

液相色谱-电喷雾离子阱质谱联用分析 毛发中 6 种合成大麻素

姜利民¹, 陈学国¹, 张昊培¹, 姚伟宣², 许英健¹

(1. 中国刑警学院 法化学系, 辽宁 沈阳 110854;

2. 浙江警察学院 刑事科学技术系, 浙江 杭州 310053)

摘要: 作为第三代毒品中重要的一类, 合成大麻素类新精神活性物质被当做大麻的替代品而滥用严重, 已经引起社会的广泛关注. 基于液相色谱-质谱联用技术的优势与特点, 建立了毛发样品中 JWH-073、MAM-2201、JWH-015、JWH-203、JWH-018、JWH-007 等 6 种合成大麻素类新精神活性物质的液相色谱-电喷雾离子阱质谱联用定性、定量分析方法. 毛发样品经剪段、清洗后, 用甲醇超声提取, 进样分析, 6 种目标化合物的质量浓度在 3~200 ng/mg 之间具有良好的线性关系, 相关系数大于 0.990 1, 定量限小于 3 ng/mg, 检出限小于 1 ng/mg, 精密度小于 9.99%, 提取回收率为 90.69%~97.88%. 建立的方法样品处理简便、检测灵敏度高、专属性强、重现性好, 可为打击新型毒品违法犯罪活动, 遏制新型毒品蔓延提供科学理论依据与技术支持, 具有重要的现实意义.

关键词: 法医毒物分析; 合成大麻素; 毛发; 液相色谱-质谱; 离子阱

中图分类号: O657.63

文献标志码: B

文章编号: 1006-3757(2020)03-0169-10

DOI: 10.16495/j.1006-3757.2020.03.003

Simultaneous Analysis of Six Synthetic Cannabinoids in Hair by Liquid Chromatography-Electrospray Ion Trap Mass Spectrometry

JIANG Li-min¹, CHEN Xue-guo¹, ZHANG Hao-pei¹, YAO Wei-xuan², XU Ying-jian¹

(1. Department of Forensic Chemistry, Criminal Investigation Police University of China, Shenyang 110854, China;

2. Department of Forensic Science, Zhejiang Police College, Hangzhou 310053, China)

Abstract: As the substitutes of cannabis, synthetic cannabinoids are widely abused as the typical category of the 3rd abused drugs, which has aroused widespread concern of the society. The harm of abusing of synthetic cannabinoids are increasing day by day. In this paper, an approach for the simultaneous analysis of new psychoactive substances in hair by liquid chromatography-electrospray ion trap mass spectrometry has been established and applied to the qualitative and quantitative analysis of 6 synthetic cannabinoids, including JWH-073, MAM-2201, JWH-015, JWH-203, JWH-018 and JWH-007. The hair sample was cut and cleaned, and then ultrasonic extracted with methanol. Linear calibration curves showed a good linearity in the range 3~200 ng/mg, with coefficients of greater than 0.990 1, the limit of quantification was less than 3 ng/mg, the limit of detection was less than 1 ng/mg, the precisions were less than 9.99%, and the recoveries from spiked hair samples varied from 90.69% to 97.88%. The experimental results showed that the analytical strategy could

收稿日期: 2020-07-01; 修订日期: 2020-07-31.

基金项目: 公安部技术研究计划重点项目 (No. 2018JSYJC21), 浙江省毒品防控技术研究重点实验室开放课题 (No. 2019002), 公安部 2020 年度刑事技术“双十计划”重点攻关任务立项项目 (No. 2020SSGG0503)

作者简介: 姜利民 (1998-), 女, 硕士研究生, 学士学位, 从事滥用药物分析方法研究

通信作者: 陈学国, 男, 博士, 教授, 主要从事毒物毒品分析及药物代谢技术研究, E-mail: dicpchenxg@hotmail.com;

姚伟宣, 男, 博士, 副教授, 从事法医毒理学研究, E-mail: yaoweixuan82@163.com.

provide scientific basis and evidence support for the identification, detection and litigation of drug-related cases.

Key words: forensic toxicology; synthetic cannabinoid; hair; liquid chromatography-mass spectrometry; ion tap

作为药用植物使用的大麻具有成瘾性,其主要活性成分是以四氢大麻酚(THC)为代表的一系列大麻素类物质^[1].合成大麻素(synthetic cannabis)则是2004年以来,人们在大麻的替代品中发现的与THC结构相似的一类化学物质,是毒品市场上频繁出现的被称为“K2”、“K3”、“小树枝”、“莫合烟”、“娜塔莎”等的主要成分.作为第三代毒品中种类最多、滥用最严重的主要品种^[2],合成大麻素类新精神活性物质一般是通过将一种或几种合成大麻素溶解于有机溶剂中,喷洒在香料或草药上,干燥后形成植物熏香,通过卷成烟卷燃烧进行吸食.吸食者以青少年人群居多,其危害性与日俱增^[3].迄今为止,合成大麻素类新精神活性物质数量已达600余种,根据分子结构是否与THC有关,可以分为传统大麻素和非传统大麻素两类,也可以依照化学骨架结构不同分为萘甲基吲哚类、萘甲酰基吲哚类、萘甲酰基吡咯类、萘甲基茛类、苯乙基吲哚类和环乙基苯酚类等^[4].

