

尿液中苯乙胺類之檢驗方法(二)

Method of Test for Synthetic Phenethylamines in Urine (2)

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於尿液中5-(2-aminopropyl)-2,3-dihydrobenzofuran (5-APDB)等20品項苯乙胺類(品項詳見附表)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經淨化及衍生化後，以氣相層析質譜儀(gas chromatograph/mass spectrometer, GC/MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 氣相層析質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電子游離化(electron ionization, EI)。
 - 2.1.1.2. 層析管：HP-5MS毛細管，內膜厚度0.25 μm ，內徑0.25 mm \times 30 m，或同級品。
 - 2.1.2. 旋渦混合器(Vortex mixer)。
 - 2.1.3. 酸鹼度測定儀(pH meter)。
 - 2.1.4. 加熱裝置(Heater)：溫度控制可達90°C以上者。
 - 2.1.5. 氮氣濃縮裝置(Nitrogen evaporator)。
 - 2.1.6. 真空固相萃取裝置(Solid phase vacuum extraction manifold)。
 - 2.2. 試藥：甲醇、異丙醇及乙酸乙酯均採用液相層析級；醋酸、二氯甲烷及氨水(32%)均採用分析級；磷酸氫二鉀(K_2HPO_4)、磷酸二氫鉀(KH_2PO_4)、氫氧化鈉及七氟丁酸酐(heptafluorobutyric anhydride)均採用試藥級；人工尿液(UTAK 88121-CDF(L)，或同級品)；去離子水(比電阻於25°C可達18 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上)；5-APDB等20品項對照用標準品；3,4-methylenedioxyamphetamine- d_5 (MDA- d_5)及3,4-methylenedioxymethamphetamine- d_5 (MDMA- d_5)同位素內部標準品。
 - 2.3. 器具與材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL。
 - 2.3.2. 固相萃取匣：Bond Elut SPEC DAU cartridge，15 mg，3 mL，或同級品。
 - 2.3.3. 錐形底玻璃微量反應瓶：3 mL。
 - 2.4. 試劑之調製：
 - 2.4.1. 5 M氫氧化鈉溶液：

稱取氫氧化鈉200 g，以去離子水溶解使成1000 mL。

2.4.2. 0.1 M 磷酸緩衝溶液：

稱取磷酸氫二鉀 1.7 g 及磷酸二氫鉀 12.14 g，加去離子水 900 mL 溶解，以 5 M 氫氧化鈉溶液調整 pH 值至 6.0，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.3. 0.1 M 醋酸溶液：

稱取醋酸 6 g，加去離子水使成 1000 mL。

2.4.4. 沖提溶液：

取二氯甲烷 80 mL、異丙醇 20 mL 及氨水 2 mL，混合均勻。

2.5. 內部標準溶液之配製：

取同位素內部標準品各約 1 mg，精確稱定，分別以甲醇溶解並定容至 10 mL，作為內部標準原液，於 -20°C 避光儲存。臨用時取適量各內部標準原液混合，以甲醇稀釋至 10 µg/mL，供作內部標準溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

取對照用標準品各約 1 mg，精確稱定，分別以甲醇溶解並定容至 10 mL，作為標準原液，於 -20°C 避光儲存。臨用時取適量各標準原液混合，以甲醇稀釋至 10 µg/mL，供作標準溶液。

2.7. 檢液之調製：

將檢體混勻，精確量取 2 mL，加入內部標準溶液 20 µL 及 0.1 M 磷酸緩衝溶液 1 mL，混合均勻，注入預先以甲醇 1 mL 及去離子水 1 mL 潤洗之固相萃取匣，棄流出液。依序以 0.1 M 醋酸溶液 1 mL 及甲醇 1 mL 流洗，棄流出液。以氮氣吹乾 4 分鐘，再以沖提溶液 2 mL 進行沖提，收集沖提液於錐形底玻璃微量反應瓶中，於 40°C 以氮氣吹乾。殘留物加入七氟丁酸酐 50 µL 及乙酸乙酯 50 µL 進行衍生化，加蓋混勻，於 90°C 反應 15 分鐘。冷卻至室溫，於 40°C 以氮氣吹乾，殘留物以乙酸乙酯 100 µL 溶解，供作檢液。

