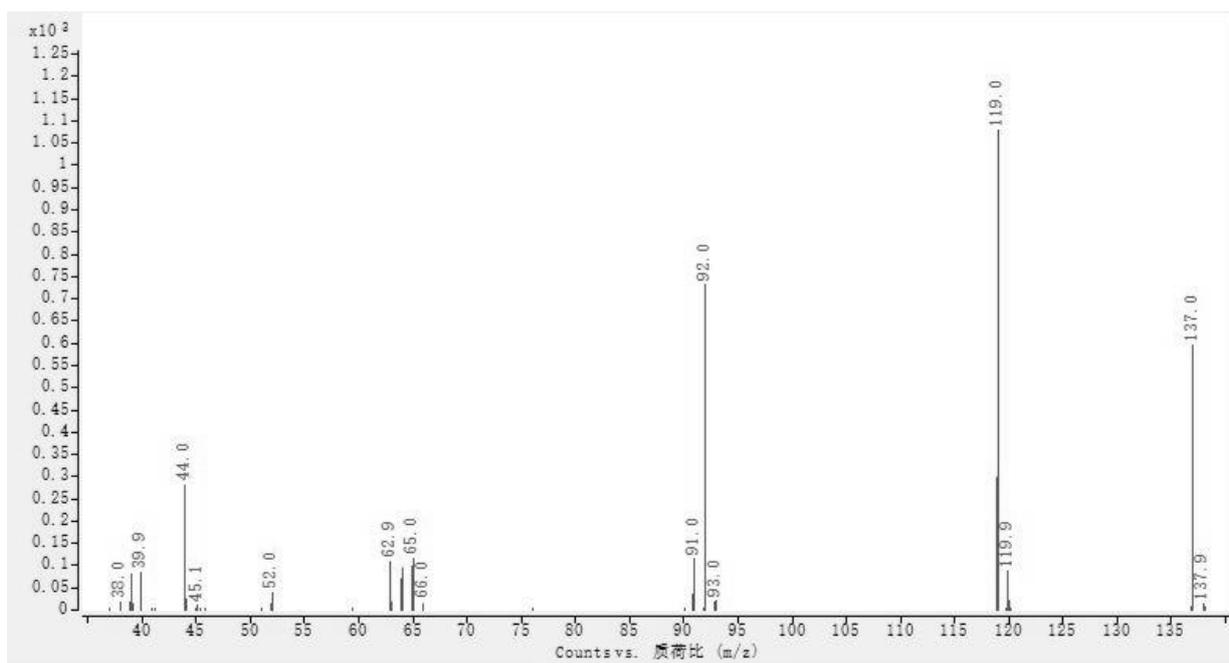
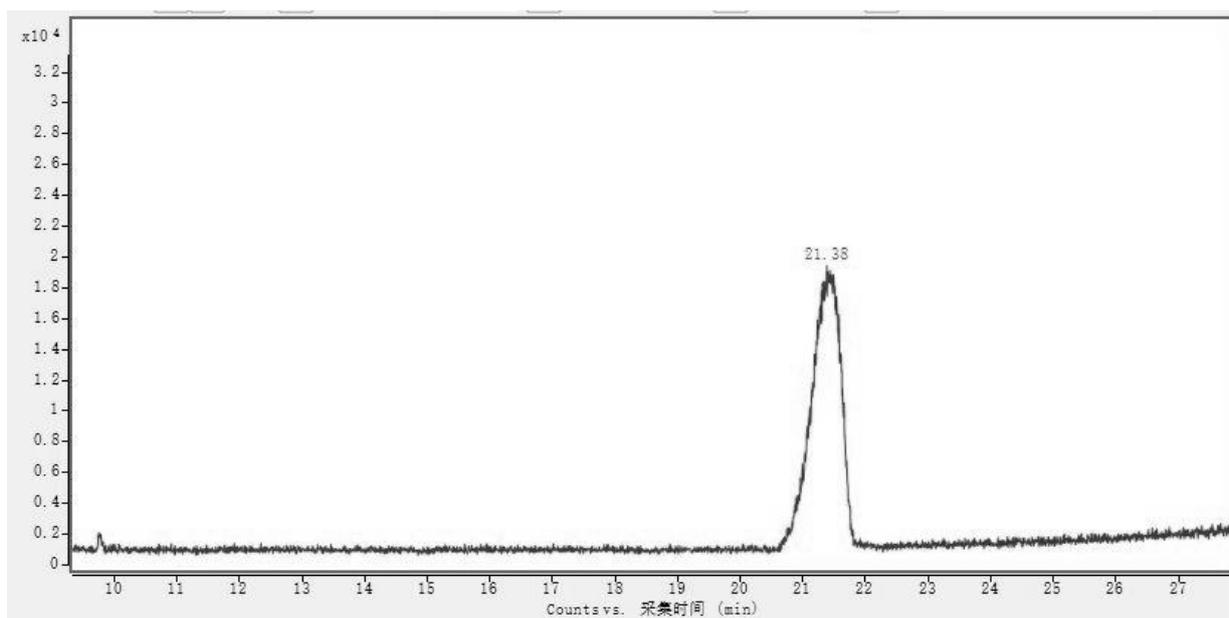