关于合成大麻素类新精神活性物质检测的报道,以毒品违法犯罪案件物证鉴定方法应用居多,主要集中在植物^[5]、血液^[6]、尿液^[7]等样品中,单一品种合成大麻素的高效液相色谱法^[8]、质谱法^[9]、气相色谱-质谱联用法^[10]、液相色谱-质谱联用法(LC-MS)^[11]、毛细管电泳法^[12]、核磁共振法^[13]和红外光谱法^[14]等.毛发样品中该类毒品检测的LC-MS分析方法研究报道较少,李超^[15]等建立了毛发中两种合成大麻素的LC-MS分析方法,主要研究了毛发样品3种前处理方法的性能,通过比较回收率和基质效应差异,全面考察了球形研磨酸性甲醇超声提取、碱消解和酸消解等3种毛发前处理方法的优缺点.

涉毒案件中的毒品检测与尿液、血液等生物样品相比,毛发样品具有采样方式简单、易操作、检材稳定、结果可信性强和检测期限宽等优点,不仅可以避免临时性摄入药物的干扰,而且可以进行毒品滥用模式确定^[16].作为现代分析科学技术领域中应用最为广泛的分离与检测手段之一,LC-MS技术在环境科学、生命科学、法庭科学和航天科学等领域广泛使用,具有灵敏度高、专属性好、样品处理简单、快速等优越性^[17],尤其是液相色谱-离子阱质谱(LC-ITMS)联用,已经被应用于动物毒素、植物毒素、农药和安眠镇静类药物等分析,得到了满意结果^[18].

本文利用液相色谱-电喷雾离子阱质谱联用仪,对毛发样品中的1-丁基-3-(1-萘甲酰基)吲哚(JWH-073)、1-(5-氟戊基)-3-(4-甲基-1-萘甲酰基)吲哚(MAM-2201)、2-甲基-1-丙基-3-(1-萘甲酰基)吲哚(JWH-015)、1-戊基-3-(2-氯苯乙酰基)吲哚(JWH-203)、1-戊基-3-(1-萘甲酰基)吲哚(JWH-018)、2-甲基-1-戊基-3-(1-萘甲酰基)吲哚(JWH-007)等6种合成大麻素类新精神活性物质进行检测.试验结果表明,所建立的液相色谱-电喷雾离子阱质谱联用定性、定量检测毛发中合成大麻素类新精神活性物质的方法快速、高效、灵敏,结果可靠、可信,实用性强.

1 试验部分

1.1 试剂

JWH-073、MAM-2201、JWH-015、JWH-203、JWH-018、JWH-007等6种合成大麻素类新精神活性物质标准溶液购自美国Cerilant公司(1.0 mg/mL,乙腈);甲醇、乙腈(色谱纯)购自沈阳禹王化玻仪器有限公司;乙酸铵(色谱纯)购自Dima公司;丙酮、甲酸(分析纯)购自天津市化学试剂六厂;水为Milli-Q超纯水;空白毛发样品由近期末服用任何药物的健康志愿者提供.

1.2 仪器

液相色谱-质谱联用仪包括Finnigan Surveyor高效液相色谱仪、LXQ线性离子阱质谱仪,配有电喷雾离子源(美国Thermo Fisher公司);HC-3018型离心机(安徽中科中佳科学仪器有限公司);KQ2200E型超声波清洗器(昆山超声仪器有限公司);XW-80A型微型旋涡混合仪(上海沪西分析仪器有限公司);QB-600型高速振荡混合器(江苏海门市其林贝尔仪器制造有限公司);BSA 224S-CW型电子分析天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司).

1.3 试验条件

1.3.1 色谱条件

色谱柱:Thermo Gold ODS(150 mm×2.1 mm, 5 μm);柱温:30℃;流动相:甲醇(A)-5 mmol/L乙酸铵溶液(0.1%甲酸,pH=3.0,B),梯度洗脱:0~1 min,20% B;1~6 min,10% B→90% B;6~12 min,90% B;流速:0.20 mL/min;进样体积:10 μL.

1.3.2 质谱条件

电喷雾离子化源(ESI),正离子方式检测,全离子扫描、选择反应监测(SRM)扫描模式,全离子扫描范围为50–500 Da;毛细管温度为350 ℃,雾化气、加热辅助气和吹扫气流量分别为30.00、8.00和2.00 L/min;源电压、毛细管电压和套管透镜补偿电压分别为5.00 kV、1.00和5.00 V.

1.4 毛发样品制备与处理

毛发样品制备:空白毛发样品先后用适量丙酮、去离子水涡旋振荡洗涤,室温条件下自然晾干后,用剪刀剪成0.1 cm左右的小段,准确称取剪碎后的毛发样品适量,加入一定量不同浓度的6种合成大麻素类新精神活性物质标准溶液的甲醇稀释溶液,涡旋振荡1 min后,静置浸泡24 h,弃去溶液,取出毛发样品,自然晾干后,制备得到含有不同浓度6种合成大麻素类新精神活性物质的毛发样品.

毛发样品处理:准确称取毛发样品50 mg,加入1.0 mL 甲醇,涡旋振荡1 min后,超声提取3 min,10 000 r/min转速离心3 min,取上清液,用0.22 μm

有机滤膜过滤,滤液供LC-MS测定.

2 结果与讨论

2.1 质谱条件优化

LC-MS分析中,质谱条件决定着定性、定量分析时的可靠性与准确性,因此,必须根据选择的质谱检测器类型、待测物结构特点,对目标物的LC-MS检测质谱条件进行优化.依照表1中列出的JWH-073、MAM-2201、JWH-015、JWH-203、JWH-018、JWH-007等6种合成大麻素类新精神活性物质的分子结构特征,结合离子阱质谱检测器的特点,参考相关文献报道^[19],本文选择正离子化模式(ESI⁺)进行毛发样品中6种目标物的同时检测.为了优化质谱分析参数,蠕动泵以0.01 mL/min的流速,分别将质量浓度为50 ng/mL的6种目标物标准溶液的甲醇稀释溶液注入ESI电离源,在正离子化模式、全扫描方式下对JWH-073、MAM-2201、JWH-015、JWH-203、JWH-018、JWH-007等6种化合物分别进行一级质谱分析,得到各自的质谱特征离子,结果如表2所列.

