

GCMS 法测定电子烟烟油中 9 种新型合成大麻素

GCMS-442

摘要: 本文使用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX, 建立了电子烟烟油中 9 种新型合成大麻素含量的检测方法。样品加甲醇溶解, 经振荡、超声萃取后用滤膜过滤, 采用 SIM 采集模式进行检测。在 0.05~2.0 mg/L 浓度范围内, 各化合物线性相关系数均大于 0.999。取浓度为 0.05 mg/L 的标准溶液, 连续进样 6 次, 各组分峰面积的相对标准偏差均小于 6%。在 10.0 mg/kg 加标水平下, 各组分加标平均回收率在 96.0%~98.8% 之间。本方法操作简单, 可为电子烟烟油中合成大麻素类物质的测定提供参考。

关键词: 气相色谱质谱联用仪 电子烟 烟油 新型合成大麻素

电子烟因其新潮的外形、多样的口味, 受到很多人尤其是年轻人的追捧。但是, 近年来市场上流通的电子烟中频繁检出新型合成大麻素类毒品物质, 给社会敲响了警钟。

合成大麻素是一类具有天然大麻素作用的人工合成物质, 它比大麻毒品更易上瘾, 毒性更强, 且价格低廉, 不易监测, 已成为新精神活性物质中涵盖物质

种类最多、滥用最严重的一类物质。2021 年, 我国正式整类列管合成大麻素类新精神活性物质, 成为世界上第一个对合成大麻素类物质实行整类列管的国家。

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪, 建立了电子烟烟油中 9 种新型合成大麻素的检测方法, 方法操作简单, 重复性好, 灵敏度高, 可为电子烟烟油中合成大麻素含量的测定提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪: GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱: SH-Rxi-5Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序: 150°C _35°C /min_280°C (7 min) _25°C /min_310°C (4 min)_25°C /min_310°C (4 min)

进样口温度: 300°C

离子化方式: EI

载气控制方式: 恒线速度, 34 cm/sec

离子源温度: 230°C

进样方式: 分流进样, 分流比 5:1

色谱质谱接口温度: 320°C

进样量: 1 μL

检测器电压: 调谐电压 +0.3 kV

采集模式: SIM, 具体参数见表 2

1.3 样品前处理

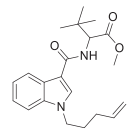
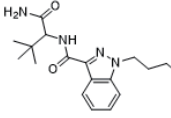
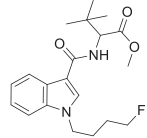
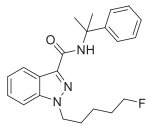
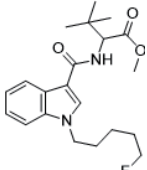
称取 0.1 g (精确至 0.1 mg) 样品于 15 mL 离心管中, 加入 5 mL 甲醇溶解, 涡旋振荡 30 s 后超声萃取 10 min, 经 0.45 μm 滤膜过滤后上机测试。

■ 结果与讨论

2.1 化合物信息

目标化合物信息见表 1。

表 1 化合物信息

化合物名称	英文缩写	CAS 号	分子式	结构式
3,3-二甲基-2-[1-(4-戊烯基)吲哚-3-甲酰氨基]丁酸甲酯	MDMB-4-en-PICA	N/A	C ₂₁ H ₂₈ N ₂ O ₃	
3,3-二甲基-2-[1-(4-氟丁基)吲哚-3-甲酰氨基]丁酸甲酯	4F-MDMB-BUTINACA	2390036-46-9	C ₁₉ H ₂₆ FN ₃ O ₃	
3,3-二甲基-2-[1-(5-氟戊基)吲哚-3-甲酰氨基]丁酸甲酯	5F-ADB	1715016-75-3	C ₂₀ H ₂₈ FN ₃ O ₃	
N-(1-甲酰氨基-2,2-二甲基丙基)-1-丁基吲哚-3-甲酰胺	ADB-BUTINACA	N/A	C ₁₈ H ₂₆ N ₄ O ₂	
N-(1-甲酰氨基-2,2-二甲基丙基)-1-(4-戊烯基)吲哚-3-甲酰胺	ADB-4en-PINACA	N/A	C ₁₉ H ₂₆ N ₄ O ₂	
3,3-二甲基-2-[1-(4-氟丁基)吲哚-3-甲酰氨基]丁酸甲酯	4F-MDMB-BUTICA	N/A	C ₂₀ H ₂₇ FN ₂ O ₃	
N-(1-甲基-1-苯基乙基)-1-(5-氟戊基)吲哚-3-甲酰胺	5F-CUMYL-PINACA	1400742-16-6	C ₂₂ H ₂₆ FN ₃ O	
3,3-二甲基-2-[1-(5-氟戊基)吲哚-3-甲酰氨基]丁酸甲酯	5F-MDMB-PICA	1971007-88-1	C ₂₁ H ₂₉ FN ₂ O ₃	
N-(1-甲基-1-苯基乙基)-1-(4-氰基丁基)吲哚-3-甲酰胺	4CN-CUMYL-BUTINACA	1631074-54-8	C ₂₂ H ₂₄ N ₄ O	