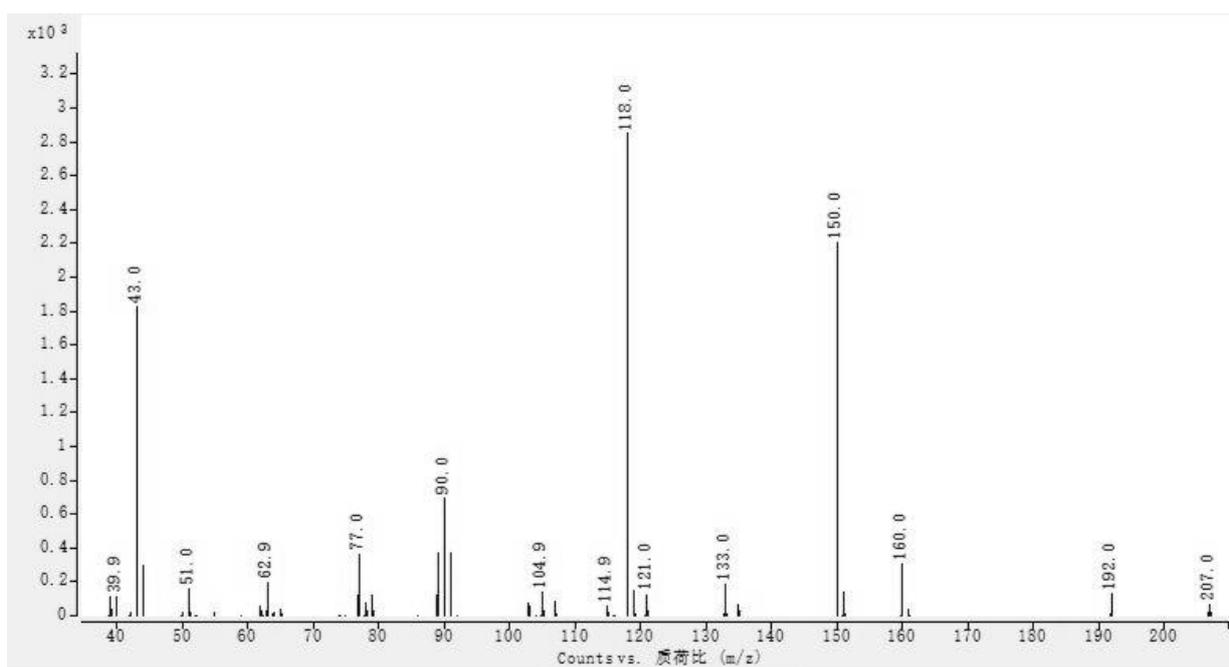