表1 6种合成大麻素类新精神活性物质的化学结构信息列表
Table 1 Chemical structures of six synthetic cannabinoids

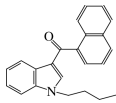
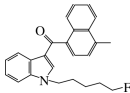
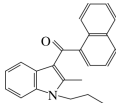
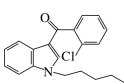
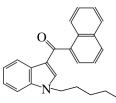
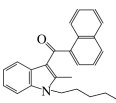
序号	名称	化学名称	分子式	分子量	CAS 号	化学结构式
1	JWH-073	1-丁基-3-(1-萆甲酰基)吡啶	C ₂₃ H ₂₁ NO	327.42	208987-48-8	
2	MAM-2201	1-(5-氟戊基)-3-(4-甲基-1-萆甲酰基)吡啶	C ₂₅ H ₂₄ FNO	373.46	1354631-24-5	
3	JWH-015	2-甲基-1-丙基-3-(1-萆甲酰基)吡啶	C ₂₃ H ₂₁ NO	327.42	155471-08-2	
4	JWH-203	1-戊基-3-(2-氯苯乙酰基)吡啶	C ₂₁ H ₂₂ ClNO	339.86	864445-54-5	
5	JWH-018	1-戊基-3-(1-萆甲酰基)吡啶	C ₂₄ H ₂₃ NO	341.45	209414-07-3	
6	JWH-007	2-甲基-1-戊基-3-(1-萆甲酰基)吡啶	C ₂₅ H ₂₅ NO	355.47	155471-10-6	

表 2 6 种合成大麻素类新精神活性物质的 LC-ITMS 参数
Table 2 Experimental parameters of six synthetic cannabinoids

序号	名称	保留时间/min	$[M+1]^+$ /(m/z)	MS/MS /(m/z)	MS ³ /(m/z)
1	JWH-073	6.03	328.3	155.0	127.0
2	MAM-2201	6.55	374.3	169.1	141.1
3	JWH-015	7.13	328.3	155.0	127.0
4	JWH-203	8.29	340.3	188.2	132.1
5	JWH-018	9.40	342.3	155.0	127.0
6	JWH-007	10.75	356.3	155.0	127.0

从表 2 可以看出,6 种化合物的一级质谱分析,均能得到各自的特征离子峰. 该特征离子峰与化合物分子量有密切关系,为 $[M+1]^+$ 分子离子峰,未见聚合体及其它加合离子峰. 然后,继续对一级质谱分析得到的准分子离子峰进行碰撞诱导解离(CID)分析,得到其二级全扫描质谱特征离子. 选择丰度最大的碎片离子,继续分析,得到三级全扫描质谱图. 选择丰度最大的碎片离子为特征离子,由此确定各目标物的 LC-ITMS 联用定性和定量分析特征离子,结果如表 2 所列. 随后,优化液相色谱-电喷雾离子阱质谱联用仪相关参数,使各个特征离子响应值最大,最终得到 6 种合成大麻素类新精神活性物质 LC-ITMS 分析的最优化质谱条件.

2.2 色谱条件优化

液相色谱-质谱联用分析合成大麻素类新精神活性物质,反相液相色谱模式^[20]最为常见,色谱柱通常选用 ODS 柱或 C₁₈ 柱. 因此,本文选择相同的色谱分离模式与色谱柱类型,为了得到 JWH-073、MAM-2201、JWH-015、JWH-203、JWH-018、JWH-007 等 6 种合成大麻素类新精神活性物质分析最佳条件,需要选择合适的 LC-MS 流动相条件. 分别以甲醇、乙腈和水、5 mmol/L 乙酸铵水溶液(0.1%甲酸,pH=3.0)、0.1%甲酸水溶液为流动相,考察了所有目标物的色谱行为. 通过比较得到的各个目标物的保留时间、分离度与色谱峰峰型等特征差异,兼顾绿色、环保、低成本等理念,确定甲醇-5 mmol/L 乙酸铵溶液(0.1%甲酸,pH=3)为流动相. 流动相在等度洗脱模式下,6 种目标物的分离效果不理想,因此采用梯度洗脱的方式,通过调整梯度洗脱参数,得到最佳的色谱流动相洗脱条件. 优化色谱条件下,6 种合成大麻素类新精神活性物质的 LC-ITMS 分析谱图如图 1 所示.

由图 1 可见,本文选择的 6 种合成大麻素类新

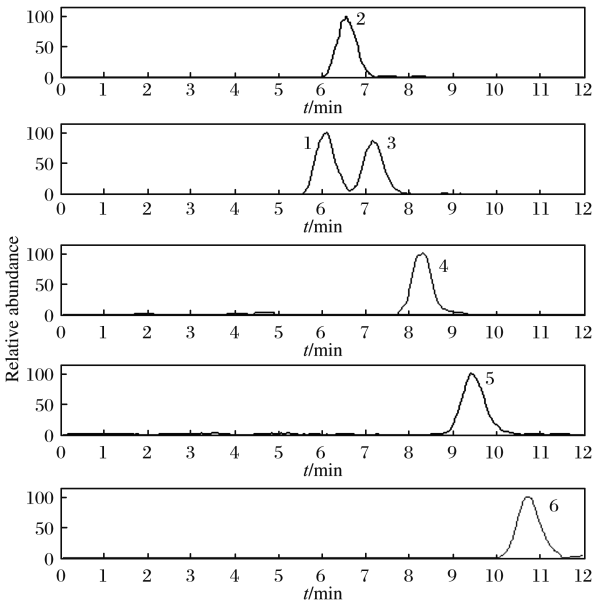


图 1 优化分析条件下 6 种合成大麻素类新精神活性物质的液相色谱-质谱分析色谱图

Fig.1 Chromatograms of six synthetic cannabinoids under optimal LC-MS conditions
色谱峰

