

固相萃取/气相色谱-质谱法测定燃香烟气中9种大麻素类新精神活性物质

唐庆强¹, 吴春灯¹, 曹晓钢², 王君², 陈迪¹, 杨方^{1*}

(1. 福州海关技术中心, 福建 福州 350001; 2. 拉萨海关技术中心, 西藏 拉萨 850002)

摘要: 建立了同时测定燃香烟气中9种大麻素类新精神活性物质的气相色谱-质谱(GC-MS)分析方法。样品在燃香烟气收集装置中经溶剂提取, 浓缩离心后, 采用HLB固相萃取小柱净化, 毛细管色谱柱Agilent HP-5MS毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)分离, 使用电子轰击电离(EI)源检测, SIM模式进行质谱监测, 内标法对9种大麻素类化合物进行定量。结果表明, 9种大麻素类化合物在27 min内完成分离分析, 并在0.01~4.0 mg/L范围内具有良好的线性关系, 相关系数(r^2)均不小于0.999 5, 方法的检出限(LOD, $S/N=3$)和定量下限(LOQ, $S/N=10$)分别为0.003~0.06 mg/L和0.01~0.2 mg/L。在阴性样品中进行1、2和10倍定量下限的加标回收实验, 9种大麻素类化合物的回收率为74.8%~114%, 相对标准偏差(RSD, $n=6$)为1.6%~9.1%。采用该方法对10种市售的燃香样品进行测定, 均未检出大麻素类化合物。建立的方法操作简便, 可快速对燃香烟气中大麻素类化合物进行定性和定量分析, 且能满足发烟量大燃香的检测需求。该方法的建立为我国燃香中大麻素类化合物的监测控制提供了参考。

关键词: 燃香; 烟气; 大麻素; 气相色谱-质谱(GC-MS)

中图分类号: O657.1; Q939.91 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2022)05-0761-07

Determination of Nine Cannabinoids in Incense Smoke by Gas Chromatography – Mass Spectrometry Combined with Solid Phase Extraction – Isotope Dilution

TANG Qing-qiang¹, WU Chun-deng¹, CAO Xiao-gang², WANG Jun², CHEN Di¹, YANG Fang^{1*}

(1. Technology Center of Fuzhou Customs District, Fuzhou 350001, China; 2. Technology Center of Lhasa Customs District, Lhasa 850002, China)

Abstract: A comprehensive analytical method based on gas chromatography – mass spectrometry (GC – MS) was developed for the determination of 9 cannabinoid compounds in burnable incense smoke. The smoke of burnable incense sample was extracted with a sampling pump, then enriched into the solvent in a tube. Finally, the solvent was concentrated and centrifuged at 10 000 r/min for 5 min. The extract was purified on an HLB solid phase extraction column with water containing 10% methyl alcohol as the eluent. The sample was eluted with 6 mL methyl alcohol, and then filtered through a 0.22 μm membrane filter unit prior to GC – MS analysis. Temperature – programmed was applied at an initial temperature of 70 °C. After 2 min, the temperature was raised to 180 °C at a rate of 10 °C/min. After 18 min, the temperature was raised to 300 °C at a rate of 15 °C/min. 9 cannabinoid compounds were separated on an Agilent HP – 5MS column (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm). Identification and quantification were achieved using an electrospray ionization (EI) source under the selected ion monitoring (SIM) mode. The internal standard method was used to quantify the cannabinoids. The results indicated that the 9 compounds could be analyzed within 27 min. The calibration curves showed good linearities for 9 cannabinoid compounds in the range of 0.01 – 4.0 mg/L, with correlation coefficients (r^2) not less than 0.999 5. The limits of detection (LODs, $S/N=3$) and limits of quantitation (LOQs, $S/N=10$) for 9 cannabinoid compounds were in the range of 0.003 – 0.06 mg/L and 0.01 – 0.2 mg/L, respectively. The average recoveries for 9 cannabinoid compounds were

收稿日期: 2021-10-09; 修回日期: 2021-12-15

基金项目: 福建省自然科学基金项目(2020J1098); 福建省科技计划项目(2021I0033); 海关总署科研项目(2020HK188); 海关总署科研项目(2021HK197); 福州市科技计划项目(2020-S-34)

* 通讯作者: 杨方, 博士, 主任技师, 研究领域: 食品安全, E-mail: 964890740@qq.com

in the range of 74.8%–114%, with relative standard deviations (RSDs, $n = 6$) of 1.6%–9.1%. This method was used to determine 10 types of burnable incense, no new psychoactive substances of cannabis were detected. The method is simple to operate, and could be used for rapid qualitative and quantitative analysis of cannabinoid compounds in burnable incense smoke.