图 B.22 邻氨基苯甲酸质谱图

图 B.23 α -苯乙酰乙酸甲酯的总离子流色谱图图 B.24 α -苯乙酰乙酸甲酯质谱图

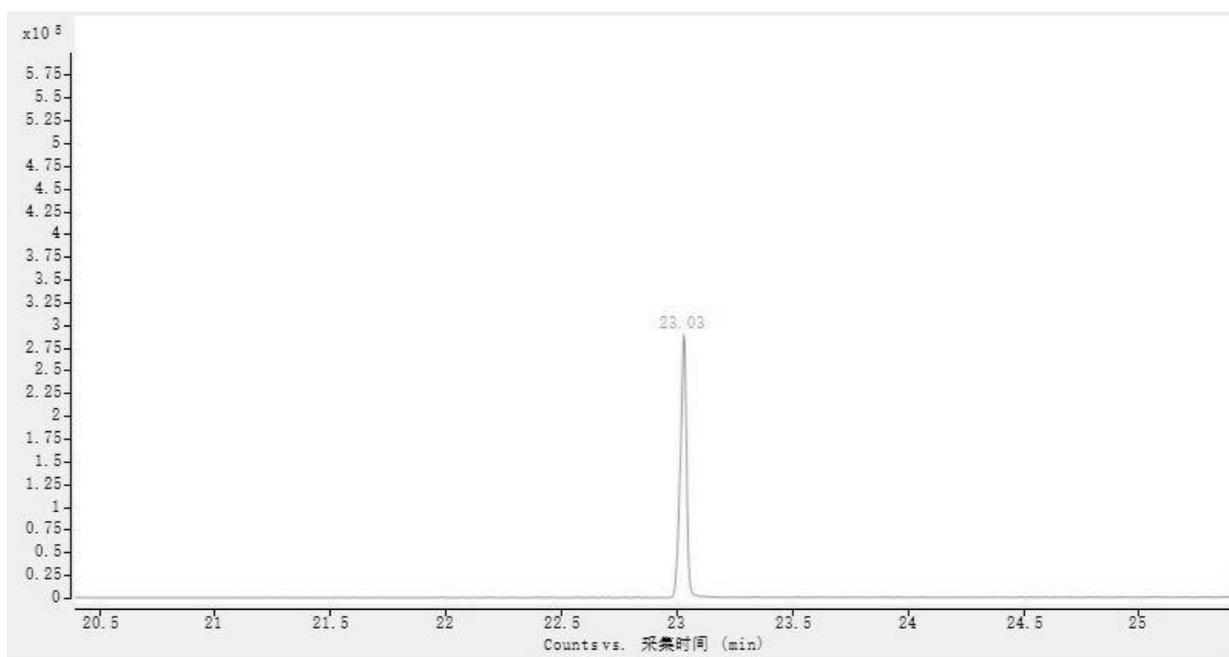


图 B.25 3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮的总离子流色谱图

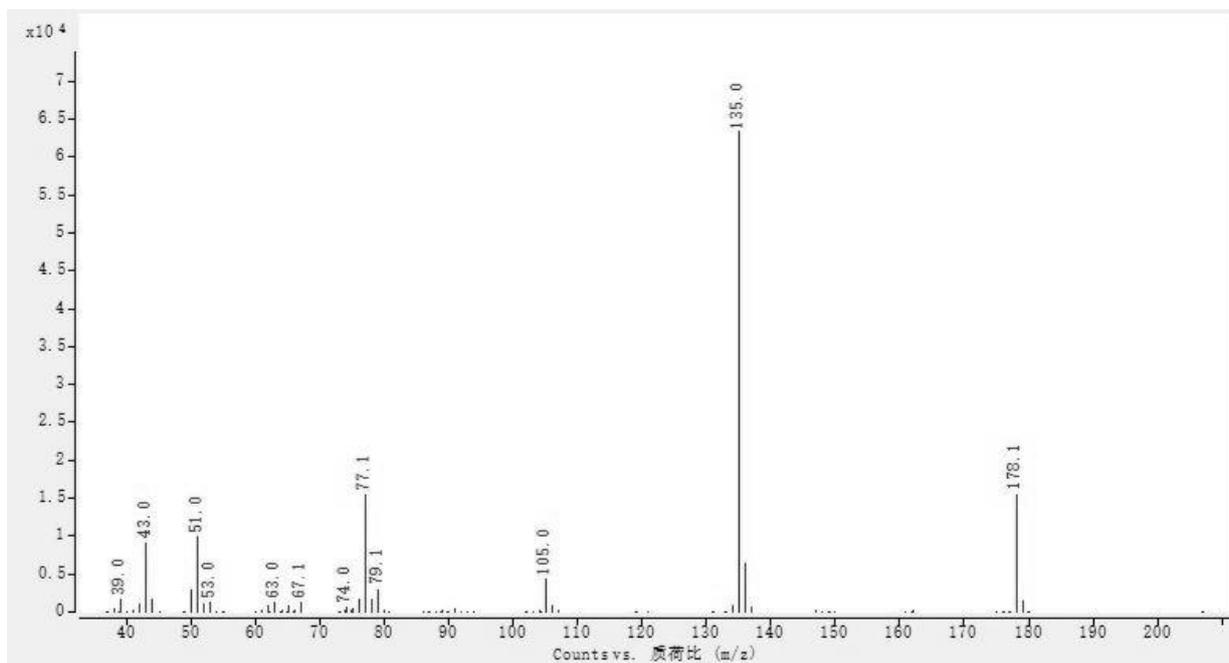