Peaks: (1) JWH-073, (2) MAM-2201, (3) JWH-015, (4) JWH-203, (5) JWH-018, (6) JWH-007

精神活性物质属于疏水性较强的化合物,在选用的 ODS 色谱柱上,色谱保留行为较强,这与表 1 中所示的化学结构特点息息相关. 由表 1 可见,6 种目标物分子量较大,具有相同的骨架结构,均含有萘环和吡啶杂环,差异主要体现在取代基种类不同或者取代基位置不同. 按照合成大麻素类新精神活性物质分类方法,JWH-073、MAM-2201、JWH-015、JWH-018 和 JWH-007 属于萘甲酰吡啶类,JWH-203 属于苯乙酰吡啶类,相似的化学结构决定了它们在色谱柱上的保留行为相差无几,这也导致无论如何调节流动相种类与组成条件,6 种目标化合物之间都

不能达到基线分离,尤其是 JWH-073、MAM-2201 和 JWH-015. 但是,采用 LC-MS 方法检测时,目标物的色谱保留行为并不十分重要,因为质谱分析选择性强,尤其是采用离子阱质谱检测,完全可以根据目标化合物的二级质谱和三级质谱分析碎片离子特征进行定性分析,在 LC-MS 分析总离子流色谱图中提取特征选择离子,得到选择离子色谱图,即采用 SRM 扫描模式进行定量分析. 因此,LC-ITMS 分析,不仅可以避免色谱分离中达不到基线分离的各个目标物之间的相互干扰,而且能够保证分析结果具有更强的可信性、更高的准确度.

2.3 定性分析

LC-ITMS 定性分析,主要根据不同目标物所具有的各自色谱保留行为和各级质谱分析特征离子完成. 本文在优化的 LC-ITMS 色谱与质谱条件下,首先,对 6 种合成大麻素类新精神活性物质进行液相色谱-质谱联用全离子扫描模式分析,得到了各自的色谱保留时间和一级质谱特征离子峰. 然后,为了得到更精准的结构特征信息,进一步借助 LC-MSⁿ 技术进行深入分析,得到各自的二级质谱 (MS/MS) 和三级质谱 (MS³) 碎片离子特征峰,结果如表 2 所列,图 2~7 所示.

