

# LC-MS/MS 检测电子烟油中 58 种合成大麻素

## LCMSMS-845

**摘要：** 本文利用超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱仪，建立了电子烟油中 58 种合成大麻素的快速分析方法。58 种合成大麻素在 0.5 ~ 50 ng/mL 浓度范围内线性关系良好， $R^2$  均大于 0.99，检出限 (LOD,  $S/N = 3$ ) 为 0.5 ~ 1  $\mu\text{g/g}$ ，58 种合成大麻素在空白基质中高、中和低三个添加水平下的平均回收率为 89.9% ~ 144.0%，相对标准偏差均小于 15%。重复性实验中，4F-MDMB-BUTICA 等 58 种合成大麻素保留时间 RSD 为 0.029% ~ 0.252%，峰面积 RSD 为 0.698% ~ 1.953%，该方法操作简单，检测覆盖范围广，耗时少，准确度高且检出限低，适用于电子烟油中合成大麻素的快速筛查和定量分析。

**关键词：** 超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱仪 电子烟油 合成大麻素

### 技术特点：

- ❖ 该方法针对公安行业热点毒品项目和检材，贴合禁毒实战。
- ❖ 该方法操作简单，检测覆盖范围广，耗时少，准确度高且检出限低。

近年来，新精神活性物质问题呈高速发展蔓延态势，新品种层出不穷，滥用形势日趋严峻。合成大麻素作为新精神活性物质中最大的家族，具有与四氢大麻酚类似的结构和激动大麻素受体的能力，并且能产生更为强烈的兴奋、致幻等效果，是当前世界上使用最广泛的毒品之一。为了有效遏制合成大麻素类新精神活性物质的蔓延，我国已于 2021 年 7 月 1 日起正式将合成大麻素类新精神活性物质整类列管。

在涉毒案件的毒品检测中，与毛发、尿液和血液等生物检材相比，电子烟油检材具有采样方式简单、易操作、检材稳定和结果可信性强等优点。液相色谱 - 质谱联用 (LC-MS) 技术作为现代分析科

学技术领域最为广泛使用的分离与检测手段，具有检测灵敏度高、专属性强、高通量和高效率等优势，已在生命科学、环境科学和法庭科学等领域广泛使用，尤其是 LC-MS/MS 技术，已经被应用于传统毒品、动植物毒素和精神麻醉类药物等分析，得到满意效果。

本文利用高效液相色谱 - 串联质谱 (HPLC-MS/MS) 方法，建立 4F-MDMB-BUTICA 等 58 种合成大麻素的 LC-MS/MS 定性、定量检测方法，并应用于电子烟油样品检测。该方法具有方法快速、灵敏、高通量，结果可靠，实用性强的特点，适用于大批量电子烟油中合成大麻素的测定。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 LCMS-8045 超高效液相三重四极杆串联质谱联用仪，具体配置为：

输 液 泵：LC-20AD XR×2

系 统 控 制 器：CBM-20

在线脱气机：DGU-A5

自 动 进 样 器：SIL-20A XR

柱 温 箱：CTO-20A

三重四极杆质谱仪：LCMS-8045

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.118;

### 1.2 分析条件

色谱条件 (UHPLC)

色谱柱：PFPP (100 mm×2.1 mm, 5 μm)  
 流动相：A相 -20 mmol/L 乙酸铵和 0.1% 甲酸缓冲水溶液；B相 - 乙腈  
 流速：0.35 mL/min  
 柱温：40°C  
 洗脱方式：梯度洗脱，B相初始浓度为 40%，时间程序见表 1

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
4.50	泵	B.Conc	50
10.00	泵	B.Conc	100
11.00	泵	B.Conc	100
11.10	泵	B.Conc	40
14.00	控制器	Stop	

## 质谱条件

离子源：ESI(+)  
 雾化气流速：3.0 L/min  
 加热气流速：10.0 L/min  
 干燥气流速：10.0 L/min  
 加热模块温度：400°C  
 DL 温度：250°C  
 接口温度：300°C  
 扫描模式：MRM

