

气相色谱-质谱法同时检验合成大麻素 JWH-018 和 JWH-073

苗翠英, 卢程皓

(中国人民公安大学刑事科学技术学院, 北京 100038)

摘要 目的 建立快速准确同时检验合成大麻素 JWH-073 与 JWH-018 的气相色谱-质谱检验方法。方法 对柱温箱初始温度、柱温箱升温速率、进样口温度、柱流速、分流比、全扫描范围等 6 项色谱及质谱实验参数进行考察优化。结果 相色谱-质谱法同时检验合成大麻素 JWH-073 与 JWH-018 的条件为:柱温箱初始温度 150 ℃,柱温箱升温速率 20 ℃/min,进样口温度 280 ℃、柱流速 1.4 mL/min、分流比 10:1、全扫描范围 50 ~ 450 amu。结论 该方法具有快速、高效、准确等优点,可用于 JWH-073 与 JWH-018 的同时检验鉴定。最优方法的筛选过程,可延伸于其他混合样品的检测,在实际工作中具有重要意义。

关键词 气相色谱-质谱联用法;合成大麻素;JWH-073 与 JWH-018;毒品检验

中图分类号 D918.93

0 引言

合成大麻素是策划药的一种,其功能类似传统毒品大麻的活性成分四氢大麻酚(THC)。合成大麻素能够作用于人体内的大麻素受体 CB1 和 CB2,使人产生与滥用大麻类似的生理症状。在过去的四十年来,合成大麻素最初开发作为治疗药物,通常用于治疗身体疼痛。近年来逐渐被当做大麻的替代品而滥用,在国际上被称为第三代毒品,其危害性与日俱增。

JWH-018 与 JWH-073 是合成大麻素最常见的品种,2013 年被录入我国《精神药品品种目录》,属于国内第一类管制精神药品。JWH-018 中文名称 1-戊基-3-(1-萘甲酰基)吲哚,英文名称 1-Pentyl-3-(1-naphthoyl) indole,分子式 $C_{24}H_{23}NO$,分子质量 341.2。JWH-073 中文名称 1-丁基-3-(1-萘甲酰基)吲哚,英文名称 1-Butyl-3-(1-naphthoyl) indole,分子式 $C_{23}H_{21}NO$,分子质量 327.4。

本文以列管合成大麻素 JWH-073 和 JWH-018 为研究对象,通过考查进样口温度、柱温箱初始温度、分流比、柱流速、全扫描质谱范围及升温速率等参数,建立气相色谱-质谱联用法同时检验 JWH-073

和 JWH-018 的最优实验条件,为预防和打击合成大麻素类新型毒品犯罪活动提供技术支持和服务。

1 实验材料及准备

1.1 实验仪器

安捷伦 7890A/GC-5975C/MS 联用仪器;色谱柱 DB-5(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)弹性石英毛细管柱。

1.2 仪器初始参数

进样口温度 220 ℃;柱温箱初始柱温 160 ℃,以 15 ℃/min 程序升温至 280 ℃,保持 10 min;载气 He,柱流速 1.1 mL/min;分流进样,分流比 10:1;进样量 1.0 μL;EI 电子源;四极杆温度 150 ℃;离子源温度 230 ℃;传输线温度 280 ℃;全扫描质谱范围 100 ~ 450 amu。

1.3 实验样品

实验样品为公安部物证鉴定中心配制浓度 0.36 mg/mL JWH-073 与 JWH-018 混合标准品甲醇溶液。

2 实验内容及结果

实验将对进样口温度、柱温箱初始温度、分流

作者简介 苗翠英(1962—),女,四川人,教授。研究方向为毒品检验。

比、柱流速、全扫描质谱范围、升温速率等 6 个参数进行考查,根据保留时间、峰高、峰宽、峰面积、信噪比及分离度进行优化,对优化前后进行实验对比,在优化条件下考查线性范围。

2.1 柱温箱参数(初始温度、升温速率)优化实验

对柱温箱初始温度、柱温箱升温速率两项参数进行优化实验,由于柱温箱初始温度和升温速率相互影响,故将两项数据综合后进行择优。

在其他初始条件不变的情况下,将柱温箱初始温度分别设置为 150 ℃、160 ℃、170 ℃、180 ℃、190 ℃,柱温箱升温速率分别设为 10 ℃/min、15 ℃/min、20 ℃/min、25 ℃/min、30 ℃/min 进行 30 组实验。