Key words: burnable incense; smoke; cannabinoids; gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS)

大麻(*Cannabis sativa* Lam.)为一年生草本植物,其茎皮的纤维是纺织的优良材料,其果实火麻仁是我国传统的药食同源产品^[1],可用于制作油漆、涂料等,油渣也可用于饲料^[2],具有很高的经济价值。天然大麻植物中含有一类具有 C_{21} 骨架的含氧芳香化合物^[3],其中的四氢大麻酚(Tetrahydrocannabinol, THC)具有较强的致幻成瘾作用^[4]。另一类与THC化学结构相似,且比THC具有更强的生理和药理作用的合成大麻素(Synthetic cannabinoids)被科学家以治疗疼痛的目的发明以来,被滥用成为大麻替代品,现已成为使用量最大的新精神活性物质种类^[5]。

近年来,世界多国对大麻的管控政策有所松动,如加拿大的《大麻法案》(Cannabis ACT)^[6]及使用规则(Cannabis regulation)^[7]使大麻及其产品的种植、生产和消费合法化。美国《2018年农业法案》和世界卫生组织^[8]建议对大麻、大麻提取物和低THC含量的大麻产品取消监管。但THC和合成大麻素在我国仍属于严格监管的对象,我国2013年发布的《麻醉药品品种目录》和《精神药品品种目录》将4种大麻素类药物列入管控目录^[9];2015年发布的《非药用类麻醉药品和精神药品列管办法》及随后多次的增补公告又先后将40种大麻素类物质列入《非药用类麻醉药品和精神药品管制品种增补目录》进行严格管控^[10]。由于国内外对待大麻的政策差别,不法分子除将THC或合成大麻系伪装成食品或化妆品外,还将其添加到各类燃香制品或电子烟油中。公安部门在近年查获的新精神活性物质滥用案件中,已发现一种名为“小树枝”的燃香类新型毒品出现了滥用^[11],不法分子在燃香中添加了多种香料掩盖大麻的气味,还利用燃香点燃使用的方式进行吸食,使得通过燃香烟气吸食大麻素类毒品具有极强的隐蔽性。

当前检测大麻素类毒品的的方法包括薄层色谱法^[12]、气相色谱–质谱法^[13]、液相色谱^[14]和液相色谱–质谱联用法^[15],检测的基体对象多为食品^[16]、毛发^[17]、血液^[18]、尿液^[19]和疑似毒品^[20],对燃香烟气中大麻素的报道较少。当前对燃香烟气中各种成分的检测多采用热脱附法^[21–25],但该方法不适用于对热不稳定的大麻素检测^[26]。因此,本文使用烟气收集装置对燃香烟气进行提取收集,气相色谱–质谱联用进行测定,可对燃香烟气中大麻二酚(CBD)、 Δ^9 -四氢大麻酚(Δ^9 -THC)、大麻酚(CBN)、顺式-5-(1,1-二甲基庚基)-2-[(1R,3S)-3-羟基环己基]苯酚(CP-47497)、N-(1-氨基酰基-2,2-二甲基丙基)-1-戊基吲唑-3-甲酰胺(ADB-PINACA)、戊基-3-(4-甲氧基苯甲酰基)吲哚(RCS-4)、N-(1-氨基酰基-2-甲基丙基)-1-(环己基甲基)吲唑-3-甲酰胺(AB-CHMINACA)、1-(5-氟戊基)-3-(1-萘甲酰基)-1H-吲哚(AM-2201)、戊基-3-(4-乙基-1-萘甲酰基)吲哚(JWH-210)等9种大麻素进行同时检测,从而提供了检测燃香烟气中大麻素类毒品的解决方法。

1 实验部分

1.1 仪器、材料与试剂

Trace1300/ISQ7000型气相色谱–质谱联用仪(美国Thermo公司);自制燃香烟气收集装置(示意图见图1);3–18K高速离心机(德国Sigma公司)。

标准品: Δ^9 -THC、CBN、CBD、JWH-210、CP-47497、AM-2201、RCS-4、AB-CHMINACA、ADB-PINACA和 Δ^9 -THC- D_3 ,均购自天津阿尔塔公司,质量浓度均为1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$;甲醇(色谱纯,美国Merck公司);

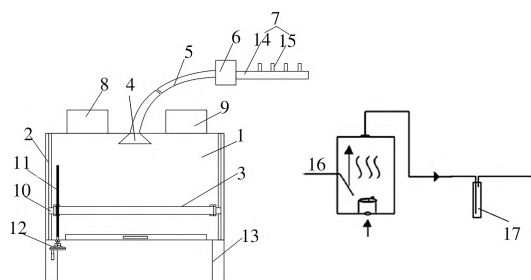


图1 燃香烟气收集装置示意图

Fig. 1 Schematic diagram of burnable incense smoke collecting device

1. combustion chamber(燃烧室), 2. vertical slideway(竖直滑轨), 3. tray(托盘), 4. filter tubes(滤管), 5. hose(收集软管), 6. vacuum pump(真空泵), 7. collector(收集器), 8. heater(加热器), 9. refrigerator(制冷器), 10. slider(滑块), 11. screw rod(螺丝杆), 12. handwheel(手轮), 13. support legs(支撑腿), 14. collect director(收集主管), 15. collect branch(收集支管), 16. combustion chamber(燃烧室), 17. collection tube(收集试管)