表 2 58 种合成大麻素 MRM 参数

序号	化合物名称	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
1	4F-MDMB-BUTICA	363.25	218.10	-18	-16	-23
			144.05	-18	-41	-25
2	4F-MDMB-BUTINACA	364.15	219.05	-10	-25	-23
			145.00	-10	-43	-26
3	5F-AB PINACA	349.15	233.05	-10	-24	-24
			144.95	-10	-43	-26
4	SF-ADB	378.60	233.10	-10	-24	-24
			145.00	-10	-43	-26
5	5F-ADBICA	362.20	232.05	-10	-22	-24
			144.05	-10	-42	-27
6	5F-AMB	364.20	233.05	-20	-20	-20
			304.15	-20	-15	-20
7	5F-AMB-PICA	363.25	232.05	-18	-15	-16
			144.00	-18	-39	-27
8	5F-APINACA	384.25	135.10	-19	-21	-25
			107.05	-19	-47	-20
9	5F-CUMYL-PICA	367.10	232.10	-17	-27	-25
			117.95	-17	-40	-21

10	5F-CUMYL-PINACA	368.05	144.95	-17	-42	-26
			233.15	-17	-20	-16
11	5F-ABICA	348.25	232.10	-17	-21	24
			331.00	-10	-10	-23
12	5F-MDMB-PICA	377.20	232.10	-18	-17	-24
			144.05	-18	-40	-27
13	5E-PB-22	380.00	155.00	-18	-24	-30
			109.00	-18	-37	-19
14	5F-UR-144	330.20	125.05	-16	-22	-22
			232.10	-17	-24	-25
15	A-796260	355.20	125.10	-17	-20	-22
			114.15	-10	-27	-23
16	AB-CHMINACA	357.25	241.10	-18	-26	-26
			145.00	-18	-41	-27
17	APICA	365.25	135.20	-10	-29	-26
			79.05	-11	-55	-30
18	APINACA	366.20	135.05	-18	-20	-24
			93.15	-18	-52	-18
19	BIM-2201	361.05	127.10	-17	-55	-22
			154.90	-17	-31	-29
20	CUMYL-THPINACA	378.20	243.05	-11	-21	-26
			119.05	-11	-22	-22
21	EAM-2201	388.50	183.00	-11	-26	-19
			231.95	-11	-25	-24
22	FUB-APINACA	404.10	135.10	-19	-21	-25
			78.95	-19	-55	-14
23	FUB-JWH-018	380.10	109.00	-11	-40	-20
			127.00	-11	-43	-23
24	FUB-PB-22	397.05	252.10	-11	-14	-17
			109.05	-11	-35	-20
25	JWH-007	356.15	127.00	-10	-49	-23
			155.00	-10	-25	-29
26	JWH-015	328.15	154.90	-16	-23	-29
			127.00	-16	-43	-22
27	JWH-018	342.20	155.00	-20	-25	-20
			127.00	-20	-45	-20

28	JWH-019	356.20	155.00	-18	-25	-30
			127.10	-10	-45	-24
29	JWH-073	328.15	155.00	-20	-25	-20
			127.00	-20	-50	-20
30	JWH-081	372.20	185.05	-11	-25	-19
			157.00	-11	-41	-29
31	JWH-122	356.20	169.05	-20	-25	-20
			141.00	-20	-45	-20
32	JWH-203	340.10	125.00	-16	-28	-23
			214.10	-16	-26	-23
33	AB-FUBINACA	369.15	253.10	-18	-24	-27
			109.05	-18	-44	-20
34	AB-PINACA	331.20	215.05	-16	-24	-23
			145.05	-16	-40	-27
35	ADB-BUTINACA	331.20	201.05	-20	-25	-20
			286.10	-20	-15	-21
36	ADB-CHMICA	370.20	240.10	-11	-22	-26
			144.00	-18	-41	-26
37	ADB-CHMINACA	371.20	241.10	-10	-27	-26
			145.00	-10	-43	-27
38	ADB-FUBINACA	383.05	338.05	-18	-16	-24
			253.05	-18	-26	-27
39	ADBICA	344.30	213.95	-10	-21	-22
			327.05	-10	-10	-23
40	AM-1220	383.15	98.10	-11	-30	-19
			112.00	-11	-21	-20
41	AM-1248	391.30	135.05	-11	-30	-25
			112.15	-11	-31	-21
42	AM-694	436.05	230.90	-20	-30	-20
			202.85	-17	-46	-20
43	AMB-4en-PICA	343.25	211.95	-20	-15	-20
			144.00	-10	-37	-27
44	AMB-CHMICA	371.20	240.10	-20	-15	-20
			144.00	-20	-35	-20
45	AMB-FUBINACA	384.15	324.05	-20	-15	-20
			252.95	-20	-25	-20