实验结果表明,柱温箱参数(柱温箱初始温度、柱温箱升温速率)对保留时间、分离度、峰宽、峰面积、峰高、信噪比均有影响。其中,保留时间随柱温箱初始温度及柱温箱升温速率升高而减小。分离度随柱温箱初始温度及柱温箱升温速率升高而降低。峰高及峰面积随柱温箱初始温度及柱温箱升温速率升高而降低,峰宽随柱温箱初始温度及柱温箱升温速率升高而增大。信噪比受柱温箱参数影响趋势不明显。

综合考虑确定柱温箱最佳参数为:柱温箱初始温度 150 ℃,柱温箱升温速率 20 ℃/min。

2.2 进样口温度优化实验

在柱温箱初始温度 150 ℃、柱温箱升温速率 20 ℃/min,其他初始条件不变的情况下,将进样口温度分别设为 250 ℃、260 ℃、270 ℃、280 ℃、290 ℃、300 ℃进行实验。

实验结果表明,进样口温度对保留时间、分离度及峰宽几乎没有影响,对峰面积、峰高、信噪比均有影响。保留时间随进样口温度升高,JWH-073 维持在 13.096 ~ 13.126 min 之间,JWH-018 维持在 14.230 ~ 14.265 min,变化很小。峰面积和峰高随着进样口温度升高均呈折线变化,波动幅度较大,在进样口温度为 280 ℃时,峰面积较大、峰高较高。随着进样口温度升高,信噪比呈无规律变化,在进样口温度为 280 ℃时,信噪比最大。因此确定进样口最优温度为 280 ℃。

2.3 柱流速优化实验

在柱温箱初始温度 150 ℃、柱温箱升温速率 20 ℃/min,进样口温度 280 ℃,其他初始条件不变的情况下,将柱流速分别设置为 0.5 mL/min、0.8 mL/min、1.1 mL/min、1.4 mL/min、1.7 mL/min、2.0 mL/min

进行实验。

实验结果表明,柱流速对保留时间、分离度、信噪比都有较大影响,对峰面积、峰高也有一定影响。其中,保留时间随柱流速变大而减小。分离度随柱流速变大呈先增大后减小的趋势,在柱流速为 1.4 mL/min 时分离度最大。峰面积随柱流速变大呈递减趋势,峰高随柱流速变大呈递增趋势,幅度较小,信噪比随柱流速变大呈无规律变化,在柱流速为 1.4 mL/min 时信噪比最大。

综合考虑确定最优柱流速为 1.4 mL/min,此时分离度、信噪比最大,峰面积和峰高较大,保留时间较短。

2.4 分流比优化实验

在柱温箱初始温度 150 ℃、柱温箱升温速率 20 ℃/min、进样口温度 280 ℃,柱流速 1.4 mL/min,其他初始条件不变的情况下,将分流比分别设置为 10:1、15:1、20:1、25:1、30:1、35:1 进行实验。

实验结果表明,分流比对保留时间几乎无影响,对分离度影响较小,对峰面积、峰高、信噪比均有较大影响。其中,分离度随分流比的增大呈不规律变化,变化幅度较小。峰面积、峰宽和峰高随分流比的增大均呈逐渐减小趋势,信噪比随分流比的增大基本呈减小趋势。

综合考虑确定最优分流比为 10:1,此时峰面积和峰高最大,信噪比最大。

2.5 全扫描质谱范围优化实验

在柱温箱初始温度 150 ℃、柱温箱升温速率 20 ℃/min、柱流速 1.4 mL/min、进样口温度 280 ℃、分流比 10:1 条件下,将扫描质谱范围按梯度分别设置为 50 ~ 400 amu、100 ~ 400 amu、150 ~ 400 amu、50 ~ 450 amu、50 ~ 500 amu、50 ~ 550 amu 进行实验。