Oasis HLB 固相萃取小柱(60 mg/3 mL, 美国 Waters 公司); 实验室用水由 Milli-Q 超纯水系统(美国 Millipore 公司)制备。样品: 祭祀燃香、藏香、熏香和火麻叶均购自某网站。

1.2 实验条件

1.2.1 燃香烟气的收集与处理 将燃香称重后插入燃香烟气收集装置托盘上的小孔中, 点燃燃香, 迅速关闭室门, 打开真空泵, 观察抽气情况并适当调节真空泵流量, 确保产生的烟气全部上升进入收集管中。在收集支管上连接装有 20 mL 甲醇的收集试管, 收集试管置于水浴或冰浴中, 防止烟气引起的温度影响。待燃香自然燃尽熄灭后再抽气 5 min, 关闭真空泵, 取下收集试管, 打开燃烧室门, 收集香灰等残留物, 称重。

将收集试管中的甲醇于 40 °C 下氮吹至约 1 mL, 用少量甲醇多次转移至 50 mL 离心管中, 10 000 r/min 离心 5 min, 取上清液并补甲醇至 5 mL, 加入 5 mL 水稀释后, 过已经 5 mL 甲醇和 5 mL 水活化的 HLB 固相萃取小柱, 用 5 mL 10% 甲醇水溶液淋洗小柱, 弃去全部淋洗液, 过柱全程应控制流速小于 1 mL/min。用 6 mL 甲醇洗脱小柱, 收集全部洗脱液于氮吹管中, 40 °C 下氮吹至近干, 加入 1 mL 甲醇涡旋混合 1 min, 经有机系微孔滤膜后上机测定。

1.2.2 标准溶液的配制 标准溶液: 移取适量 9 种大麻素标准品(1 000 µg/mL), 用甲醇稀释至 1.0 µg/mL 的混合标准工作液, 于 -20 °C 避光保存。内标标准溶液: 将 Δ9-THC-D₃ 内标标准品(1 000 µg/mL)用甲醇稀释至 1.0 µg/mL 的内标工作液, 于 -20 °C 避光保存。

空白基质标准溶液: 取不含大麻素的燃香样品, 按“1.2.1”方法操作后, 获得空白基质溶液, 用其将标准溶液配制成 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50、1.0、2.0、4.0 µg/mL 的基质标准工作曲线溶液。

1.2.3 GC-MS 条件 气相色谱条件: 色谱柱为 Agilent HP-5MS 毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 µm); 进样口温度 290 °C; 进样量 1.0 µL; 进样方式: 不分流进样; 载气: 氦气; 流速: 恒定流量 1.5 mL/min; 升温程序: 初始 70 °C, 保持 2 min, 以 10 °C/min 升至 180 °C, 再以 15 °C/min 升至 300 °C, 保持 9 min。

质谱条件: 离子源为 EI 源; 电离能量: 70 eV; 离子源温度: 310 °C; 传输线温度: 290 °C; 溶剂延迟时间: 7.5 min; 检测方式: 选择离子监测(SIM), 其余质谱条件见表 1。

表 1 9 种大麻素和内标的保留时间及监测离子
Table 1 Retention times and monitoring ions of 9 cannabinoids and Δ9-THC-D₃

No.	Compound	Retention time(min)	Quantitative ion (m/z)	Qualitative ion (m/z)
1	Cannabidiol(大麻二酚, CBD)	19.305	231	246, 174
2	Δ9-Tetrahydrocannabinol(Δ9-四氢大麻酚, Δ9-THC)	19.846	299	314, 231
3	Cannabinol(大麻酚, CBN)	20.213	295	296, 238, 310
4	rel-5-(1, 1-Dimethylheptyl)-2-[(1R, 3S)-3-hydroxycyclohexyl]phenol(顺式-5-(1, 1-二甲基庚基)-2-[(1R, 3S)-3-羟基环己基]苯酚, CP-47497)	20.335	215	233, 318
5	N-(1-Amino-3, 3-dimethyl-1-oxobutan-2-yl)-1-pentyl-1H-indazole-3-carboxamide(N-(1-氨基酰基-2, 2-二甲基丙基)-1-戊基吲唑-3-甲酰胺, ADB-PINACA)	21.245	215	300, 145
6	(1-Pentyl-1H-indol-3-yl)(4-methoxyphenyl) methanone(戊基-3-(4-甲氧基苯甲酰基)吲唑, RCS-4)	22.671	321	264, 214
7	N-(1-Amino-3-methyl-1-oxobutan-2-yl)-1-(cyclohexylmethyl)-1H-indazole-3-carboxamide(N-(1-氨基酰基-2-甲基丙基)-1-(环己基甲基)吲唑-3-甲酰胺, AB-CHMINACA)	23.144	241	312, 145
8	1-(5-Fluoropentyl)-3-(1-naphthoyl)indole(1-(5-氟戊基)-3-(1-萘甲酰基)-1H-吲唑, AM-2201)	25.383	127	359, 232
9	(1-Pentyl-1H-indol-3-yl)(4-ethylnaphthalen-1-yl) methanone(戊基-3-(4-乙基-1-萘甲酰基)吲唑, JWH-210)	26.334	369	214, 312, 352
10	(-)-Δ9-THC-D ₃ (6A, 7, 8, 10A-四氢-6, 6, 9-三甲基-3-(戊基-5, 5, 5-D ₃)-6H-二苯并[B, D]吡喃-1-醇, Δ9-THC-D ₃)	19.829	302	317, 234