46	JWH-370	382.15	155.00	-18	-21	-30
			127.00	-18	-49	-23
47	MAM-2201	374.15	169.05	-18	-25	-18
			115.00	-17	-55	-21
48	MDMB-4en-PICA	357.15	212.10	-10	-15	-23
			144.05	-10	-38	-27
49	MDMB-4en-PINACA	358.20	213.05	-17	-24	-22
			145.00	-17	-42	-27
50	MDMB-CHMICA	385.25	240.05	-18	-20	-21
			144.05	-19	-38	-26
51	MDMB-CHMINACA	386.25	241.05	-19	-26	-26
			145.00	-19	-42	-26
52	MDMB-FUBINACA	398.25	253.00	-19	-25	-21
			338.05	-20	-16	-23
53	NM-2201	376.05	232.00	-18	-12	-25
			143.95	-17	-37	-26
54	PB-22	359.15	214.10	-10	-14	-23
			144.10	-10	-36	-27
55	PX-2	397.1	232.95	-19	-25	-24
			352.00	-19	-16	-25
56	RCS-4	322.15	135.05	-16	-23	-26
			77.05	-16	-52	-29
57	STS-135	383.25	135.10	-11	-31	-25
			93.15	-11	-51	-17
58	UR-144	312.20	125.15	-15	-22	-23
			213.95	-15	-24	-23