2.8. 檢量線之製作：

取人工尿液作為空白檢體，分別添加標準溶液 10~200 µL，使體積為 2 mL，再加入內部標準溶液 20 µL 及 0.1 M 磷酸緩衝溶液 1 mL，依 2.7 節調製檢量線溶液，並依下列條件進行分析。就各苯乙胺類與其內部標準品之波峰面積比，與對應之各苯乙胺類濃度，分別製作 1~20 µg/mL 之檢量線。

氣相層析質譜分析測定條件^(註)：

層析管：HP-5MS 毛細管，內膜厚度 0.25 µm，內徑 0.25 mm ×

30 m。

層析管溫度：初溫：120°C，0.5 min；

升溫速率：15°C/min；

中溫1：180°C；

升溫速率：3°C/min；

中溫2：200°C；

升溫速率：30°C/min；

終溫：285°C，3 min。

注入器溫度：260°C。

注入量：2 μL。

移動相氣體及流速：氮氣，0.9 mL/min。

介面溫度：280°C。

離子化模式：EI，70 eV。

離子源溫度：230°C。

注入模式：不分流(splitless)。

偵測模式：選擇離子偵測(selected ion monitoring, SIM)，偵測離子如附表。

註：上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.9. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及檢量線溶液各2 μL，分別注入氣相層析質譜儀中，依2.8.節條件進行分析。就檢體與檢量線溶液所得波峰之滯留時間及相對離子強度^(註)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中各苯乙胺類之含量(ng/mL)：

$$\text{檢體中各苯乙胺類之含量(ng/mL)} = \frac{C \times V}{M} \times 10^3$$

C：由檢量線求得檢液中各苯乙胺類之濃度(μg/mL)

V：檢體最後定容之體積(0.1 mL)

M：取樣分析檢體之體積(mL)

註：相對離子強度由定性離子與定量離子之波峰面積相除而得，容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	± 10
> 20~50	± 15

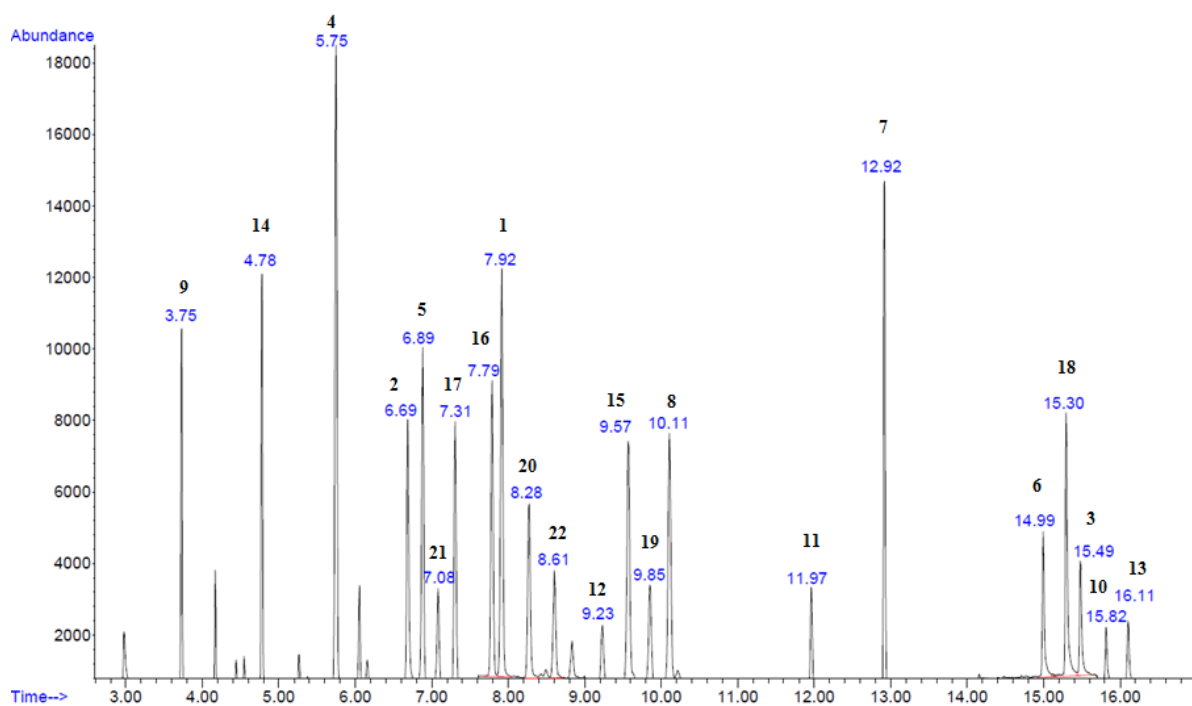
> 10~20	± 20
≤ 10	± 50

- 附註：1. 本檢驗方法之定量極限，5-APDB等20品項均為50 ng/mL。
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