2 结果与讨论

2.1 燃香烟气收集方式的选择

常用收集和测定燃香烟气的方法包括吸附管收集后热脱附^[22]、顶空收集法^[25]等,但热脱附使用的温度多在 250~300 °C,易造成大麻素的分解和转换^[24]。顶空法受顶空瓶体积的限制,收集的烟气体积有限,无法用于烟气体积大和含量不均匀的燃香样品。本实验使用燃香烟气收集装置,并根据大麻素易溶于甲醇^[25]的特点,选择甲醇作为吸收液。实验结果表明,根据发烟量的不同,顶空收集法通常只能收集 2 g 以下燃香产生的烟气,而燃香烟气收集装置能收集 15 g 以上燃香产生的烟气,满足吸收一支普通燃香全部烟气的要求,并适用于不同规格和种类的燃香,比顶空法具有更好的适用性。

2.2 色谱条件的优化

根据文献资料^[25-27],大麻素主要为非极性和弱极性化合物,本实验比较了中等极性的 DB-17MS 色谱柱和非极性的 HP-5MS 色谱柱测定 9 种大麻素化合物的效果。结果表明,两种色谱柱均可实现 9 种大麻素的全部分离,但除 JWH-210 外,使用 HP-5MS 色谱柱测定的峰面积均高于 DB-17MS,平均峰面积为后者的 1.8 倍。这可能是由于 HP-5MS 色谱柱固定相对分离的目标物选择宽泛,对非极性和弱极性化合物的分离效果更佳。因此,本实验使用 HP-5MS 色谱柱进行测定,选择离子流色谱图见图 2。

为避免部分大麻素在进样口发生脱羧反应^[24],本实验考察了进样口温度在 250~310 °C 下 9 种大麻素化合物的峰面积情况(见图 3)。从图中可以看出,随着进样口温度的升高,9 种大麻素化合物的峰面积呈整体上升,且在 290~300 °C 达到最高。为进一步明确最佳的进样口温度,在 290 °C 和 300 °C 的进样口温度下分别连续进样 6 次,比较进样精密度的影响。结果显示,290 °C 进样口温度下峰面积的相对标准偏差(RSD)为 2.5%~5.8%,300 °C 进样口温度下峰面积的 RSD 为 1.8%~11%。为此,本实验选择 290 °C 的进样口温度作为实验条件。

2.3 质谱条件的优化

比较了全扫描(SCAN)和选择离子监测(SIM)模式下同时分析 9 种大麻素的 GC-MS 谱图。先用单级质谱的 SCAN 方式获得 9 种目标物的总离子流色谱图,确定每种化合物的保留时间,再用 SIM 方式建立 5 组多通道时间段,每个时间段内扫描 1~3 个化合物,每种化合物选择定量离子 1 个,定性离子 2~3 个,得到 9 种大麻素化合物的离子信息(见表 1)。

2.4 固相萃取法的优化

参考文献^[12-19],本实验分别考察了 HLB、Carb/NH₂和 GCB/PSA 固相萃取小柱对提取烟气后溶剂的净化效果。在按“1.2.1”处理的空白燃香烟气吸收液中添加 9 种大麻素标准溶液,使各目标物的含量均为 0.4 mg/L。将该溶液氮吹至近干后,用 10 mL 50% 甲醇和 6 mL 甲醇-甲苯(3:1,体积比)溶解,分别经 Carb/NH₂、GCB/PSA 和 HLB 固相萃取小柱净化,采用回收率比较不同小柱的净化效果,结果见图 4。从图中可看出,3 种固相萃取小柱的加标回收率分别为 39.4%~104%、12.5%~80.4%和 86.7%~