## 1.4 样品前处理

### 1.4.1 样品前处理

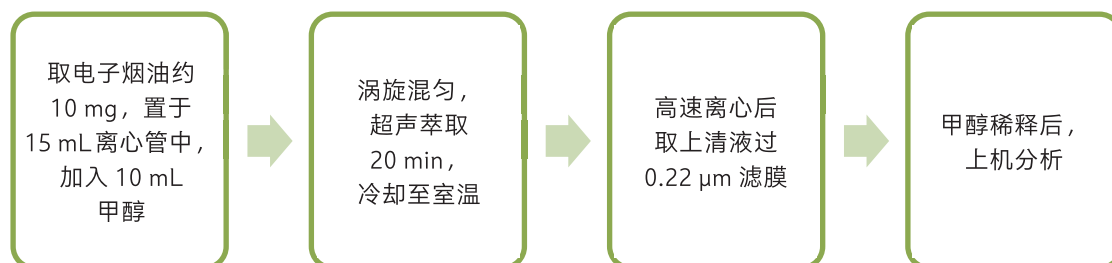


图 1 样品前处理过程

### 1.4.2 基质混标溶液配制

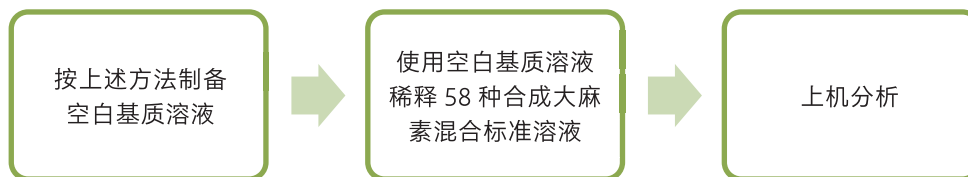


图 2 质控样品配制

## ■ 结果与讨论

### 2.1 色谱图

58 种合成大麻素的总离子流色谱图见图 3。

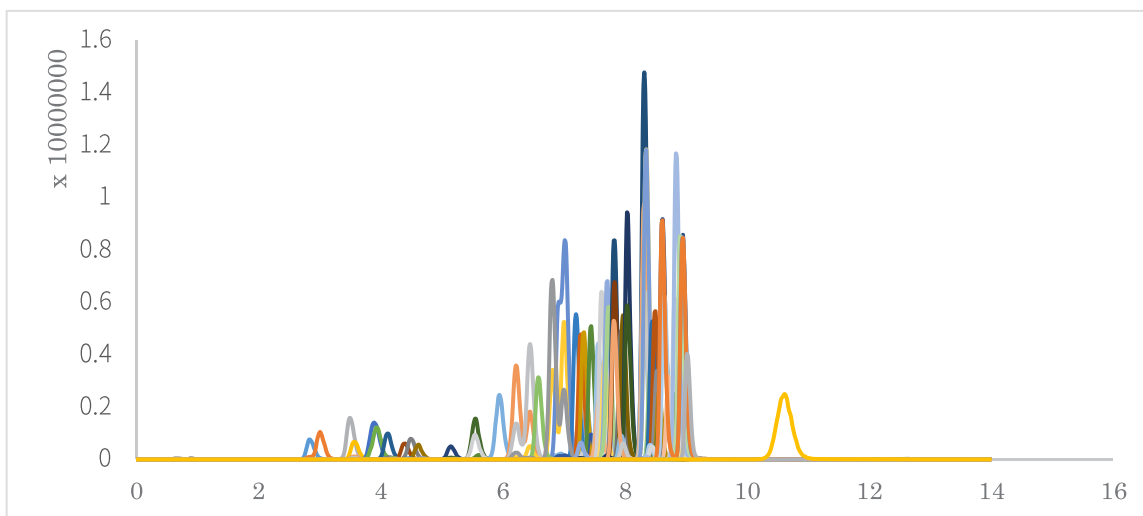


图 3 58 种合成大麻素的总离子流图

### 2.2 校准曲线和灵敏度

以空白烟油为基质,按 1.4.2 所述方法配制 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0 ng/mL 的基质混合标准溶液,以外标法建立基质匹配工作曲线,减少基质对定量结果的影响,方法的线性关系,线性回归方程及  $R^2$ 、检出限 (LOD) 结果见表 3。

表 3 58 种合成大麻素的保留时间、 $R^2$ 、检出限

序号	化合物	保留时间 (min)	线性相关系数 $R^2$	检出限 ( $\mu\text{g/g}$ )
1	4F-MDMB-BUTICA	6.458	0.9994	0.5
2	4F-MDMB-BUTINACA	7.009	0.9999	0.5
3	5F-AB-PINACA	3.122	0.9973	1.0
4	5F-ADB	7.438	0.9999	1.0
5	5F-ADBICA	3.614	0.9937	1.0
6	5F-AMB	6.821	0.9995	0.5
7	5F-AMB-PICA	6.242	0.9978	0.5
8	5F-APINACA	8.334	0.9993	0.5

9	5F-CUMYL-PICA	7.337	0.9999	0.5
10	5F-CUMYL-PINACA	7.634	0.9997	0.5
11	5F-ABICA	2.955	0.9958	0.5
12	5F-MDMB-PICA	7.014	0.9982	0.5
13	5F-PB-22	8.348	0.9997	0.5
14	5F-UR-144	8.567	0.9995	1.0
15	A-796260	7.556	0.9998	0.5
16	AB-CHMINACA	4.734	0.9996	1.0
17	AB-FUBINACA	3.681	0.9985	1.0
18	AB-PINACA	4.079	0.9972	0.5
19	ADB-BUTINACA	3.988	0.9970	0.5
20	ADB-CHMICA	5.285	0.9960	1.0
21	ADB-CHMINACA	5.672	0.9970	0.5
22	ADB-FUBINACA	4.519	0.9945	1.0
23	ADBICA	4.628	0.9959	0.5
24	AM-1220	8.624	0.9993	1.0
25	AM-1248	10.559	0.9982	5.0
26	AM-694	7.563	0.9994	0.5
27	AMB-4en-PICA	6.603	0.9968	0.5
28	AMB-CHMICA	7.465	0.9985	0.5
29	AMB-FUBINACA	7.211	0.9995	0.5
30	APICA	8.452	0.9986	0.5
31	APINACA	8.830	0.9980	0.5
32	BIM-2201	7.843	0.9999	0.5
33	CUMYL-THPINACA	6.059	0.9994	0.5
34	EAM-2201	8.720	0.9998	0.5
35	FUB-APINACA	8.528	0.9998	0.5
36	FUB-JWH-018	8.364	0.9998	0.5
37	FUB-PB-22	7.682	0.9996	0.5
38	JWH-007	8.621	0.9998	0.5
39	JWH-015	7.826	0.9996	0.5
40	JWH-018	8.670	0.9996	0.5
41	JWH-019	8.942	0.9998	0.5
42	JWH-073	8.318	0.9997	0.5
43	JWH-081	8.908	0.9984	0.5
44	JWH-122	8.953	0.9999	0.5
45	JWH-203	8.426	0.9998	0.5