Nisbet, L. A., Wylie, F. M., Logan, B. K. and Scott, K. S. 2019. Gas chromatography-mass spectrometry method for the quantitative identification of 23 new psychoactive substances in blood and urine. *J. Anal. Toxicol.* 43: 346-352.

參考層析圖譜



圖、以 GC/MS 分析尿液中 5-APDB 等 20 項苯乙胺類標準品及 MDA-d₅
等 2 項同位素內部標準品之 SIM 圖譜

附表、5-APDB等20項苯乙胺類標準品及MDA-d₅等2項同位素內部標準品
之SIM模式偵測離子

項次	分析物	偵測離子(m/z)	內部標準品
1	5-(2-Aminopropyl)-2,3-dihydrobenzofuran (5-APDB)	133*、160、134	MDA-d ₅
2	1-(4-Bromophenyl)propan-2-amine (4-BA)	240*、196、198	MDA-d ₅
3	4-Bromo-N-[(2-fluorophenyl)methyl]-2,5-dimethoxybenzeneethanamine (25B-NBF)	109*、242、244	MDMA-d ₅
4	1-(4-Chlorophenyl)propan-2-amine (4-CA)	240*、152、125	MDA-d ₅
5	1-(4-Chlorophenyl)-N-methylpropan-2-amine (4-CMA)	254*、152、210	MDA-d ₅
6	4-Chloro-N-[(2-fluorophenyl)methyl]-2,5-dimethoxybenzeneethanamine (25C-NBF)	109*、198、185	MDMA-d ₅
7	N-[(2-Chlorophenyl)methyl]-1-phenylpropan-2-amine (Clobenzorex)	125*、127、118	MDMA-d ₅
8	1-(4-Chloro-2,5-dimethoxyphenyl)propan-2-amine (DOC)	185*、212、155	MDMA-d ₅
9	N,N-Dimethyl-1-phenylpropan-2-amine (N,N-DMA)	72*、91、56	MDA-d ₅
10	2,5-Dimethoxy-N-[(2-methoxyphenyl)methyl]-3,4-dimethyl- benzeneethanamine (25G-NBOMe)	192*、121、525	MDMA-d ₅
11	2-(3,5-Dimethoxy-4-propoxyphenyl)ethanamine (Proscaline)	167*、180、435	MDMA-d ₅
12	2-(4-Ethyl-2,5-dimethoxyphenyl)ethanamine (2C-E)	179*、192、405	MDA-d ₅
13	N-(2-Fluorobenzyl)-4-iodo-2,5-dimethoxyphenethylamine (25I-NBF)	109*、290、277	MDMA-d ₅
14	1-(4-Methylphenyl)propan-2-amine (4-MA)	132*、105、240	MDA-d ₅
15	5-(2-Methylaminopropyl)-2,3-dihydrobenzofuran (5-MAPDB)	133*、160、254	MDA-d ₅
16	N-(2-Methoxyethyl)-1-phenylpropan-2-amine (PMEA)	148*、268、121	MDA-d ₅
17	1-(4-Methoxyphenyl)-N-methylpropan-2-amine (PMMA)	148*、254、210	MDA-d ₅

18	<i>N</i> -(<i>o</i> -Methoxybenzyl)-3,4-dimethoxyamphetamine (3,4-DMA-NBOMe)	121*、178、151	MDMA-d ₅
19	1-(7-Methoxy-1,3-benzodioxol-5-yl)propan-2-amine (MMDA)	165*、192、405	MDA-d ₅
20	3-(1-Phenylpropan-2-ylamino)propanenitrile (Fenproporex)	293*、118、56	MDA-d ₅
21	3,4-Methylenedioxyamphetamine-d ₅ (MDA-d ₅) (I.S.)	167*	-
22	3,4-Methylenedioxymethamphetamine-d ₅ (MDMA-d ₅) (I.S.)	258*	-

*定量離子