图 B.26 3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮质谱图

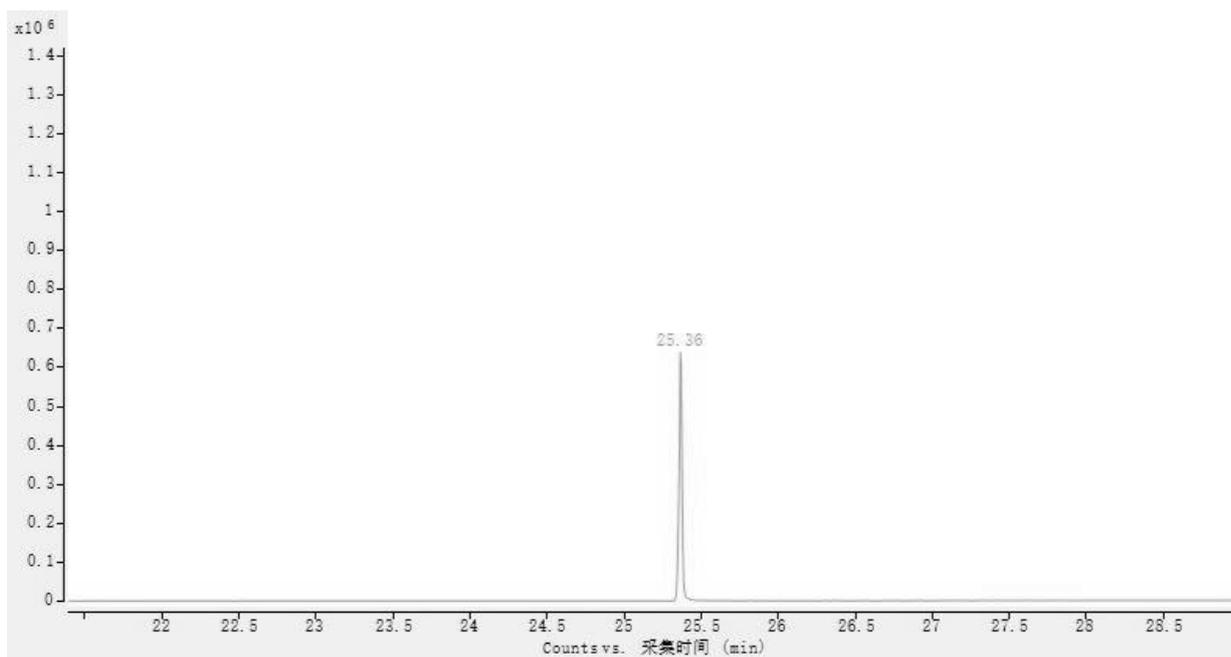


图 B.27 邻氯苯基环戊酮的总离子流色谱图

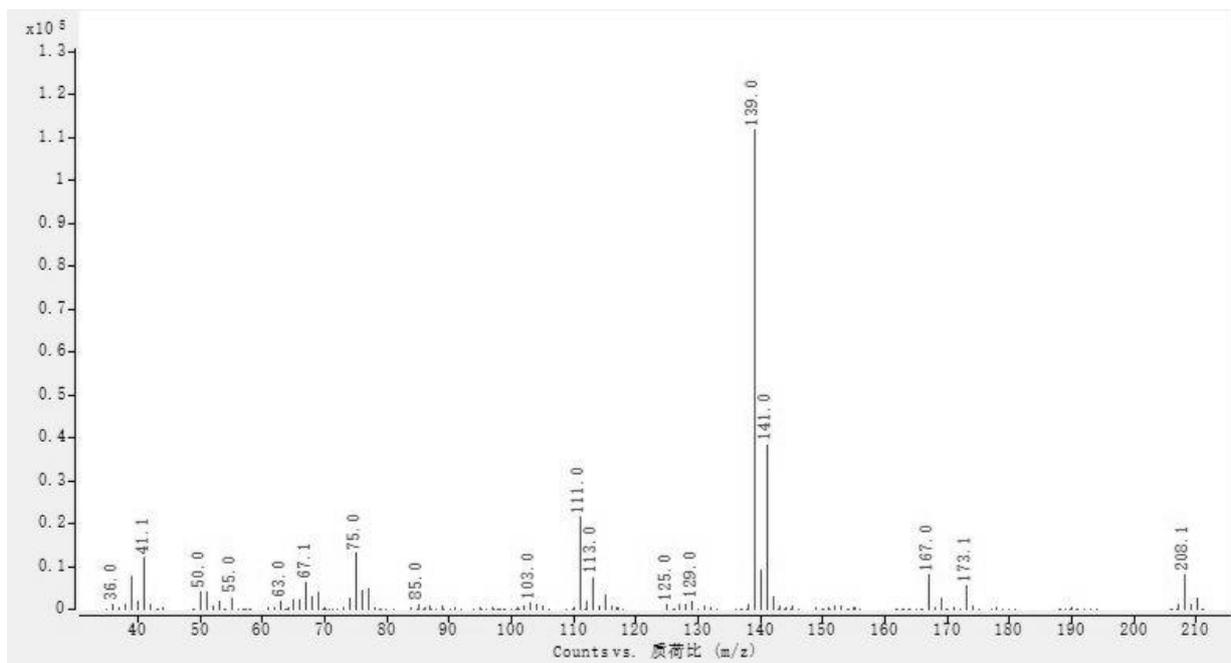


图 B.28 邻氯苯基环戊酮质谱图

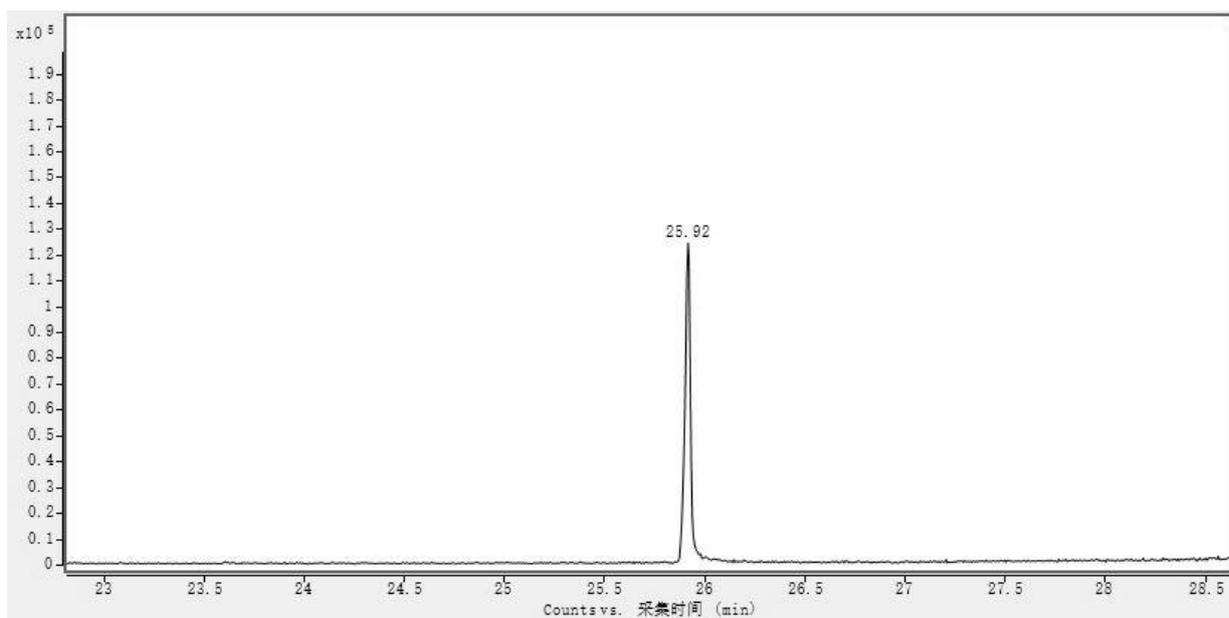