46	JWH-370	8.849	0.9980	0.5
47	MAM-2201	8.492	0.9996	0.5
48	MDMB-4en-PICA	7.288	0.9984	0.5
49	MDMB-4en-PINACA	7.715	0.9992	0.5
50	MDMB-CHMICA	7.947	0.9999	0.5
51	MDMB-CHMINACA	8.310	0.9996	0.5
52	MDMB-FUBINACA	7.731	0.9997	0.5
53	NM-2201	8.835	0.9995	1.0
54	PB-22	8.043	0.9989	0.5
55	PX-2	4.230	0.9971	1.0
56	RCS-4	8.043	0.9995	0.5
57	STS-135	7.987	0.9997	0.5
58	UR-144	9.029	0.9999	1.0

### 2.3 加标回收

取 18 份空白电子烟油分为 3 组，每组分别添加低、中、高（2.0、10.0、50.0  $\mu\text{g/g}$ ）浓度，每个加标水平做 3 次平行实验，按 1.4.1 描述进行前处理，上机测试测定。4F-MDMB-BUTICA 等 58 种合成大麻素的平均加标回收率为 89.9% ~ 144.0%，相对标准偏差（RSD）均小于 15%。

表 4 58 种合成大麻素的加标回收率

序号	化合物	2 $\mu\text{g/g}$		10 $\mu\text{g/g}$		50 $\mu\text{g/g}$	
		回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%
1	4F-MDMB-BUTICA	113.3	1.0	112.4	2.3	100.7	5.8
2	4F-MDMB-BUTINACA	122.0	1.5	104.6	2.0	94.9	8.2
3	5F-AB-PINACA	107.1	2.2	112.7	1.5	98.0	3.4
4	5F-ADB	138.0	1.4	104.7	2.5	96.6	5.1
5	5F-ADBICA	117.2	2.3	107.0	1.6	98.0	3.1
6	5F-AMB	113.5	3.6	114.0	1.8	96.5	2.7
7	5F-AMB-PICA	144.0	1.2	101.0	1.9	94.8	3.6
8	5F-APINACA	116.2	2.0	109.5	2.0	96.8	4.1
9	5F-CUMYL-PICA	130.9	2.1	108.9	1.8	98.8	6.0
10	5F-CUMYL-PINACA	117.7	1.7	109.2	2.8	96.3	5.1
11	5F-ABICA	112.4	1.6	108.5	1.8	98.3	2.6
12	5F-MDMB-PICA	110.9	1.8	109.6	4.0	97.1	1.5
13	5F-PB-22	128.7	1.8	109.6	1.7	97.7	6.4
14	5F-UR-144	105.2	3.2	114.4	3.0	97.4	5.6
15	A-796260	101.1	4.8	113.1	2.2	98.9	2.6
16	AB-CHMINACA	112.9	2.3	109.7	1.5	96.5	5.7
17	AB-FUBINACA	89.9	2.6	104.5	2.7	97.6	6.8