N/A 表示该物质尚未获得 CAS 号

2.2 标准品图谱

取浓度 0.5 mg/L 的 9 种合成大麻素的混合标准溶液, 采用 GCMS 检测, 得到标准溶液谱图见图 2, 各化合物质量色谱图见图 3。

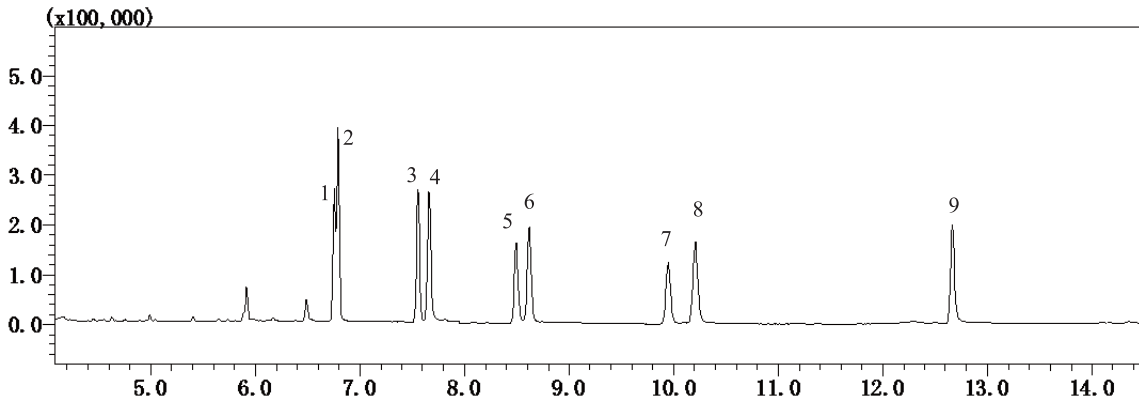


图2 9种合成大麻素标准溶液色谱图 (0.5 mg/L)

