

Судмедэкспертиза наркотических веществ с помощью ГХ Agilent 8890

Автор

Эбби Фосетт (Abbey Fausett)
Agilent Technologies, Inc.

Аннотация

В настоящих методических рекомендациях представлен метод точной идентификации часто обнаруживаемых в ходе скрининга наркотических веществ. Аналитический комплекс включал ГХ Agilent 8890, МСД Agilent 5977А, автоматическую систему ввода проб Agilent 7693А и высокоэффективную колонку Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert. Этот метод обеспечивает превосходное разделение распространенных наркотических веществ и отличается высокой воспроизводимостью.

Введение

Для аналитического подтверждения наркотических веществ требуется высокий уровень надежности данных и крайне низкий предел погрешности. Присутствие в подобных пробах одновременно запрещенных веществ и лекарств, отпускаемых по рецепту, часто подтверждается с помощью методик газовой хроматографии (ГХ) в тандеме с одноквадрупольной масс-спектрометрией (МС), также известных как ГХ-МС. Анализ наркотических веществ часто не включает количественный анализ, а основывается на высококачественном массовом спектре, полученном в результате поиска по библиотеке. Для оптимального сопоставления спектров хроматографию необходимо оптимизировать, а системы поддерживать в рабочем состоянии. Компания Agilent выпустила множество публикаций, демонстрирующих параметры анализов, выполненных с использованием колонок стандартных размеров как при анализе конфискованных наркотиков³, так и в судебно-экспертных и клинических исследованиях^{2,3}. В настоящих методических рекомендациях была выбрана высокоэффективная колонка для оценки при работе на ГХ 8890. Высокоэффективные колонки требуют превосходного контроля давления из-за своих небольших внутренних диаметров и большого сужения. Регулятор давления ЕРС шестого поколения, применяемый на ГХ 8890, демонстрирует исключительные контроль и воспроизводимость при создании значений давления, необходимых для потоков ГХ-МС — менее 2 мл/мин. В ГХ 8890 могут применяться и регистрироваться настраиваемые пользователем счетчики технического обслуживания, диагностические мероприятия и другие системные параметры, что обеспечивает дополнительный уровень надежности собранных данных. ГХ 8890 также включает такие функции и характеристики ГХ предыдущих поколений, как фиксация времен удерживания, инертные расходные материалы и знакомый интерфейс программного обеспечения.

Экспериментальная часть

Аналитический комплекс включал ГХ 8890 с испарителем с делением и без деления потока, МСД 5977 и автоматическую систему ввода проб (ALS) 7693А. Для сбора и обработки данных использовалось ПО для ГХ-МС Agilent MassHunter. Стандартом с концентрацией 5 мг/мл, использовавшимся при тестировании, послужила контрольная смесь для судебно-экспертной и токсикологической для ГХ-МС Agilent (кат. № 5190-0471). Эта смесь из 28 соединений содержит амфетамины, опиаты, бензодиазепины

и другие наркотические вещества, часто подвергаемые скринингу. Высокоэффективная колонка Ultra Inert (UI) применялась для скрининга анализов, а лайнер UI с низким перепадом давления использовался для минимизации дискриминации колонки¹. В целом высокоэффективные колонки требуют ввода значительно меньшего количества пробы, так как их легко перегрузить. Самым простым способом реализовать это является использование в методе более высокого коэффициента разделения. Как вариант, при разделении на высокоэффективной колонке можно выполнить дальнейшее разведение проб.

Таблица 1. Расходные материалы, используемые для сбора данных при анализе наркотических веществ.

Деталь	Описание
Шприц для автосамплера	Шприц ALS Agilent, 10 мкл, Blue Line (кат. № G4513-80204)
Виалы, сертифицированные для МС	5182-0716
Септа	Усовершенствованная зеленая (кат. № 5183-4761)
Лайнер	Лайнер испарителя, UI, с малым перепадом давления (кат. № 5190-2295)
Колонка	Agilent J&W DB-5ms UI, 30 м × 180 мкм × 0,18 мкм (кат. № 121-5522UI)
Линза экстрактора	9 мм (кат. № G3870-20449)

Таблица 2. Параметры метода для анализа наркотических веществ в ГХ 8890.