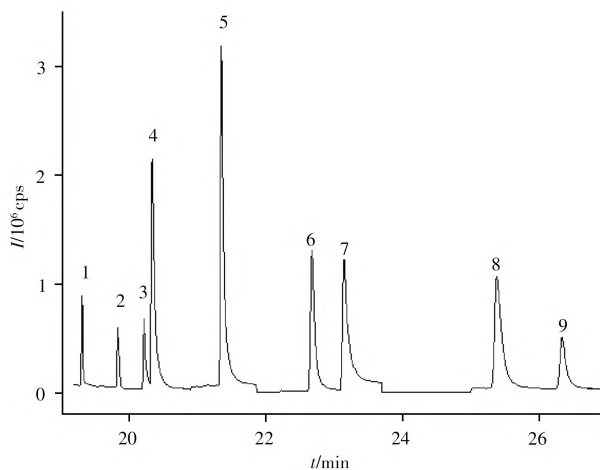


图 2 9 种大麻素标准品的选择离子流色谱图

Fig. 2 SIM chromatogram of 9 cannabinoids
CBD, Δ^9 -THC and CBN are 0.1 mg/L, the rest of the targets are 1 mg/L, peak numbers (1-9) were the same as those in Table 1

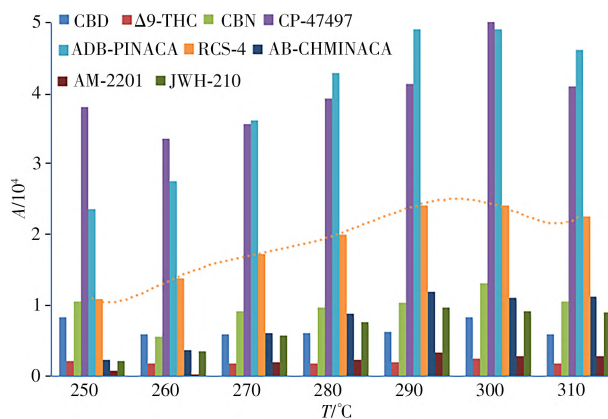


图 3 不同进样口温度下的峰面积

Fig. 3 Peak areas at different inlet temperatures

105%。结果表明 HLB 小柱的回收率范围最接近 100%，符合净化检测的要求，因此本实验使用 HLB 小柱对提取后的烟气溶液进行净化。

2.5 基质效应情况

GC-MS 分析时，由于基质效应的影响，会导致目标化合物发生离子增强或抑制作用^[28]，本实验使用甲醇配制的标准曲线斜率(Slope A)和用空白基质配制的相同浓度标准曲线斜率(Slope B)进行比较，按基质效应(ME) = (Slope B - Slope A)/Slope A × 100% 计算基质效应情况。当|ME| < 20% 时为弱基质效应，当 20% < |ME| < 50% 时为中等强度基质效应，|ME| > 50% 时为强基质效应^[26]，结果见图 5。从图中可看出，外标法定量时，燃香烟气对各目标物均显示出很强的基质增强效应，ME 为 59.8% ~ 170%，而使用内标法定量时，基质效应大幅下降，ME 为 -16.7% ~ 75.0%。除 AB-CHMINACA 仍属于强基质增强效应外，其余各种大麻素均属于弱基质效应，甚至有的化合物还出现了基质抑制。为了进一步减小基质效应的影响，本实验根据校正基质效应的方法^[26]使用基质曲线进行定量分析。结果表明，使用内标法基质曲线定量后，9 种大麻素的回收率(74.8% ~ 114%) 得到显著改善，可满足检测要求。

2.6 标准曲线、检出限与定量下限

准确吸取适量 9 种大麻素混合标准工作液和内标工作溶液，用甲醇稀释成质量浓度分别为 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50、1.0、2.0、4.0 mg/L 的系列混合标准溶液，其中内标 $\Delta 9$ -THC- D_3 的质量浓度均为 100.0 $\mu\text{g/L}$ 。按质量浓度由低到高的顺序进样，以 9 种大麻素与 $\Delta 9$ -THC- D_3 内标的浓度比值(x)为横坐标，以 9 种大麻素与 $\Delta 9$ -THC- D_3 内标的峰面积比值(y)为纵坐标，绘制标准曲线，从而获得线性方程(见表 2)。结果表明，9 种大麻素在 0.01 ~ 4.0 mg/L 范围内呈良好的线性关系，线性系数(r^2)均不小于 0.999 5。以定量离子信噪比(S/N)为 3 和 10 时的响应定义方法的检出限(LOD)和定量下限(LOQ)，各化合物的检出限和定量下限分别为 0.003 ~ 0.06 mg/L 和 0.01 ~ 0.2 mg/L，表明此方法可以满足燃香烟气基质中痕量物质的检测要求。

表 2 9 种大麻素的线性方程、相关系数、检出限及定量下限

Table 2 Regression equations, correlation coefficients(r^2), limits of detection(LODs) and limits of quantitation(LOQs) of 9 cannabinoids