18	AB-PINACA	127.7	3.9	105.5	2.1	97.4	4.5
19	ADB-BUTINACA	135.8	1.4	107.4	2.3	95.4	5.1
20	ADB-CHMICA	132.4	0.9	106.0	1.9	94.7	2.4
21	ADB-CHMINACA	135.6	2.4	107.1	1.8	95.3	3.5
22	ADB-FUBINACA	140.0	3.0	105.6	3.8	92.1	3.9
23	ADBICA	138.0	1.7	103.4	1.0	92.8	4.6
24	AM-1220	113.9	2.8	102.9	2.2	99.4	3.4
25	AM-1248	114.7	3.5	110.8	1.2	102.1	3.5
26	AM-694	101.2	4.0	111.8	2.7	98.0	4.9
27	AMB-4en-PICA	131.9	3.0	106.6	1.8	94.8	6.8
28	AMB-CHMICA	119.9	3.0	105.1	3.9	95.7	6.6
29	AMB-FUBINACA	114.2	2.5	109.2	2.2	97.1	7.1
30	APICA	124.1	2.4	103.8	0.6	96.4	6.9
31	APINACA	120.1	5.3	114.2	3.9	96.7	6.3
32	BIM-2201	106.7	4.0	112.9	1.3	99.0	2.9
33	CUMYL-THPINACA	118.7	1.9	108.4	2.2	98.0	3.4
34	EAM-2201	101.9	3.5	105.5	2.1	95.3	7.5
35	FUB-APINACA	107.0	2.6	113.9	1.4	96.0	7.1
36	FUB-JWH-018	116.0	3.1	107.0	1.6	97.3	7.2
37	FUB-PB-22	105.2	2.7	109.3	2.7	99.4	5.2
38	JWH-007	108.1	3.7	113.9	3.3	97.8	5.0
39	JWH-015	100.3	4.4	113.6	2.8	98.7	3.4
40	JWH-018	109.4	3.3	110.8	2.2	96.5	5.1
41	JWH-019	108.5	3.2	112.4	2.2	97.9	4.4
42	JWH-073	121.2	5.0	108.6	2.2	97.0	4.4
43	JWH-081	114.1	1.9	109.1	2.5	97.4	3.9
44	JWH-122	104.9	1.9	118.2	2.3	97.5	4.5
45	JWH-203	119.1	4.9	114.2	2.8	96.9	7.0
46	JWH-370	117.2	1.3	111.3	2.5	96.8	4.4
47	MAM-2201	121.0	2.8	109.3	1.8	96.7	7.3
48	MDMB-4en-PICA	112.3	1.8	111.1	3.0	97.3	5.1
49	MDMB-4en-PINACA	114.4	2.9	114.1	1.9	99.1	7.0
50	MDMB-CHMICA	111.9	1.7	115.7	1.9	98.3	5.6
51	MDMB-CHMINACA	113.0	2.0	108.4	2.2	97.2	4.5
52	MDMB-FUBINACA	103.8	11.5	109.7	3.8	98.3	5.3
53	NM-2201	118.4	2.1	108.0	2.2	97.8	5.5
54	PB-22	131.6	4.5	109.7	4.3	97.0	6.6

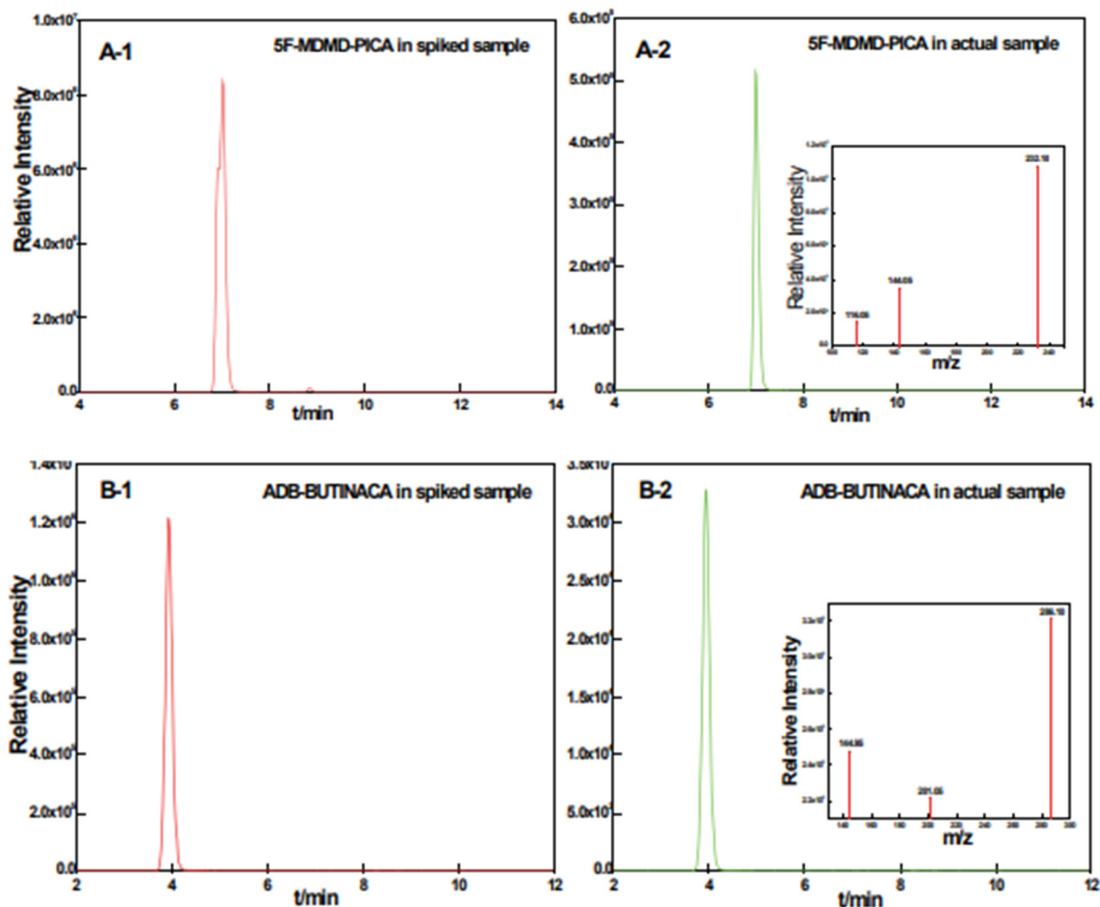
55	PX-2	110.9	1.8	116.6	2.9	98.5	4.9
56	RCS-4	118.2	2.1	111.5	1.6	97.7	5.1
57	STS-135	111.2	2.3	110.7	1.2	97.2	3.0
58	UR-144	111.5	3.8	113.9	1.6	95.1	4.1