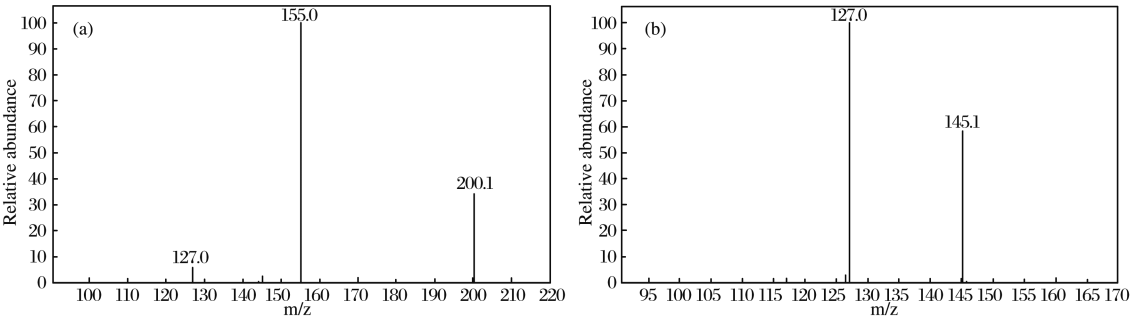


图 2 JWH-073 的 LC-MS 分析二级 (a) 和三级 (b) 质谱图
Fig. 2 MS/MS and MS³ of JWH-073

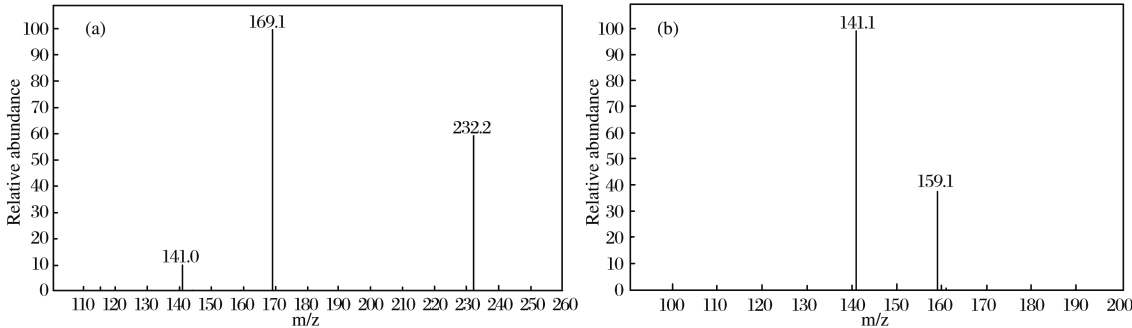


图 3 MAM-2201 的 LC-MS 分析二级 (a) 和三级 (b) 质谱图
Fig. 3 MS/MS and MS³ of MAM-2201

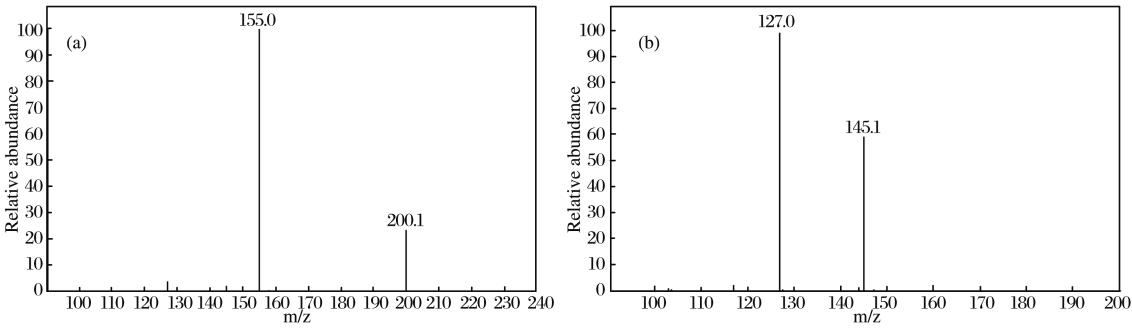


图 4 JWH-015 的 LC-MS 分析二级 (a) 和三级 (b) 质谱图
Fig. 4 MS/MS and MS³ of JWH-015

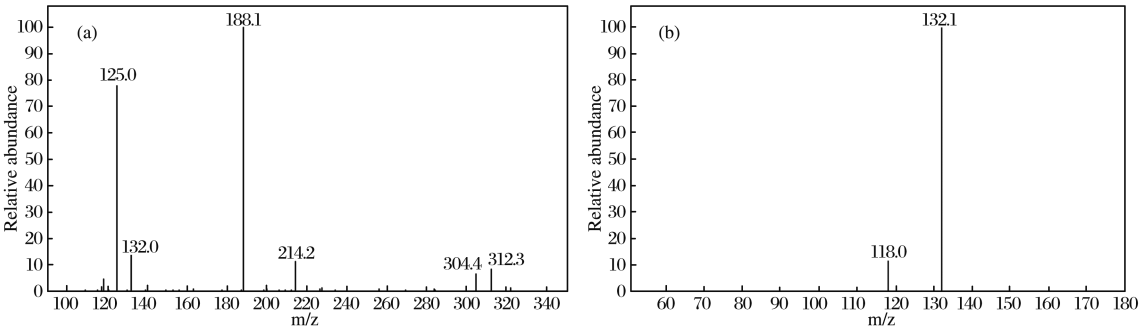


图 5 JWH-203 的 LC-MS 分析二级 (a) 和三级 (b) 质谱图

Fig. 5 MS/MS and MS³ of JWH-203

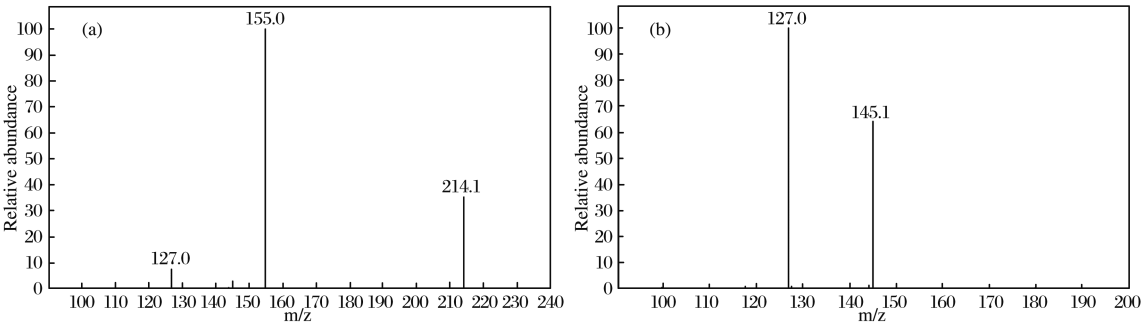


图 6 JWH-018 的 LC-MS 分析二级 (a) 和三级 (b) 质谱图

Fig. 6 MS/MS and MS³ of JWH-018

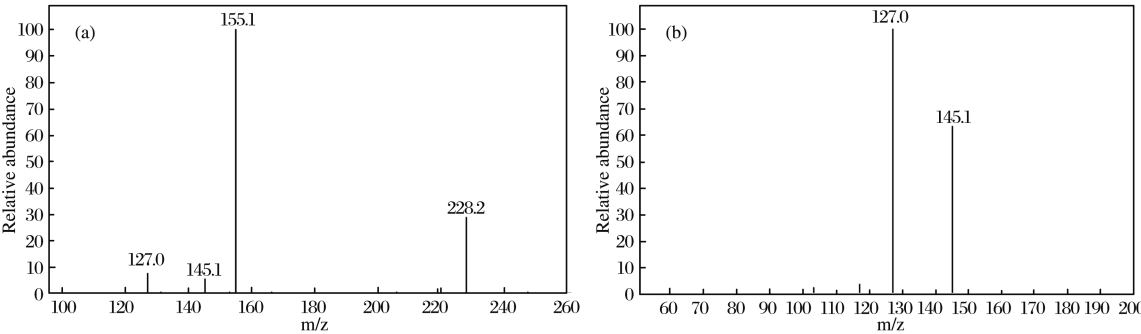
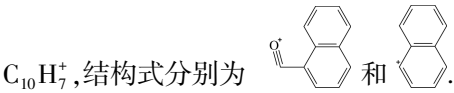