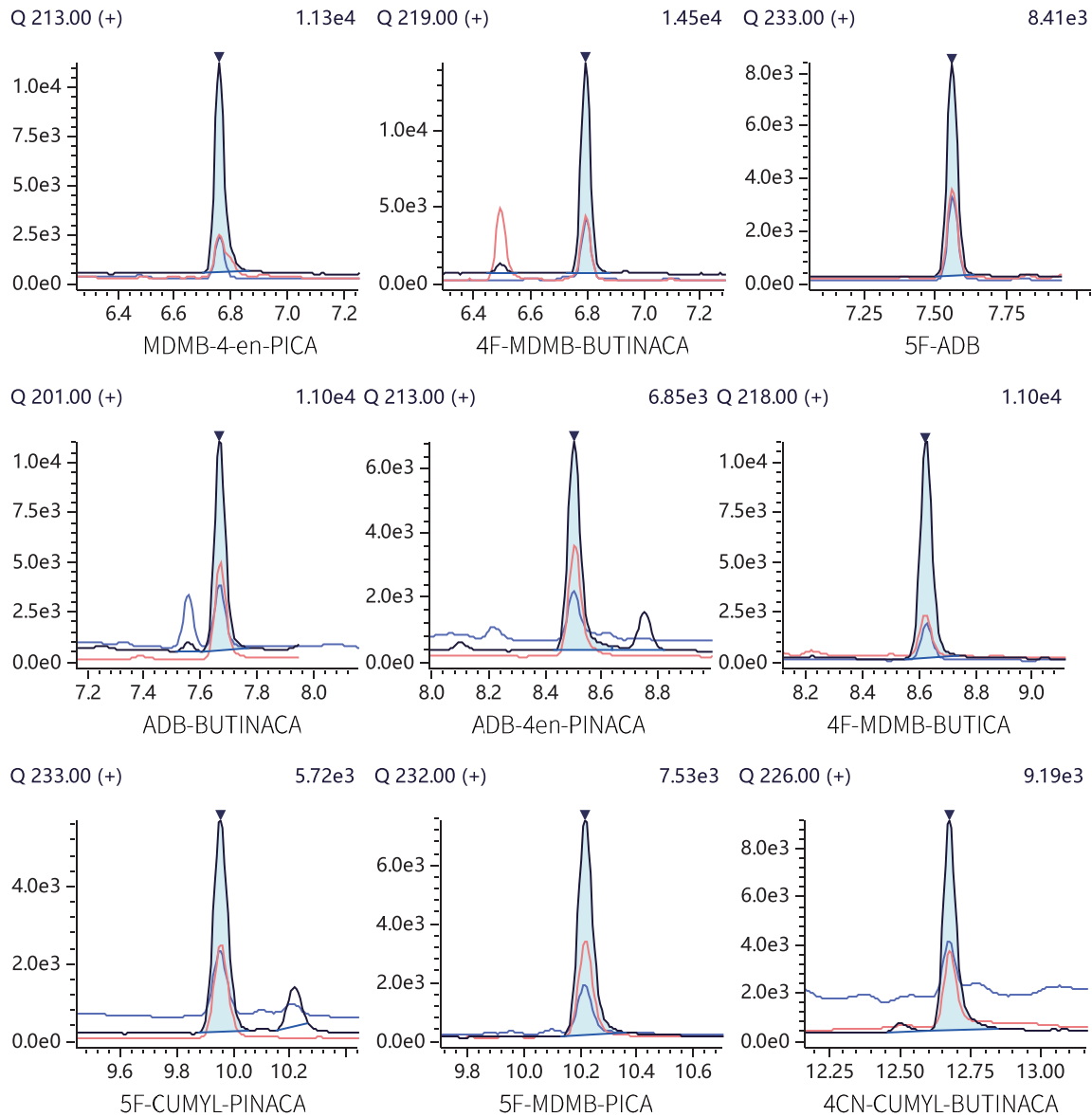


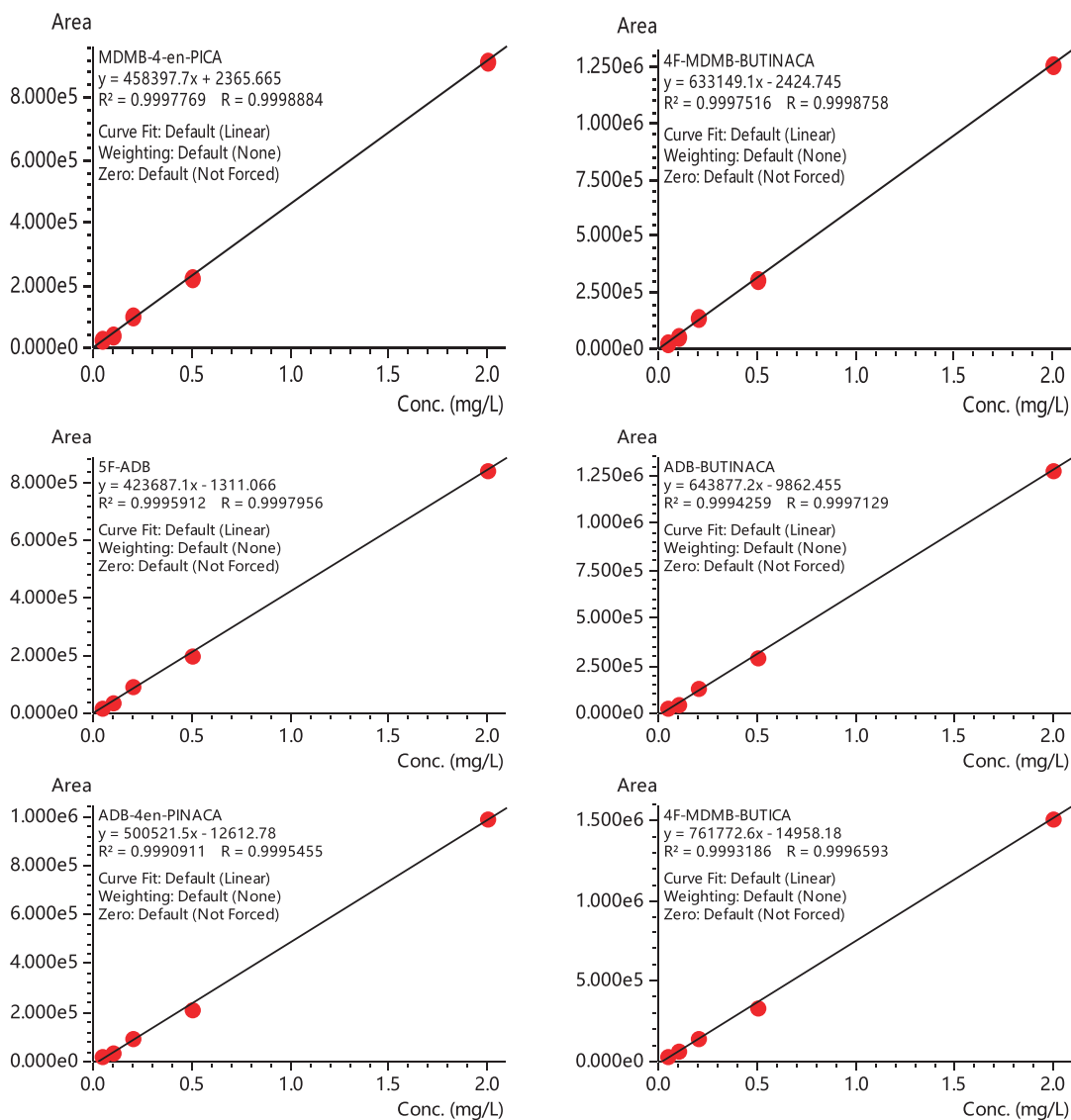
图3 9种合成大麻素质量色谱图 (0.05 mg/L)

表 2 9 种合成大麻素的保留时间及选择离子

No.	化合物名称	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	MDMB-4-en-PICA	6.757	213	214、301、171
2	4F-MDMB-BUTINACA	6.793	219	275、307、131
3	5F-ADB	7.557	233	289、321、145
4	ADB-BUTINACA	7.665	201	286、145、202
5	ADB-4en-PINACA	8.499	213	298、145、214
6	4F-MDMB-BUTICA	8.623	218	144、306、219
7	5F-CUMYL-PINACA	9.951	233	352、145、213
8	5F-MDMB-PICA	10.214	232	248、144、233
9	4CN-CUMYL-BUTINACA	12.671	226	345、145、227

2.3 标准曲线和检出限

称取 0.1 g 空白烟油样品, 按 1.3 处理得到空白基质溶液。用空白基质溶液配制各化合物浓度均为 0.05、0.1、0.2、0.5、2.0 mg/L 的标准曲线混合溶液, 考察各化合物校准曲线回归方程的相关系数。其中仪器检出限是根据 0.05 mg/L 标准溶液谱图, 以 3 倍信噪比计算。各化合物标准曲线见图 4, 线性相关系数和仪器检出限见表 3。