Compound	Linear range/(mg/L)	Regression equation	r^2	LOD/(mg/L)	LOQ/(mg/L)
CBD	0.01 ~ 0.2	$y = 0.025 3x + 0.000 2$	0.999 9	0.003	0.01
$\Delta 9$ -THC	0.01 ~ 0.2	$y = 0.005 5x + 0.009 0$	0.999 8	0.003	0.01
CBN	0.01 ~ 0.2	$y = 0.030 3x - 0.024 1$	0.999 9	0.003	0.01
CP-47497	0.1 ~ 2.0	$y = 0.011 8x - 0.228 3$	0.999 9	0.03	0.1
ADB-PINACA	0.1 ~ 2.0	$y = 0.015 4x - 0.279 6$	0.999 6	0.03	0.1
RCS-4	0.1 ~ 2.0	$y = 0.007 4x - 0.297 7$	0.999 7	0.03	0.1
AB-CHMINACA	0.1 ~ 2.0	$y = 0.006 7x - 0.103 2$	0.999 6	0.03	0.1
AM-2201	0.2 ~ 4.0	$y = 0.003 1x - 0.160 0$	0.999 5	0.06	0.2
JWH-210	0.1 ~ 2.0	$y = 0.002 7x - 0.118 5$	0.999 7	0.03	0.1

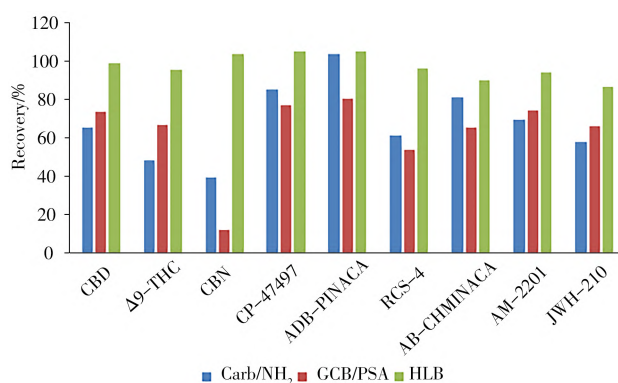


图 4 不同固相萃取小柱对 9 种大麻素的净化回收率

Fig. 4 Extraction efficiencies of different solid phase extraction columns for 9 cannabinoids

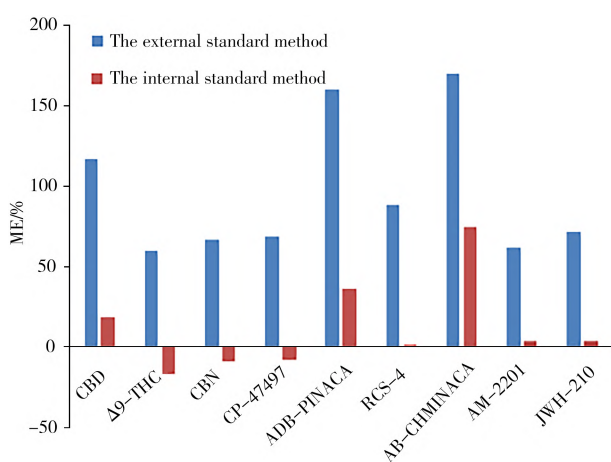


图 5 燃香烟气中对 9 种大麻素的基质效应

Fig. 5 Matrix effects of 9 cannabinoids in burnable incense smoke

2.7 回收率与相对标准偏差

在不含待测物的空白燃香烟气提取液中添加相当于 1、2、10 倍定量下限浓度的 9 种大麻素标准品, 分别代表低、中、高 3 种加标浓度水平, 每个水平测定 6 次, 计算方法的回收率及 RSD(见表 3)。3 个加标水平的平均回收率为 74.8%~114%, RSD 为 1.6%~9.1%, 表明此方法定量准确, 重复性好, 能满足同时测定燃香烟气中 9 种大麻素化合物的定量分析要求。

表 3 9 种大麻素在低、中、高 3 个水平下的加标回收率及 RSD($n=6$)

Table 3 Spiked recoveries and relative standard deviations(RSDs) of 9 cannabinoids at three levels($n=6$)

Compound	Low concentration		Medium concentration		High concentration	
	Recovery/%	RSD/%	Recovery/%	RSD/%	Recovery/%	RSD/%
CBD	94.9~108	5.5	92.3~109	6.3	94.3~100	1.9
$\Delta 9$ -THC	89.6~113	9.1	92.6~109	5.4	101~110	2.9
CBN	89.7~107	6.0	95.1~113	7.4	94.5~101	2.9
CP-47497	104~114	4.0	92.1~106	6.0	97.2~101	1.6
ADB-PINACA	93.8~108	5.6	85.3~96.0	4.6	93.1~102	3.8
RCS-4	101~114	5.0	85.8~95.3	4.1	89.0~94.6	2.6
AB-CHMINACA	88.4~98.5	3.7	81.0~94.0	5.6	85.4~99.3	5.5
AM-2201	91.3~108	6.7	74.8~81.2	6.7	74.8~81.2	2.9
JWH-210	97.9~114	6.2	85.3~94.5	4.1	79.6~86.8	2.9