实验结果表明,扫描范围对保留时间及峰宽几乎无影响,对分离度、峰面积、峰高、信噪比均有较大影响。其中,分离度随扫描范围的增大呈不规律变化,在扫描范围是 50 ~ 500 amu 和 50 ~ 450 amu 时,分离度较大。峰面积和峰高随扫描范围的增大均呈不规律变化,在扫描范围是 50 ~ 450 amu 时,峰面积和峰高最大。信噪比随扫描范围的增大呈不规律变化,在扫描范围是 100 ~ 400 amu 和 50 ~ 450 amu 时,信噪比较大。

综合考虑确定最优扫描范围是 50 ~ 450 amu。

2.6 实验条件优化前后对比分析实验

分别在初始条件及优化条件下进行实验,优化

前后实验数据对比如表 1、表 2 所示(1 代表 JWH-073,2 代表 JWH-018),优化前后色谱图如图 1、图 2 所示。

表 1 实验条件优化前后的实验数据

	保留时间 t_1 (分钟)	保留时间 t_2 (分钟)	峰宽 W_1	峰宽 W_2	分离度
优化前数据	15.633	17.434	0.083	0.116	18.101
优化后数据	13.103	14.234	0.054	0.058	20.196

实验结果表明,优化条件后的保留时间大大提前,分离度变大。优化前拖尾明显,优化后峰宽变窄,峰高升高,峰面积提高,信噪比也随之提高。

2.7 线性范围实验

将 0.36 mg/mL 的 JWH-073 与 JWH-018 的甲醇混合液,用甲醇逐级稀释,配制成浓度 0.31 mg/mL、0.26 mg/mL、0.21 mg/mL、0.16 mg/mL、0.11 mg/mL 的系列标准工作液,分别依次进样,在优化条件下进行分析,实验数据如表 3 所示。以质量浓度

表 2 实验条件优化前后的实验数据

	峰面积 1	峰面积 2	峰高 1	峰高 2	信噪比 1	信噪比 2
优化前数据	128 293 139	92 269 685	2 138 140	1 163 466	4 415.8	1 594.0
优化后数据	250 260 072	204 081 869	6 190 049	4 910 673	4 043.4	