图 B.29 N-乙酰邻氨基苯酸的总离子流色谱图

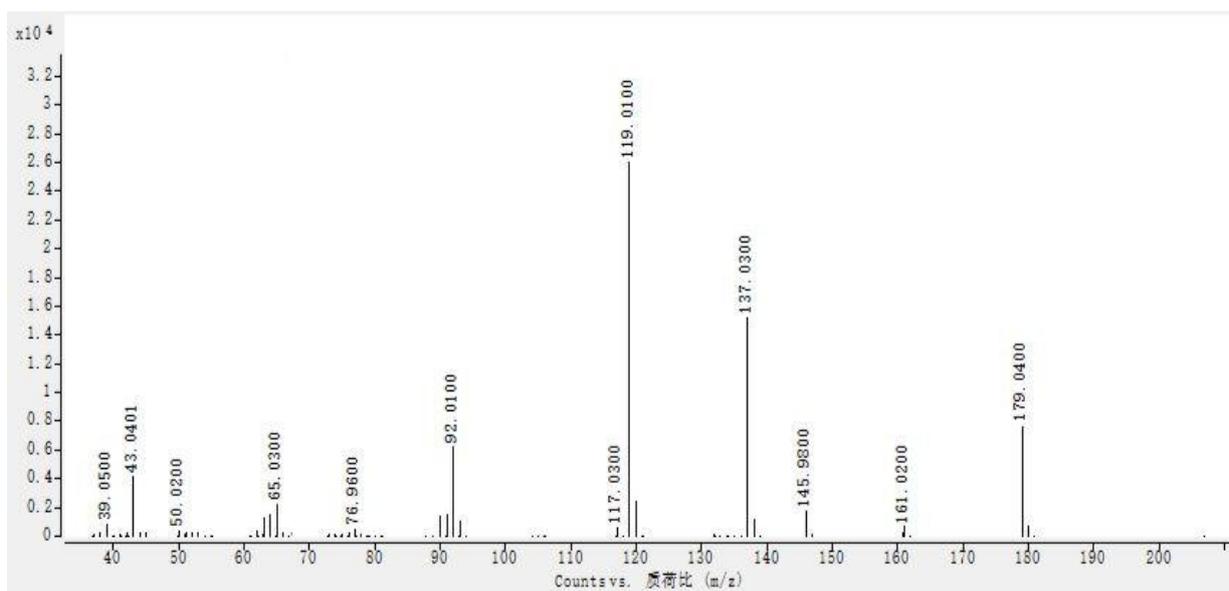


图 B.30 N-乙酰邻氨基苯酸质谱图

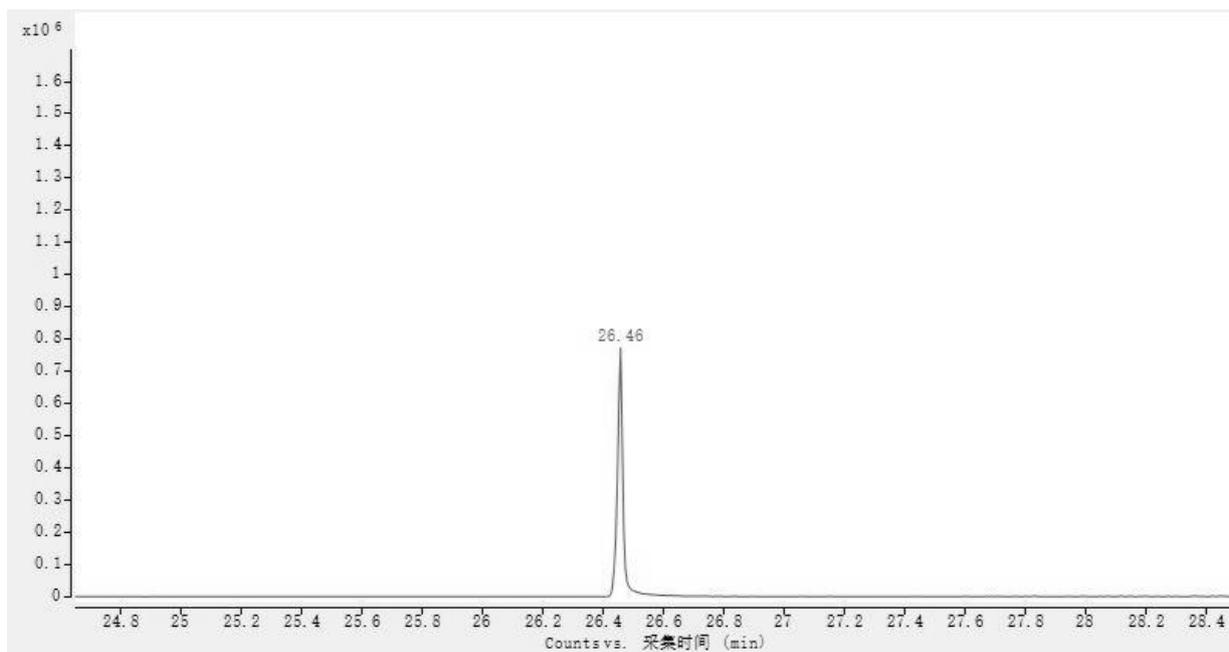


图 B.31 N-苯乙基-4-哌啶酮的总离子流色谱图

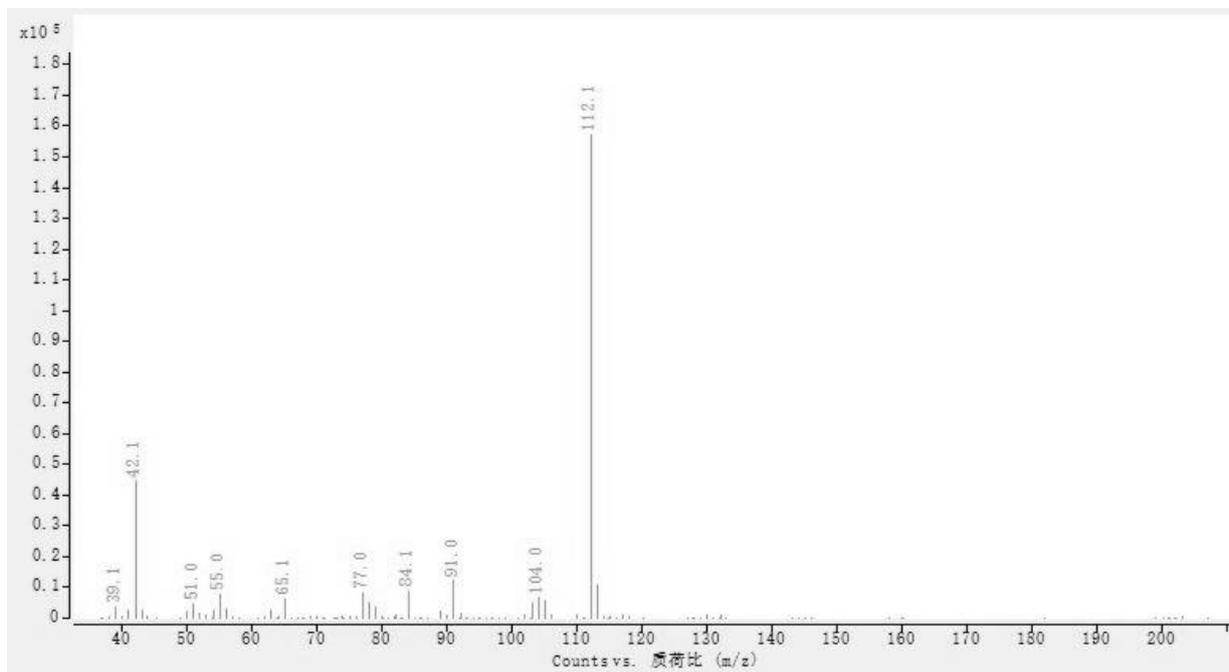


图 B.32 N-苯乙基-4-哌啶酮质谱图

