

# HPLC 测定收缴海洛因的含量

张亚海 周文华 张富强 张建兵 杨国栋(宁波 315010 宁波市微循环与萜类药研究所)

**摘要** 采用高效液相色谱法测定海洛因的含量,色谱柱:Nova-pak C<sub>18</sub>柱,流动相:0.05mol/L 磷酸氢二钠-磷酸二氢钠:乙腈(80:20)(pH=6.9),流速:2.0ml/min,紫外检测波长为 214nm,在海洛因浓度为 2.93 $\mu$ g/ml ~ 6000.00 $\mu$ g/ml 范围内,线性良好,回归方程为  $Y=0.026x+0.5204$ ,  $r=0.9999$ ,  $Y$  为峰面积( $\times 10^6$  毫伏·s),  $x$  为浓度( $\mu$ g/ml)。海洛因标准品检测的日内平均标准偏差为 1.42% ~ 2.16%;日间平均偏差为 2.05% ~ 2.25%;平均加样回收率为 100.45%,  $RSD$  为 1.91%。采用此方法检测了 5 个批号的收缴海洛因的含量,分别为 96.40%, 94.34%, 91.32%, 35.85%, 79.61%。

**关键词** 海洛因;高效液相色谱法

滥用药物的分析检测是当今世界禁毒斗争必不可少的一项重要科学技术。现在的毒品以海洛因为最,其检测一般常用放射免疫分析法、酶免疫分析法、薄层色谱法、气相色谱法或气-质联用分析法<sup>[1-3]</sup>。本文采用高效液相色谱法,选择适当的流动相,对海洛因的含量进行定性和定量检测,是一种理想的检测手段。

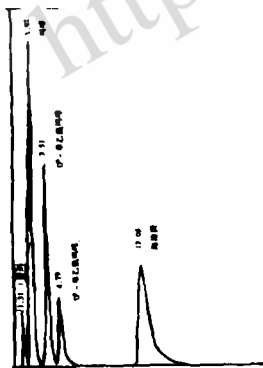
## 1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(Waters 公司),510 泵;481 可变波长的紫外检测器;Nova-pak C<sub>18</sub> 色谱柱,3.9mm  $\times$  150mm,5 $\mu$ m;海洛因、O<sup>6</sup>-单乙酰吗啡、O<sup>3</sup>-单乙酰吗啡纯品(国家麻醉品实验室)吗啡纯品(青海制药厂,批号 920521);乙腈为色谱纯;收缴海洛因样品(宁波市公安局行侦处)。

## 2 实验与结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱为 Nova-pak C<sub>18</sub>,流动相为 0.05mol/L 磷酸氢二钠-磷酸二氢钠:乙腈(80:20),缓冲液(pH=6.9),超声脱气。流动相流速为 2.0ml/min,紫外检测波长为 214nm,进样体积 20 $\mu$ l,柱箱温度为 20 $^{\circ}$ C。色谱图见附图。



附图 色谱图

### 2.2 标准曲线制备

精密称取海洛因标准品,加入流动相,分别配制成浓度为 2.93, 5.86, 11.72, 23.44, 46.88, 93.75, 187.50, 375.00, 1500.00, 3000.00, 6000.00 $\mu$ g/ml 的海洛因标准液。取上述标准液分别进样 20 $\mu$ l,依上述色谱条件进行检测,分别求得峰面积。用海洛因浓度与相应的峰面积求得回归方程。实验结果表明海洛因系列标准溶液与相应的峰面积在 2.93 ~ 6000.00 $\mu$ g/ml 范围内,有良好的线性关系,回归方程为  $Y=0.026x+0.5204$ ,  $r=0.9999$ ,  $Y$  为峰面积( $\times 10^6$  毫伏·s),  $x$  为浓度( $\mu$ g/ml)。

### 2.3 精密度试验

取海洛因标准品,加入流动相,配成 1.0mg/ml 的溶液,每隔 1h 进样 1 次,共 6 次。然后于第 2、3 天,同样每隔 1h 进样 1 次,共 3 次。求得日内平均标准偏差为 1.42% ~ 2.16%,日间平均偏差为 2.05% ~ 2.25%。

### 2.4 海洛因加样回收率试验

在已知浓度的标准海洛因溶液中分别加入一定量的标准海洛因纯品,分别进样 20 $\mu$ l,依上述色谱条件进行检测,共 6 次,分别求得峰面积。根据回归方程求得浓度,计算含量。求得海洛因平均加样回收率。实验结果表明海洛因平均加样回收率为 100.4%,  $RSD$  为 1.91%。

### 2.5 收缴海洛因样品含量检测

分别精密称取收缴海洛因样品,加入流动相,配成浓度约为 1.0mg/ml 的溶液,分别进样,依上述色谱条件进行检测,分别求得海洛因、O<sup>6</sup>-单乙酰吗啡、吗啡等峰面积。利用 O<sup>6</sup>-单乙酰吗啡、吗啡等峰面积与标准品峰面积比较,计算含量,然后通过分子量换算成相应的海洛因含量;海洛因峰面积根据回归方程求得浓度,计算含量。合并两者含量即为样品的海洛因含量。分别

检测了5个批号的收缴海洛因样品,实验结果表明,其含量分别为96.40%,94.34%,91.32%,35.85%,79.61%。结果见附表。

附表 收缴的海洛因样品含量检测结果

批号	含量(%)			海洛因	总计海洛因含量(%)
	吗啡*	O <sup>6</sup> -单乙酰吗啡*	O <sup>3</sup> -单乙酰吗啡*		
96-11-20	15.29	0.00	0.00	81.11	96.40
96-11-22	0.00	0.00	0.00	94.34	94.34
96-12-17	0.00	0.00	0.00	91.32	91.32
97-01-10	0.00	0.00	0.00	35.85	35.85
97-01-13	27.16	0.00	0.00	52.45	79.61

### 3 讨论

海洛因比较容易水解,其水解产物为O<sup>6</sup>-单乙酰吗啡、吗啡等<sup>[4]</sup>,随着检测时间的延长,海洛因因水解程度增大,测得的含量往往偏低,故应现配现测,以免影响结果。采用本高效液相色谱法初步解决了海洛因定性、定量检测。在此条件下,海洛因的主要水解产物O<sup>6</sup>-单乙酰吗啡、吗啡等与海洛因得到良好的分离,通过计算,可与海洛因相关的O<sup>6</sup>-单乙酰吗啡、吗啡等换

算成相当于海洛因的量。

致谢:感谢国家麻醉品实验室朱霁虹教授提供海洛因、O<sup>6</sup>-单乙酰吗啡、O<sup>3</sup>-单乙酰吗啡等标准品,并为本实验方法的建立提供指导。

### 参考文献

- 1 姜佐宁, 王文鹏主编. 药物滥用(临床·治疗·检测·管理). 北京: 科学出版社, 1992: 263-272.
- 2 David A, Armbruster, Robert H, Schwarzhoff, *et al.* Enzyme immunoassay, kinetic microparticle immunoassay, radioimmunoassay, and fluorescence polarization immunoassay compared for drugs of abuse screening. *Clin Chem*, 1993, 39(10): 2137-2146.
- 3 Lise Lund Kjems, Michael E, Roder, *et al.* Highly sensitive enzyme immunoassay of proinsulin immunoreactivity with use of two monoclonal antibodies. *Clin Chem*, 1993, 39(10): 2146-2150.
- 4 Ammanda J, Jenkins, Robert M, *et al.* Pharmacokinetics and pharmacodynamics of smoked heroin. *Journal of Analytical Chemistry*, October, 1994, 18: 317-330.