图 7 JWH-007 的 LC-MS 分析二级 (a) 和三级 (b) 质谱图

Fig. 7 MS/MS and MS³ of JWH-007

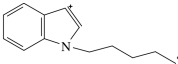
由图 2~7 可见,6 种合成大麻素类新精神活性物质的 LC-ITMS 分析质谱图均显示出明显的差异性特征离子峰,一级质谱图中丰度最高的特征离子均为准分子离子 $[M+H]^+$,MS/MS 和 MS³ 碎片离子特征峰各有差异,特征性强. 综合分析表 1、2 和图 2~7 的试验结果,可以发现采用 LC-ITMS 分析 6 种合成大麻素类新精神活性物质的色谱行为与质谱特征的差异和规律. JWH-073 和 JWH-015 分子式相同,属于同分

异构体,分子量也相同,均为 327.42,其 LC-MSⁿ 各级质谱特征离子也一样,分别为 m/z 328.3、 m/z 155.0 和 m/z 127.0,根据参考文献^[17],推断其二级质谱和三级质谱对应的特征离子分子式分别为 $C_{11}H_7O^+$ 和



虽然两个化合物的质谱特征相同,但是由于分子结构不同,所以两个化合物的色谱保留行为有差

异,保留时间分别为 6.03、7.13 min. JWH-073、JWH-015、JWH-018 和 JWH-007 的色谱保留行为不同,一级质谱特征离子不同,但是二级质谱和三级质谱特征离子相同. 由此可见,在离子阱质谱分析该类母体结构相似的化合物时,最容易先在它们相似的母体结构中,相同位置即羰基左侧的化学键发生断裂. 软电离条件下,经过二级串联质谱分析,得到特征碎片离子 m/z 155.0. 然后在三级质谱分析时,继续碎裂,得到三级质谱特征碎片离子 m/z 127.0. MAM-2201 的二级质谱特征碎片离子为 m/z 169.1,与 JWH-073、JWH-015、JWH-018 和 JWH-007 的相比差 14 Da. 三级质谱特征离子也如此,这说明它们具有相似的骨架结构,比较它们之间的分子结构差异,发现这是由于质谱分析时化学键断裂位置相同,但其分子结构中吡啶环上多了一个甲基引起的. 同样,比较 JWH-203 与其他 5 种化合物的 LC-ITMS 分析结果,其化学键断裂位置也是羰基左侧,断裂后得到 m/z 188.2 的二级质谱特征离子

$C_{13}H_{18}N^+$,推断其结构式为. 然后在三级质谱分析时,继续碎裂得到 m/z 132.1 的特征离子峰 $C_9H_{10}N^+$,推断其结构式为.

由此可见,综合分析各个目标物的色谱保留时间和 LC-MSⁿ 分析二级质谱及三级质谱碎片特征离子,可以找到 6 种母体结构相似的合成大麻素类新

精神活性物质 LC-ITMS 分析的共同之处与差异点,总结出该类化合物的 LC-MS 分析规律与质谱特征,从而为该类物质的结构鉴定或成分确证提供可靠的理论依据,为毒品违法犯罪案件中相关物证的鉴定提供科学技术支持.

2.4 定量分析

分别取添加质量浓度为 5、10、50、100、200 ng/mg 的 JWH-073、MAM-2201、JWH-015、JWH-203、JWH-018、JWH-007 等 6 种合成大麻素类新精神活性物质的毛发样品各 3 份,按照“1.4”项下方法进行处理,分析得到的提取液. 每个样品进样 3 次,得到各目标物不同浓度对应的 LC-MS 分析色谱峰峰面积,分别以毛发样品中各目标物的浓度 (X) 为横坐标,相应的平均峰面积 (Y) 为纵坐标,进行线性回归,拟合计算得到各自的工作曲线方程及相关系数,结果列于表 3. 由表 3 可知,采用该定量方法检测毛发样品中的 6 种合成大麻素类新精神活性物质,其质量浓度在 3 ~ 200 ng/mg 之间具有良好的线性关系.

以信噪比等于 3 为标准,计算得到毛发样品中 JWH-073、MAM-2201、JWH-015、JWH-203、JWH-018、JWH-007 等 6 种合成大麻素类新精神活性物质的最低检出限低于 1 ng/mg. 同样,以信噪比等于 10 为标准,计算得到各目标物的定量限低于 3 ng/mg,结果如表 3 所列.

表 3 毛发样品中 6 种合成大麻素类新精神活性物质的 LC-MS 定量分析结果
Table 3 Quantitative analysis results of six synthetic cannabinoids in hair with LC-MS

序号	名称	线性方程	相关系数 /(R)	定量限 /(ng/mg)	检出限 /(ng/mg)
1	JWH-073	$Y=176X+241.59$	0.990 1	2	0.7
2	MAM-2201	$Y=908X+138.52$	0.993 6	1	0.3
3	JWH-015	$Y=150X+140.57$	0.991 6	2	0.7
4	JWH-203	$Y=581X+146.13$	0.994 5	2	0.7
5	JWH-018	$Y=144X+1\ 150.6$	0.994 7	3	1.0
6	JWH-007	$Y=144X+49.541$	0.999 8	1	0.3

分别取添加质量浓度为 5、50、200 ng/mg 的 JWH-073、MAM-2201、JWH-015、JWH-203、JWH-018、JWH-007 等 6 种合成大麻素类新精神活性物质的毛发样品各 3 份,按照“1.4”项下方法进行处