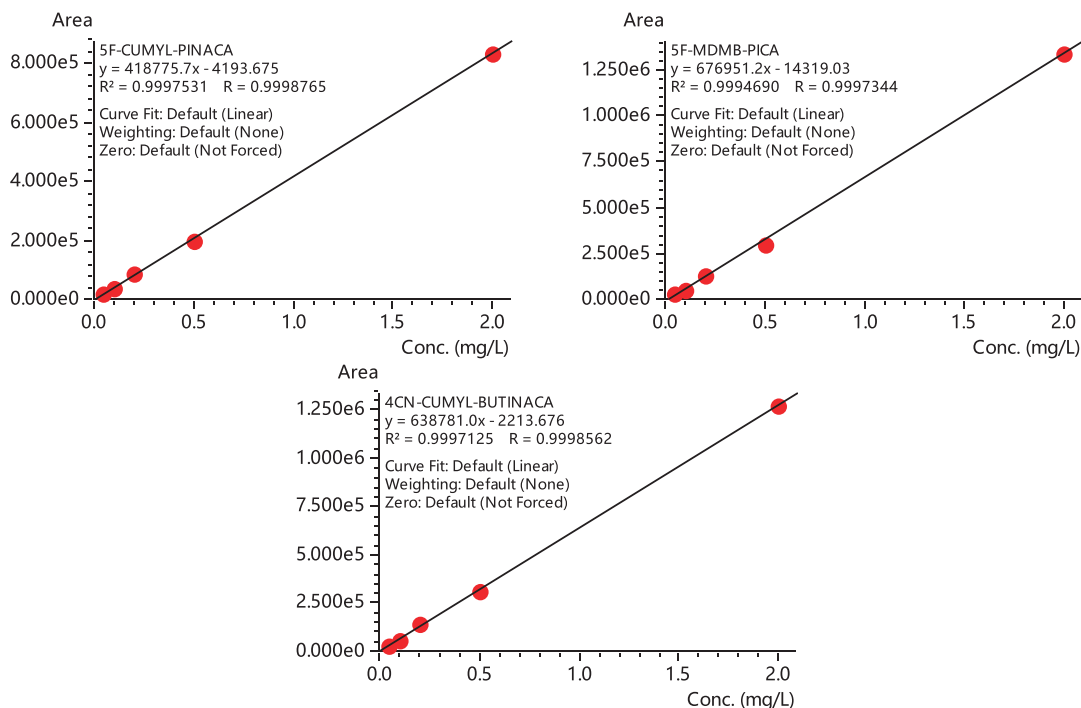


图 4 9 种合成大麻素标准曲线

表 3 9 种合成大麻素标准曲线信息和仪器检出限

No.	化合物名称	线性相关系数	检出限 (mg/L)
1	MDMB-4-en-PICA	0.9998	0.0009
2	4F-MDMB-BUTINACA	0.9998	0.0009
3	5F-ADB	0.9997	0.0013
4	ADB-BUTINACA	0.9997	0.0030
5	ADB-4en-PINACA	0.9995	0.0024
6	4F-MDMB-BUTICA	0.9996	0.0013
7	5F-CUMYL-PINACA	0.9997	0.0006
8	5F-MDMB-PICA	0.9994	0.0011
9	4CN-CUMYL-BUTINACA	0.9998	0.0032

2.4 重复性

取浓度为 0.05 mg/L 的混合标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器的重复性。重复性结果见表 4。

表 4 9 种合成大麻素重复性结果

No.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	MDMB-4-en-PICA	27,868	27,219	28,566	27,704	25,753	24,463	5.7
2	4F-MDMB-BUTINACA	33,104	30,935	32,703	32,681	30,388	29,202	5.0
3	5F-ADB	21,197	20,665	21,255	21,351	19,979	19,219	4.1
4	ADB-BUTINACA	29,297	28,272	29,284	29,751	26,919	26,233	5.1
5	ADB-4en-PINACA	21,313	20,716	20,304	21,570	20,205	18,408	5.5
6	4F-MDMB-BUTICA	33,923	33,451	34,133	34,082	31,605	30,722	4.4