Параметр	Значение
Размер шприца	10 мкл
Объем вводимой пробы	1 мкл
Тип испарителя	С делением потока/без деления потока
Режим испарителя	Деление потока
Температура испарителя	250 °C
Разделенный поток	30 мл/мин
Коэффициент деления потока	20:1
Время работы в газосберегающем режиме	Выкл. мин
Режим продувки септы	Стандартный
Продувка септы	3 мл/мин
Газ-носитель	Гелий
Колонка	J&W DB-5ms UI, 20 м × 180 мкм × 0,18 мкм
Расход газа через колонку	1,5 мл/мин
Уравновешивание термостата	1 мин
Программа термостата	95 °C, 20 °C/мин до 300 °C выдержка 3,5 мин
Время анализа ГХ	13,75 мин
Транспортная линия МСД	280 °C

Таблица 3. Параметры анализа наркотических веществ в ГХ-МСД 5977 (Extractor).

Параметры ГХ-МСД 5977	
Параметр	Значение
Источник	Extractor, линза 9 мм
Высоковакуумный насос	Турбомолекулярный насос
Режим ввода	Сканирование
Допустимый диапазон	<i>m/z</i> — от 40 до 500
Алгоритм настройки	Etune
Температура источника	250 °C
Температура квадруполя	175 °C

Результаты и их обсуждение

В процессе оптимизации метода перегрузка была наиболее ощутима в отношении соединений амфетаминов, поэтому коэффициент разделения был оптимизирован относительно их формы пика. При детектировании лоразепама, оксазепам и тразодона пришлось пойти на компромисс, так как эти соединения и так дают низкий отклик по сравнению с другими наркотическими веществами в смеси. Обычно подтверждение выполняется при относительно высоких концентрациях, что дает более высокие коэффициенты разделения по сравнению с получаемыми для этой пробы среднего диапазона концентраций. При разделении 20:1 отклик был достаточным для успешного интегрирования пиков, извлечения спектров и получения высокоточного совпадения для лоразепама, оксазепам и тразодона при этих параметрах, но их более низкий отклик требует объяснения.

За счет применения высокоэффективной колонки было достигнуто превосходное разрешение. Все 28 пиков были легко идентифицируемыми, и при обработке полученных спектров с помощью библиотеки NIST каждый из пиков был должным образом идентифицирован как лучшее совпадение благодаря превосходным баллам сравнения. Применение вычитания фона, особенно при высокой температуре, значительно повысило качество сопоставления. На рис. 1 показана репрезентативная общая ионная хроматограмма (ТИС), а в таблице 4 представлены обобщенные данные по соединениям.

Было выполнено исследование воспроизводимости, и значения относительного стандартного отклонения (ОСО) времени удерживания для всех соединений, за исключением d-амфетамина и фентермина, находились в диапазоне от 0 до 0,08%. Для большинства соединений ОСО удерживания составило 0,03% для 25 повторных

вводов. Эти два соединения были исключены из статистического анализа из-за ограниченного взаимодействия с фазами, так как они элюируют непосредственно после хвоста растворителя. Высокие коэффициенты разделения улучшают воспроизводимость ранних амфетаминов, но при этом

приходится пожертвовать откликом оксазепам, лоразепама и тразодона. Были выполнены работы по улучшению отклика этих соединений⁴ с помощью традиционных колонок для ГХ-МС с диаметром 250 мкм. Такие методики также применимы и к высокоэффективным колонкам.

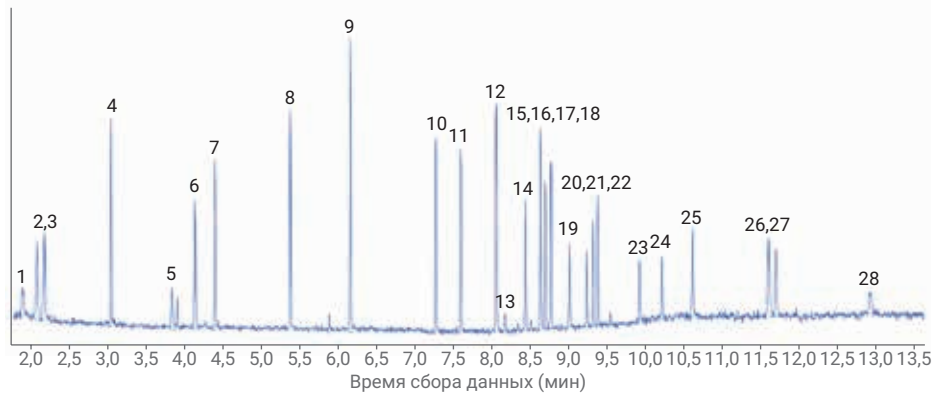


Рис. 1. Общая ионная хроматограмма ввода смеси наркотических веществ (коэффициент разделения 20:1, концентрация 5°мкг/мл, полный диапазон сканирования m/z — от 40 до 500).