理,提取液分别进样分析,根据精密度公式,计算得到低、中、高 3 个浓度对应的日内精密度,低于 6.81%.连续提取测定 3 天,计算得到日间精密度,低于 9.99%.同时取质量浓度为 5、50、200 ng/mg 的 6

种目标物标准溶液进样分析,根据提取回收率公式, 90.69%~97.88%,结果如表 4 所列. 计算得到低、中、高 3 个浓度的提取回收率为

表 4 毛发样品中 6 种合成大麻素类新精神活性物质 LC-MS 分析精密度与回收率
Table 4 Precisions and recoveries of six synthetic cannabinoids in hair with LC-MS

序号	名称	质量浓度 /(ng/mg)	日内精密度 /%	日间精密度 /%	提取回收率 /%
1	JWH-073	5	0.83	5.27	92.52
		50	0.65	6.48	94.38
		200	1.34	5.31	91.89
2	MAM-2201	5	2.71	5.11	94.27
		50	1.89	4.47	91.53
		200	2.37	5.02	93.78
3	JWH-015	5	4.95	6.42	90.69
		50	4.71	6.19	95.85
		200	3.83	5.86	96.31
4	JWH-203	5	6.81	7.99	91.52
		50	6.41	7.93	92.46
		200	5.93	6.82	94.62
5	JWH-018	5	2.95	4.05	92.42
		50	2.34	3.97	94.95
		200	1.83	3.58	96.71
6	JWH-007	5	1.05	8.74	90.82
		50	0.18	9.99	97.88
		200	1.53	8.98	93.61

2.5 案例应用

2019 年 8 月 16 日,XX 市公安局禁毒支队民警抓获涉毒人员张 XX,在其身上发现可疑植物叶粉末 2 袋. 利用本文建立的方法,在该粉末中检出 MAM-2201 成分,在张 XX 毛发中也检出该成分,质量浓度为 16 ng/mg,检测结果为其持有与吸食毒品行为的认定提供了科学依据.

3 结论

本文结合高效液相色谱分析分离效果好、质谱检测专属性强的特点,建立了毛发样品中 JWH-073、MAM-2201、JWH-015、JWH-203、JWH-018、JWH-007 等 6 种合成大麻素类新精神活性物质的液相色谱-电喷雾离子阱质谱联用定性、定量分析

方法. 试验结果表明,毛发样品中 6 种目标化合物质量浓度在 3~200 ng/mg 之间具有良好的线性关系,定量限低于 3 ng/mg,检出限低于 1 ng/mg,相对标准偏差小于 9.99%,提取回收率为 90.69%~97.88%. 所建立的方法,样品处理简便、检测灵敏度高、专属性强、重现性好. 将该方法应用于毒品违法犯罪案件物证鉴定中,为毒品违法犯罪行为的认定提供了科学依据,说明建立的方法能够满足司法鉴定工作的要求,具有一定的实用性.

参考文献:

[1] 吴玉红, 钟岩. 禁毒化学技术[M]. 北京: 中国人民公安大学出版社, 2015. [WU Yu-hong, ZHONG Yan. Anti-drug chemistry technology [M]. Beijing:

- People's Public Security University of China Press, 2015.]
- [2] 花镇东, 贾薇. 新精神活性物质分析手册[M]. 北京: 中国人民公安大学出版社, 2013. [HUA Zhen-dong, JIA Wei. Handbook of new psychoactive substances analysis [M]. Beijing: People's Public Security University of China Press, 2013.]
- [3] 吴忠平, 郑水庆, 严松茂, 东国卿, 张立, 汪蓉, 梁晨, 张润生. 气相色谱-质谱结合准确质量测定快速鉴定合成大麻素[J]. 分析测试技术与仪器, 2012, 18(4): 197-203. [WU Zhong-ping, ZHENG Shui-qing, YAN Song-mao, DONG Guo-qing, ZHANG Li, WANG Rong, LIANG Chen, ZHANG Run-sheng. Rapid identification of synthetic cannabinoids by GC/MS with accurate mass measurement[J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2012, 18(4): 197-203.]
- [4] 林宽, 王继芬, 徐多麒. 合成大麻素类新精神活性物质检验方法研究进展[J]. 化学通报, 2017, 80(4): 334-340. [LIN Kuan, WANG Ji-fen, XU Duo-qi. Research progress in methods for determination of synthetic cannabinoids[J]. Chemistry Bulletin, 2017, 80(4): 334-340.]
- [5] 徐秀明. 液相色谱-串联质谱法测定植物样品中6种合成大麻素[J]. 理化检验(化学分册), 2017, 53(11): 1291-1295. [XU Xiu-ming. LC-MS/MS determination of 6 synthetic cannabinoids in plant sample[J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis, 2017, 53(11): 1291-1295.]
- [6] 林宽, 王继芬, 吕昱帆, 徐多麒, 张蕾萍. 超高效液相色谱串联质谱法检验全血中三种合成大麻素[J]. 分析实验室, 2017, 36(8): 894-899. [LIN Kuan, WANG Ji-fen, LV Yi-fan, XU Duo-qi, ZHANG Lei-ping. Determination of synthetic cannabinoids in blood by UPLC/MS/MS [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2017, 36(8): 894-899.]
- [7] 林宽. 超高效液相色谱串联质谱技术检验体液中三种常见合成大麻素[D]. 中国人民公安大学, 2018. [LIN Kuan. Determination of three common synthetic cannabinoids in body fluids by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[D]. People's Public Security University of China Press, 2018.]
- [8] 苗翠英, 邱志远, 翟晚枫, 魏巍, 全雪峰, 王兆玉. 合成大麻素 JWH-250 的高效液相色谱分析方法研究[J]. 刑事技术, 2015, 40(5): 396-399. [MIAO Cui-ying, QIU Zhi-yuan, ZHAI Wan-feng, WEI Wei, QUAN Xue-feng, WANG Zhao-yu. Determination of synthetic cannabinoid JWH-250 by HPLC [J]. Forensic Science and Technology, 2015, 40(5): 396-399.]
- [9] 闵涛, 张瑛, 刘少丹, 张大明. DART-MS/MS 快速检测人血中的3种合成大麻素[J]. 中国法医学杂志, 2017, 32(4): 388-392. [MIN Tao, ZHANG Ying, LIU Shao-dan, ZHANG Da-ming. Rapid screening of 3 synthetic cannabinoids in blood by direct analysis in real time mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Forensic Medicine, 2017, 32(4): 388-392.]
- [10] 钱振华, 乔宏伟, 花镇东. 气相色谱-质谱联用法同时测定8种合成大麻素[J]. 中国法医学杂志, 2015, 30(1): 1-4. [QIAN Zhen-hua, QIAO Hong-wei, HUA Zhen-dong. Determination of 8 synthetic cannabinoids by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Forensic Medicine, 2015, 30(1): 1-4.]
- [11] 徐秀明. 液相色谱-串联质谱法检测合成大麻素 MAM-2201[J]. 中国司法鉴定, 2019, 102(1): 31-34. [XU Xiu-ming. Detection of synthetic cannabinoid MAM-2201 by LC-MS/MS [J]. Chinese Journal of Forensic Medicine, 2019, 102(1): 31-34.]
- [12] Akamatsu S, Mitsuhashi T. MEKC-MS/MS method using a volatile surfactant for the simultaneous determination of 12 synthetic cannabinoids[J]. Journal of Separation Science, 2014, 37(3): 304-307.
- [13] 李彭, 赵阳, 赵彦彪, 杨虹贤, 高利生. 核磁共振技术及定量核磁共振技术在毒品分析中的应用[J]. 刑事技术, 2017, 42(4): 312-323. [LI Peng, ZHAO Yang, ZHAO Yan-biao, YANG Hong-xian, GAO Li-sheng. NMR and qNMR for drug analysis [J]. Forensic Science and Technology, 2017, 42(4): 312-323.]
- [14] Simolka K, Lindigkeit R, Schiebel H M, Uli Papke U, Ernst L, Beuerle T. Analysis of synthetic cannabinoids in spice-like herbal highs: snapshot of the German market in summer 2011[J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2012, 404(1): 157-171.
- [15] 李超, 徐多麒, 王继芬, 覃士扬, 辛国斌, 王燕燕. 高效液相色谱-串联质谱法检验毛发中两种合成大麻素[J]. 科学技术与工程, 2019, 19(28): 30-34. [LI Chao, XU Duo-qi, WANG Ji-fen, QIN Shi-yang, XIN Guo-bin, WANG Yan-yan. Determination of two synthetic cannabinoids in hair by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Science Technology and Engineering, 2019, 19(28):

- 30-34.]
- [16] 沈敏. 毛发分析基础及应用[M]. 北京: 科学技术出版社, 2010. [SHEN Min. Basic and application of hair analysis[M]. Beijing: Science and Technology Press, 2010.]
- [17] 向平, 沈敏, 卓先义. 液相色谱-质谱联用技术在药物和毒物分析中的应用[M]. 上海: 科学技术出版社, 2009. [XIANG Ping, SHEN Min, ZHUO Xian-yi. Application of LC-MS in the analysis of medicines and drugs[M]. Shanghai: Science and Technology Press, 2009.]
- [18] 陈学国, 张婷. 液相色谱-串联质谱法测定策划药物 MDPV 及其代谢物[J]. 药物分析杂志, 2015, 35 (2): 311 - 316. [CHEN Xue - guo, ZHANG Ting. Simultaneous analysis of designer drug methylenedioxy-pyrovalerone and its metabolites by liquid chromatography- mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Pharmaceutical Analysis, 2015, 35 (2): 311-316.]
- [19] 徐恩宇, 张云峰, 宋歌, 蒋锐, 刘光琴, 刘俊亭. 全血中 4 种新型合成大麻素的快速检测[J]. 法医学杂志, 2020, 6: 677-681. [XU En-yu, ZHANG Yun-feng, SONG Ge, JIANG Rui, LIU Guang-qin, LIU Jun-ting. Rapid identification of four new synthetic cannabinoids in whole blood[J]. Journal of Forensic Medicine, 2020, 6: 677-681.]
- [20] 徐秀明. 高效液相色谱-串联质谱法检测新型毒品中的合成大麻素[J]. 刑事技术, 2019, 44 (2): 132-135. [XU Xiu-ming. Detecting synthetic cannabinoids in novel drugs by HPLC-MS[J]. Forensic Science and Technology, 2019, 44 (2): 132-135.]

声明

因中国科学院实施院机关科研管理改革,对其内设机构进行了相应调整,原“中国科学院计划财务局”调整为“中国科学院条件保障与财务局”,原“中国科学院计划财务局”下属的“中国科学院兰州分院分析测试中心”撤销。

我刊正在申请将“分析测试技术与仪器”的主办单位由原来的“中国科学院兰州化学物理研究所、中国科学院计划财务局、中国科学院兰州分院分析测试中心”变更为“中国科学院兰州化学物理研究所、中国科学院条件保障与财务局”。

因变更周期较长,尚未批复,特此说明。

《分析测试技术与仪器》编辑部