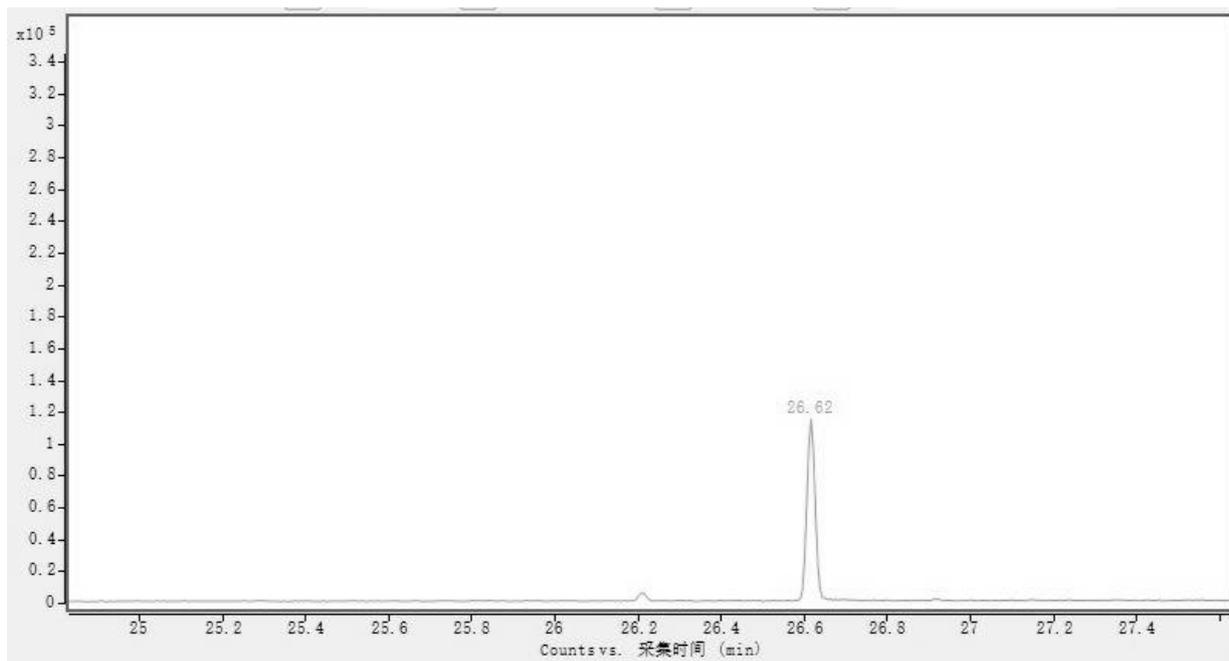


图 B.33 羟亚胺的总离子流色谱图

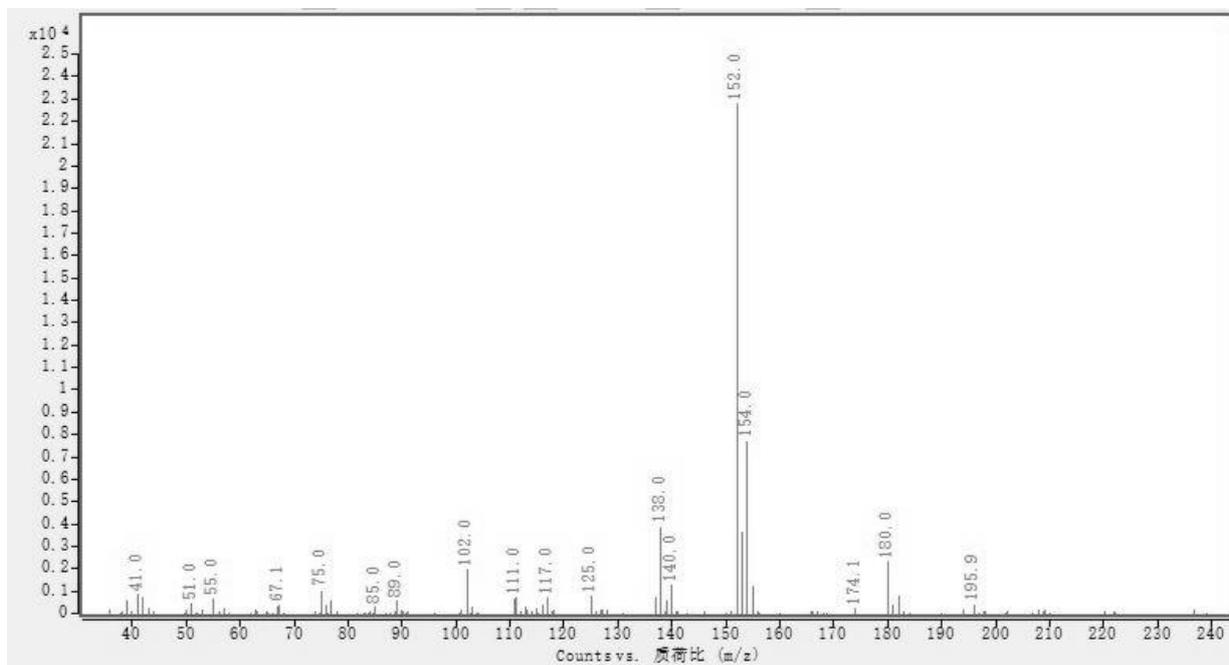


图 B.34 羟亚胺质谱图

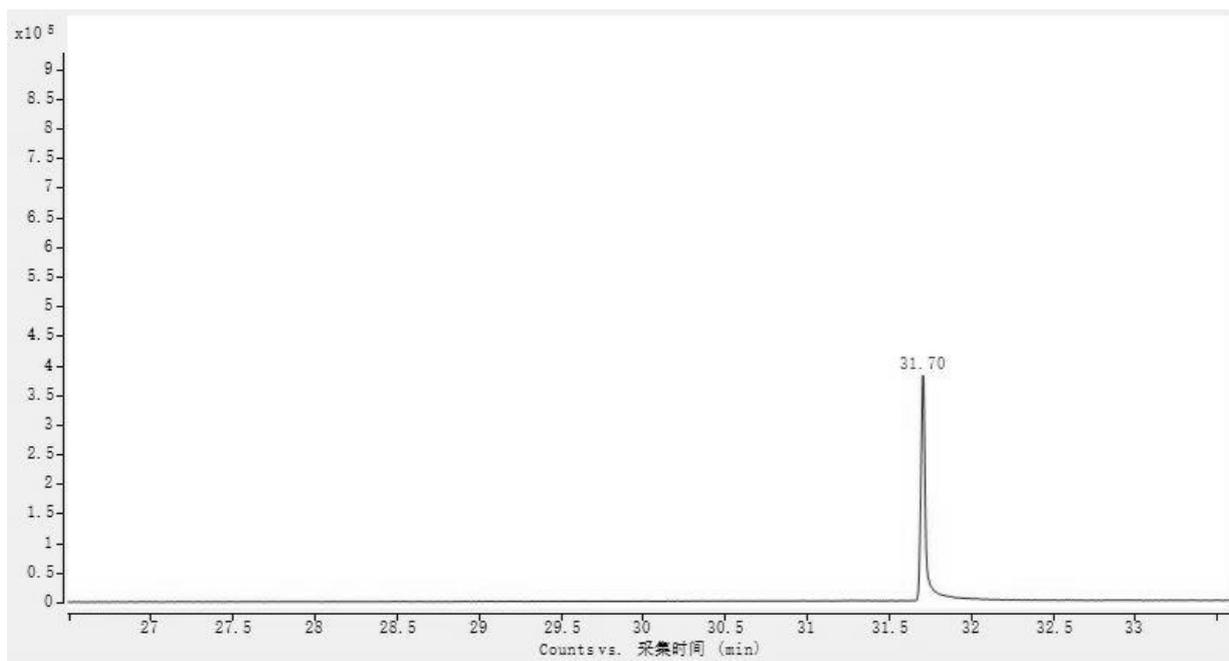


图 B.35 4-苯胺基-N-苯乙基哌啶的总离子流色谱图

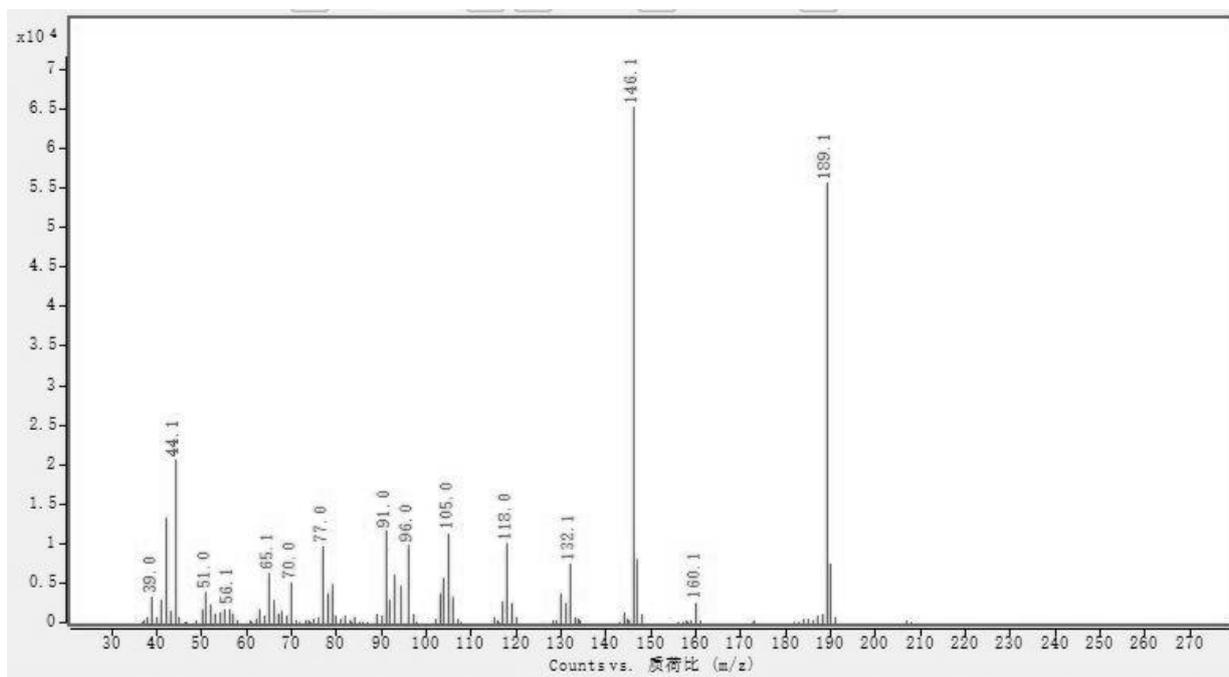


图 B.36 4-苯胺基-N-苯乙基哌啶质谱图

附录 C

(资料性)

18 种易制毒化学品质谱特征离子汇总表

名称	质谱特征离子 m/z
甲苯	91*,39,51,65
γ-丁内酯	42*,39,56,86
1-苯基-2-丙酮	43*,65,91,134
苯乙腈	117*,51,63,90
苯乙酸	91*,65,89,136
黄樟素	162*,77,104,131
3-氧-2-苯基丁腈	43*,63,89,117
胡椒醛	149*,63,91,121
麻黄素	58*,77,91,105
1-苯基-2-溴-1-丙酮	105*,50,51,77
邻氨基苯甲酸	119*,65,92,137
α-苯乙酰乙酸甲酯	118*,43,90,150
3,4-亚甲基二氧苯基-2-丙酮	135*,51,77,178
邻氯苯基环戊酮	139*,41,75,111
N-乙酰邻氨基苯酸	119*,92,137,179
N-苯乙基-4-哌啶酮	112*,42,84,91
羟亚胺	152*,102,138,180
4-苯胺基-N-苯乙基哌啶	146*,96,105,189

注：*表示为基峰。