2.8 实际样品分析

在本实验设定的检测步骤和仪器条件下, 对实验室日常检测和市售 5 种品牌祭祀用燃香、3 种藏香和 2 种熏香样品进行检测, 均未检出疑似大麻素化合物, 典型藏香烟气样品的选择离子流图见图 6A。

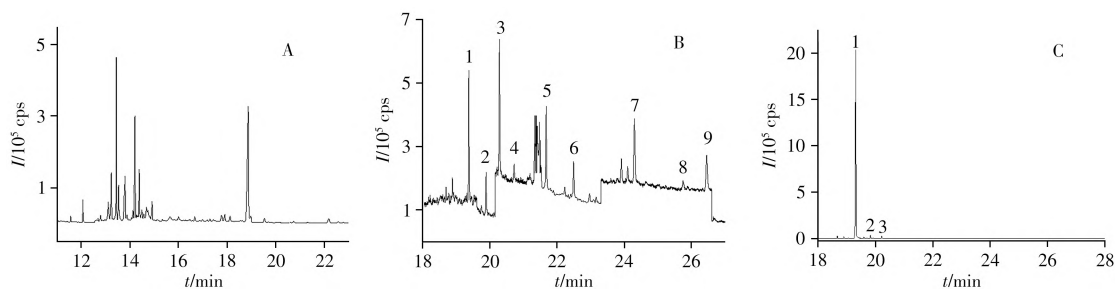


图 6 空白藏香烟气(A)、加标燃香烟气(B)及大麻叶烟气(C)的选择离子流色谱图

Fig. 6 SIM chromatograms of blank Zizang's joss stick smoke(A), burnable incense smoke of add standard(B), and hemp leaf smoke(C) peak No. 1-9 were the same as those in Table 1

为进一步验证方法的实验效果, 在 2 g 空白燃香粉末中添加 10 μL 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的 9 种大麻素标准品, 自然晾干后按上述方法进行测定, 结果表明, 9 种大麻素在加标后的燃香烟气中均有检出, 从燃香中转移到烟气中的平均迁移率为 1.3%~4.1%。称取 2 g 干燥大麻叶样品, 在酒精灯助力下燃烧后收集烟气, 检出 CBD、CBN 和 $\Delta 9$ -THC 3 种大麻素, 结果见表 4, 图 6B、C 分别为加标燃香烟气及大麻叶烟气的选择离子流色谱图。

3 结论

本文建立了固相萃取/GC-MS 测定燃香烟气中 9 种大麻素类化合物的分析方法。结果表明, 该方法的准确度和精密性良好, 能满足检测要求, 可同时开展燃香烟气中 9 种大麻素的快速定量和定性分析, 具有较强的实用价值, 从而填补燃香产品中非法添加检测的空白。

参考文献:

- [1] Chinese Pharmacopoeia Commission. Pharmacopoeia of the People's Republic of China. Beijing: China Medical Science Press(国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 北京: 中国医药科技出版社), 2020: 81.

表 4 加标燃香和大麻叶烟气的测试结果

Table 4 Test results of burnable incense and hemp leaf smokes

Compound	Burnable incense smoke		Hemp leaf smoke(mg/kg)
	Detected ($\mu\text{g/L}$)	Migration rate(%)	
CBD	405.7	4.1	731.9
$\Delta 9$ -THC	239.3	2.4	23.4
CBN	227.1	2.3	6.3
CP-47497	132.5	1.3	—*
ADB-PINACA	141.5	1.4	—
RCS-4	151.2	1.5	—
AB-CHMINACA	214.7	2.1	—
AM-2201	236.5	2.4	—
JWH-210	127.4	1.3	—