Таблица 4. Обобщенные данные по соединениям.

Номер	Соединение	ВУ
1	d-амфетамин	1,85
2	Фентермин	2,05
3	Метамфетамин	2,14
4	Никотин	3,03
5	Метилendioксиамфетамин	3,83
6	Метилendioксиметамфетамин	4,14
7	Метилendioкси-N-этиламфетамин	4,40
8	Меперидин	5,40
9	Фенциклидин	6,19
10	Метадон	7,35
11	Кокаин	7,68
12	Проадифен	8,14
13	Оксазепам	8,26
14	Кодеин	8,53
15	Лоразепам	8,61
16	Диазепам	8,73
17	Гидрокодон	8,79

Номер	Соединение	ВУ
18	Тетрагидроканнабинол (ТГК)	8,86
19	Оксикодон	9,10
20	Темазепам	9,33
21	Флунитразепам	9,41
22	Героин	9,47
23	Нитразепам	10,02
24	Клоназепам	10,31
25	Алпразолом	10,72
26	Верапамил	11,71
27	Стрихнин	11,81
28	Тразодон	13,04

Выводы

Данный метод обеспечил превосходное разделение анализируемых наркотических веществ, позволив точно идентифицировать все 28 компонентов. Значения времени удерживания также воспроизводились в течение 25 вводов с ОСО 0,03%, определенным для большинства соединений. Испаритель с делением и без деления потока ГХ 8890 обеспечивает точный температурный и пневматический контроль для получения высококачественных данных с помощью высокоэффективных колонок для ГХ и ГХ-МС. При использовании высокоэффективных колонок первоочередной проблемой является перегрузка колонки, поэтому они идеально подходят для следующих случаев:

- методики, где возможны высокие коэффициенты разделения;
- допустимо снижение объемов ввода;
- целевыми соединениями являются примеси, либо известно, что они имеют низкую концентрацию.

Зачастую преимущества в отношении скорости являются результатом миграции высокоэффективных колонок, но при внедрении метода также необходимо принимать во внимание объем ввода, диапазон калибровки и необходимое разрешение. Преобразователь методов Agilent Method Translator⁵ является идеальным инструментом, позволяющим выполнить оценку и сравнение заданных значений параметров газовой хроматографии, и включает расчет емкости колонки. ГХ 8890 представляет собой комплекс нового поколения, имеющий функционал интеллектуальной технологии и обеспечивающий совместимость со всеми расходными материалами Agilent, продемонстрировавшими свою эффективность в рабочем процессе.

www.agilent.com/chem

Для использования в криминалистике.

Информация в этом документе может быть изменена без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2019.
Напечатано в США 4 февраля 2019 г.
5994-0486RU

Литература

1. Zhao, L.; Quimby, B., Analysis of Drugs of Abuse by GC/MS using the Ultra Inert Inlet Liners with Wool. *Методические рекомендации Agilent Technologies*, номер публикации 5990-7596EN, **2011**.
2. Quimby, B. Improved Forensic Toxicology Screening Using a GC/MS/NPD System with a 725-Compound DRS Database. *Методические рекомендации Agilent Technologies*, номер публикации 5989-8582EN, **2008**.
3. Churley, M.; Rodriguez, L. C. Screen More Drugs with the Agilent GC/MS Toxicology Analyzer with a High Efficiency Source. *Методические рекомендации Agilent Technologies*, номер публикации 5991-6294EN, **2017**.
4. Dang, N. A. Analyze Drugs of Abuse with Agilent J&W Ultimate Plus Tubing in an Inert Flowpath. *Методические рекомендации Agilent Technologies*, номер публикации 5991-5303EN, **2016**.
5. Канал YouTube Agilent, Method Translator Education Series (Преобразователь методов: серия обучающих роликов), <https://www.youtube.com/watch?v=Q-359Q4qD-Q>.