#### 2.4 重复性

浓度为 1  $\mu\text{g/g}$  的合成大麻素标准溶液，在同一实验条件下连续 10 次平行实验以评价方法稳定性，分别计算保留时间和出峰面积的相对标准偏差，4F-MDMB-BUTICA 等 58 种合成大麻素保留时间 RSD 为 0.029% ~ 0.252%，峰面积 RSD 为 0.698% ~ 1.953%，方法稳定性理想。

#### 2.5 实际样品检测

使用该方法测定多份电子烟油，检出 6 种合成大麻素，分别为 5F-CUMYL-PINACA、5F-MDMB-PICA、4F-MDMB-BICA、MDMB-4en-PINACA、4CN-CUMYL-BUTINACA 和 ADB-BUTINACA，其中 MDMB-4en-PINACA 检出的比例高达 70% 以上，其在电子烟油中的添加量为 1.5~3.0 mg/g；其次为 ADB-BUTINACA，添加量为 0.5~2.1 mg/g。空白基质混合标准溶液 (50.0 ng/mL) 与实际电子烟油样品的 MRM 色谱图和质谱图见图 4。



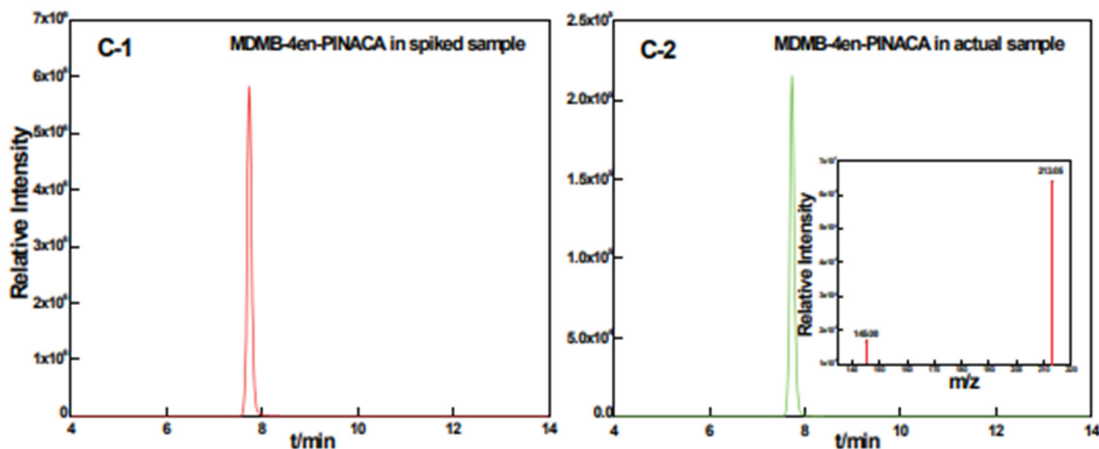


图4 空白基质混合标准溶液（左）和阳性样品（右）的MRM色谱图和质谱图

## ■ 结论

本文建立了HPLC-MS/MS快速筛查和测定电子烟油中58种合成大麻素的分析方法。该方法样品前处理简便，分析覆盖范围广、耗时少、准确度高，能满足对电子烟油中合成大麻素的测定要求。在实际样品的检测中，有6种合成大麻素均被准确筛查和定量检测。本方法为电子烟油中多种合成大麻素的定性筛查和定量分析提供了高效、可靠的检测方法。

岛津应用云