No.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
7	5F-CUMYL-PINACA	19,466	18,880	19,625	19,406	18,307	17,850	3.8
8	5F-MDMB-PICA	28,345	27,667	28,358	28,327	26,834	26,133	3.4
9	4CN-CUMYL-BUTINACA	29,687	28,280	29,082	28,277	26,782	25,960	5.0

2.5 样品测定

称取某烟油样品 0.1 g，按照 1.3 步骤处理并测定。样品中未检出目标物，色谱图见图 5。

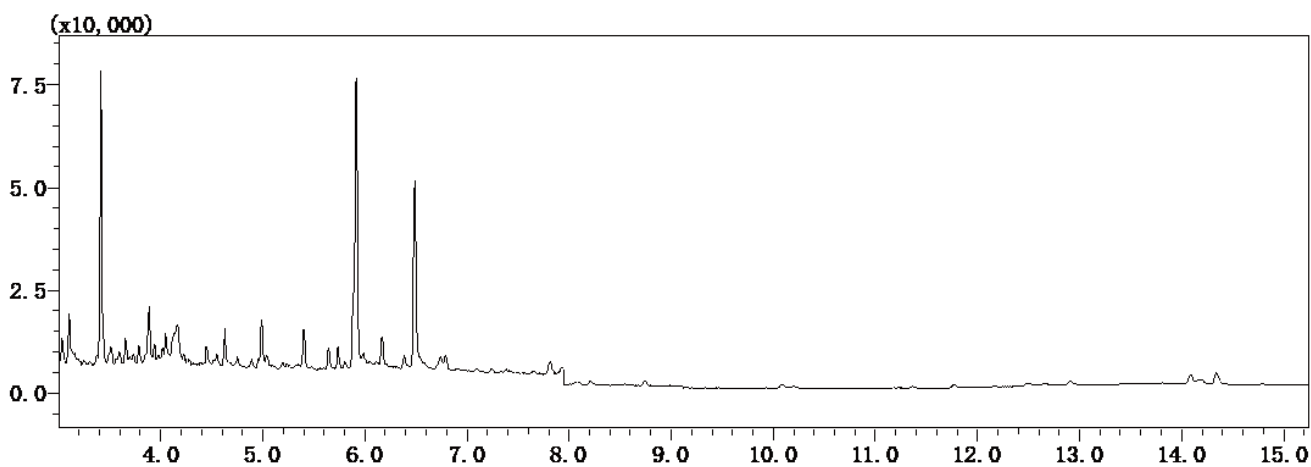


图 5 烟油样品色谱图

2.6 样品加标回收率

对空白烟油样品进行加标回收实验，按 1.3 进行前处理，加标浓度为 10.0 mg/kg，3 次平行。加标回收率结果见表 5。

表 5 9 种合成大麻素加标回收率结果

No.	化合物简称	加标平行样测得值 (mg/kg)			平均回收率 (%)
		1	2	3	
1	MDMB-4-en-PICA	10.37	9.75	9.37	98.3
2	4F-MDMB-BUTINACA	10.40	9.80	9.43	98.8
3	5F-ADB	10.28	9.76	9.44	98.3
4	ADB-BUTINACA	10.09	9.53	9.20	96.0
5	ADB-4en-PINACA	10.13	9.63	9.24	96.7
6	4F-MDMB-BUTICA	10.17	9.59	9.24	96.7
7	5F-CUMYL-PINACA	10.35	9.76	9.38	98.3
8	5F-MDMB-PICA	10.08	9.53	9.19	96.0
9	4CN-CUMYL-BUTINACA	10.04	9.34	9.04	98.3

■ 结论

采用岛津公司气质联用仪 GCMS-QP2020 NX 建立了电子烟油中 9 种新型合成大麻素的检测方法。各目标组分方法线性、重复性、回收率良好。在 0.05~2.0 mg/L 浓度范围内，各化合物线性相关系数均大于 0.999。取浓度为 0.05 mg/L 的标准溶液，连续进样 6 次，峰面积的相对标准偏差小于 6%。在 10.0 mg/kg 加标水平下，各化合物加标回收率在 96.0% ~ 98.8% 之间。本方法操作简单，可为电子烟油中合成大麻素的测定提供参考。

岛津应用云