*: no detected

- [2] Editorial Committee of Chinese Flora, Chinese Academy of Sciences. *Flora of China*. Beijing: Science Press(中国科学院中国植物志编辑委员会.中国植物志.北京:科学出版社), **1998**, 23(1): 223.
- [3] Pertwee R G. *Handbook Exp. Pharmacol.*, **2005**, (168): 1–51.
- [4] Chang L, Li J J, Huang S Q, Tang H J, Chen A G, Zhang C P, Zhao L N, Li D F. *Chem. Life*(常丽, 李建军, 黄思齐, 唐慧娟, 陈安国, 张翠萍, 赵立宁, 李德芳. 生命的化学), **2018**, 38(2): 273–280.
- [5] Klein A, Stothard B. *Drugs and Alcohol Today*, **2015**, 15(3): 49.
- [6] Cannabis Act. [2021–06–29]. <http://laws-lois.justice.gc.ca>.
- [7] Cannabis Regulations. [2021–06–29]. <http://laws-lois.justice.gc.ca>.
- [8] Cannabis and Cannabis Resin, WHO Expert Committee on Drug Dependence Critical Review, World Health Organization. [2021–06–29]. https://www.who.int/docs/default-source/controlled-substances/cannabis-and-cannabis-resin.pdf?sfvrsn=17a80646_2&download=true.
- [9] Circular of the Ministry of Public Security of the State Health and Family Planning Commission of the State Administration of Food and Drug Administration on Publishing the Catalogue of Narcotic Drugs and Psychotropic Substances(食品药品监管总局公安部国家卫生计生委关于公布麻醉药品和精神药品品种目录的通知). [2021–06–29]. <http://www.cqpl.org/info/link.aspx?id=3293&page=1>.
- [10] Measures for listing control of non-medicinal narcotic drugs and psychotropic drugs(非药用类麻醉药品和精神药品列管办法). [2021–06–29]. <https://baike.baidu.com/item/%E9%9D%9E%E8%8D%AF%E7%94%A8%E7%B1%BB%E9%BA%BB%E9%86%89%E8%8D%AF%E5%93%81%E5%92%8C%E7%B2%BE%E7%A5%9E%E8%8D%AF%E5%93%81%E5%88%97%E7%AE%A1%E5%8A%9E%E6%B3%95/18685912?fr=aladdin>
- [11] Liu T. Milk Tea, Stamps, Cola……Could Be Drugs in Disguise! Be careful. China News Agency(刘涛.奶茶、邮票、可乐……都可能是伪装的毒品!一定要当心.中新社). [2021–06–29]. <https://3w.huanqiu.com/a/90dc69/9CaKrn-KimU4?agt=46>.
- [12] Baciú T, Borrull F, Aguilar C, Calull M. *Anal. Chim. Acta*, **2015**, 856: 1–26.
- [13] Petrovic M, Debeljak Z, Kezic N, Dzidara P. *Food Chem.*, **2015**, 170: 218–225.
- [14] Celine B, Pierre E, Christophe R. *Talanta*, **2019**, 192: 135–141.
- [15] Heo S, Yoo G J, Choi J Y, Park H J, Do J A, Cho S, Beak S Y, Park S K. *J. Anal. Toxicol.*, **2016**, 40(5): 350–359.
- [16] Ursula E, Maria J, Vicente A, Yolanda P. *Food Chem.*, **2017**, 228: 177–185.
- [17] Byungsuk C, Han S C, Junghyun K, Juhyun S, Ilung S, Seung K B, Sangwhan I, Dae H S, Eunmi K. *Forensic Sci. Int.*, **2020**, 306: 110058.
- [18] Mercleca G, Odoardi S, Mestria S, Cassar M, Strano–Rossi S. *J. Sep. Sci.*, **2020**, 43(14): 2858–2868.
- [19] Manuela P, Emilia M, Esther P, Magi F, Simona Z. *Medicina*, **2020**, 56: 408.
- [20] Yiqi R L, Jichun H, Cassandra Y, Kara L L. *J. Chromatogr. A*, **2019**, 1597: 109–118.
- [21] Chen F M, Zhang F, Gao F, Yong W, Yang M L, Feng F. *Chin. J. Anal. Chem.*(陈凤明, 张峰, 高飞, 雍炜, 杨敏莉, 冯峰. 分析化学), **2021**, 49(1): 128–136.
- [22] Wen Y H, Ou Q M, Yu G S, Zhu G J, Chen S W. *Chem. Eng.*(温永汉, 区棋铭, 余国枢, 朱国军, 陈颂伟. 化学工程师), **2018**, (12): 22–25.
- [23] Tu Y Y, Huang Y X, Qiu F. *Proprietary Chin. Med.*(涂永元, 黄玉香, 邱飞. 中成药), **2020**, 42(1): 243–247.
- [24] Mariotti K, Marcelo C A M, Ortiz R S, Borille B T, Reis M, Fett M S, Ferrao M F, Limberger R P. *Sci. Justice*, **2016**, 56(1): 35–41.
- [25] Luo Y B, Chen X J, Li X Y, Zhang H F, Zhu F F, Jiang X Y, Pang Y Q. *Chin. J. Anal. Chem.*(罗彦波, 陈小静, 李翔宇, 张洪非, 朱凤鹏, 姜兴益, 庞永强. 分析化学), **2020**, 48(6): 794–801.
- [26] Brighenti V, Licata M, Pedrazzi T, Maran D, Bertelli D, Pellati F, Benvenuti S. *J. Chromatogr. A*, **2019**, 1597: 179–186.
- [27] Liu X Y, Chen X Y, Zhong D F. *J. Chin. Mass Spectrom. Soc.*(刘晓云, 陈笑艳, 钟大放. 质谱学报), **2017**, 38(4): 388–399.
- [28] Gonzalez O, Blanco M E, Iriarte G, Bartolome L, Maguregui M I, Alonso R M. *J. Chromatogr. A*, **2014**, 8(1353): 10–27.

(责任编辑:龙秀芬)