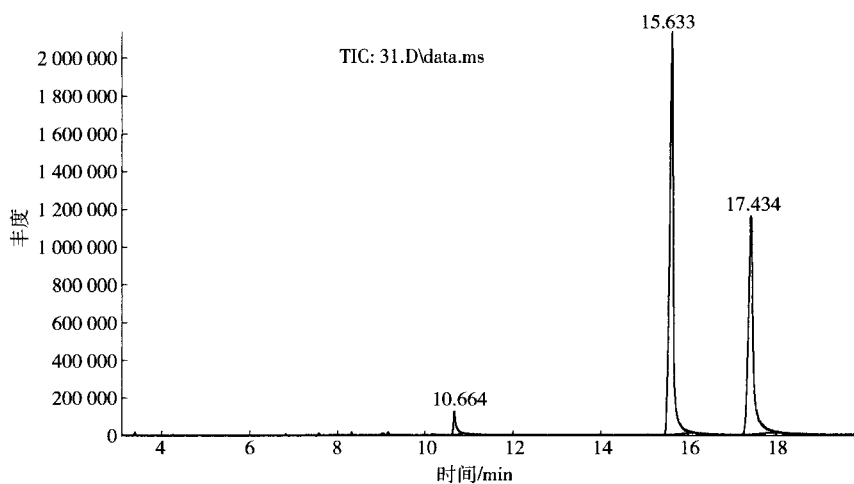


图 1 实验条件优化前的气相色谱图

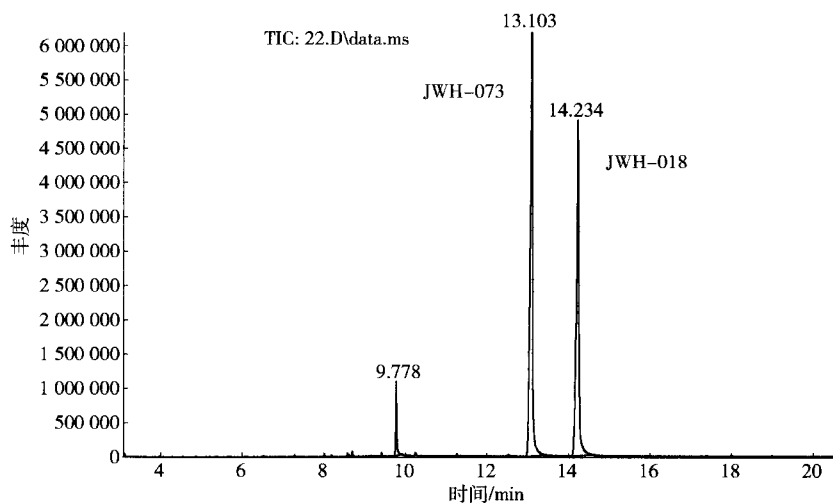


图 2 实验条件优化后的气相色谱图

表 3 峰面积随浓度变化的实验数据

浓度 (mg/mL)	0.36	0.31	0.26	0.21	0.16	0.11
峰面积 1	250 260 072	205 104 541	164 106 864	110 373 346	74 525 036	27 000 905
峰面积 2	204 081 869	157 108 086	122 482 281	87 480 959	52 701 521	20 946 168

(mg/mL)为横坐标(X),峰面积积分为纵坐标(Y)建立线性回归方程如图 3 所示。JWH-073 的峰面积线性回归方程为: $y = 900\,000\,000x - 700\,000\,000$, $R^2 = 0.998\,47 \geq 0.99$; JWH-018 的峰面积线性回归方程为: $y = 700\,000\,000x - 600\,000\,000$, $R^2 = 0.996\,16 \geq 0.99$ 。样本浓度 0.11 ~ 0.36 mg/mL 线性关系良好,该方法同时检测 JWH-073 与 JWH-018 的稳定性较高。

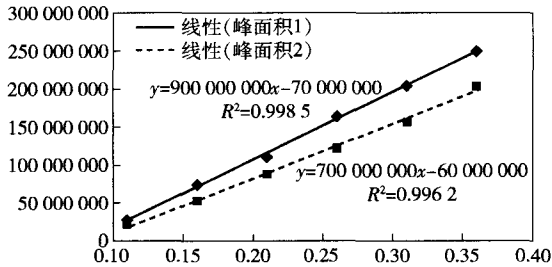


图 3 峰面积随浓度变化的图表

3 结论

本文意在研究气相色谱-质谱联用法同时检验合成大麻素 JWH-073 与 JWH-018 的最优实验条件,通过对柱温箱初始温度、柱温箱升温速率、进样口温度、柱流速、分流比、全扫描范围等 6 项色谱及质谱参数进行考查,根据保留时间、峰高、峰宽、峰面积、信噪比、分离度 6 个参数进行优化。最终确定的优化条件为:柱温箱初始温度 150 °C,柱温箱升温速率 20 °C/min,进样口温度 280 °C、柱流速 1.4 mL/min、

分流比 10:1、全扫描范围 50 ~ 450 amu。在该优化条件下,JWH-073 的保留时间为 13.103 min, JWH-018 的保留时间为 14.434 min,在 0.1 ~ 0.6 mg/mL 范围内线性良好。

本研究对新型毒品合成大麻素的常见品种 JWH-07 和 JWH-018 的混合样本进行实验,研究过程较检测单一样本更为复杂,意在摸索非单一样本的研究方法。研究所得方法具有分离效果好、高效、灵敏、稳定等特点。实际工作中合成大麻素类毒品多为混合样本,本研究对公安实践中合成大麻素检验更具运用价值和参考意义。

参 考 文 献

- [1] 钱振华,徐鹏,刘克林,高利生. 当今策划药的流行趋势[J]. 刑事技术, 2013(3): 14-18.
- [2] 吴忠平,郑水庆,等. 气相色谱-质谱结合准确质量测定快速鉴定合成大麻素 GC-MS[J]. 分析测试技术与仪器, 2012(4): 197-203.
- [3] 徐鹏,刘克林,高利生. 新型香料类毒品的研究进展[J]. 中国药物依赖性杂志, 2012(6): 406-410.
- [4] 国家食品药品监督管理局、中华人民共和国公安部、中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 精神药品目录[M]. 北京:人民卫生出版社, 2013.
- [5] 徐婉. 刑事毒物毒品及其检验[M]. 北京:中国人民公安大学出版社, 2004: 223-228.

(责任编辑 于瑞华)