

# SCIEX QTRAP® 系统对毛发样本中8种新型策划药的定性和定量分析

## Qualitative and Quantitative Analysis of 8 Designer Drugs in Hair by SCIEX QTRAP® System

穆朋倩, 杨总, 李立军, 郭立海  
Mu Pengqian, Yang Zong, Li Lijun, Guo Lihai

SCIEX中国应用支持中心 上海  
SCIEX China, Shanghai

**Key Words:** QTRAP, Forensic toxicological, designer drugs

### 引言

随着全球范围对以海洛因为代表的第一代毒品和以冰毒为代表的第二代毒品打击力度的不断加大, 以合成大麻素和卡西酮类物质为代表的第三代毒品即策划药迅速蔓延。这些物质一般通过对现有毒品的化学结构进行修改获得, 不但具有类似列管毒品的麻醉、兴奋或致幻作用, 而且能逃避法律的管制。我国于2005年将甲卡西酮列为第一类精神药品进行管制, 2011年发现大规模的卡西酮类物质滥用的案例, 随后出现了合成大麻素滥用的案例, 说明我国新型策划药的滥用形势不容乐观。

### 本实验方法特点:

本实验使用SCIEX QTRAP® 5500系统建立了毛发样品中8种新型策划药包括5种致幻剂 (BZP、2C-H、4MEC、bk-MDAM、MDPV) 和3种合成大麻 (JWH-250、JWH-018、AM-2201) 的检测方法。方法特点如下:

- 快速高效, 一针5分钟扫描时间, 运用QTRAP®独有的MRM-IDA-EPI复合扫描模式同时获得MRM数据以及高灵敏度的二级碎片全谱数据 (EPI)。
- 前处理简单高效, 3个添加水平的回收率均在92.46%-105.70%之间。
- 良好的重现性和稳定性, 3个添加水平下的日间精密度和日内精密密度均在8%以内。
- 线性关系良好, 毛发样品中加标, 在0.1-100 ng/mL的浓度范围内 $r \geq 0.9999$ 。

### 实验方法

#### 1. 液相方法:

流动相A: 水 (5 mM乙酸铵)

流动相B: 甲醇

色谱柱: Phenomenex Kinetex F5 (100 × 3.0 mm, 2.6 μm)

流速: 0.35 mL/min;

柱温: 40 °C;

进样量: 1 μL;

梯度洗脱: 见表1

表1. 液相梯度洗脱方法。

Time	A	B
0	95	5
0.3	50	50
1.4	15	85
3.5	5	95
3.6	95	5
5	95	5

#### 2. 质谱方法:

实验采用QTRAP® 5500系统, ESI 正模式采集, 扫描模式为MRM-IDA-EPI;

离子源参数:

IS 电压: 5500 V;

气帘气CUR: 35 psi ;

雾化气GS1: 50 psi; 辅助气GS2: 55 psi;  
 离子源温度TEM: 550 °C; 碰撞气CAD: Medium  
 化合物参数参见表2:

表2. 8种新型策划药的MRM列表。

Compound	Q1	Q3	DP	CE	CXP
	(m/z)	(m/z)	(V)	(V)	(V)
BZP	177.1	91	60	28	12
BZP	177.1	65	60	58	10
2C-H	182.1	165.1	55	14	15
2C-H	182.1	135.1	55	36	15
4-MEC	192.1	174.1	60	17.5	18
4-MEC	192.1	146.1	60	24	15
bk-MDMA	208.1	160.1	45	24	13
bk-MDMA	208.1	132.1	45	35	14
MDPV	276.1	175.1	70	31	15
MDPV	276.1	205.1	70	25	20
JWH-250	336.2	121	70	26.5	14
JWH-250	336.2	200.2	70	32	17
JWH-018	342.1	155	70	31	17
JWH-018	342.1	127.1	70	60	15
AM-2201	360.2	155	70	34	15
AM-2201	360.2	127	70	35	16

在上述条件下，毛发基质中8种化合物的典型色谱图如图1所示:

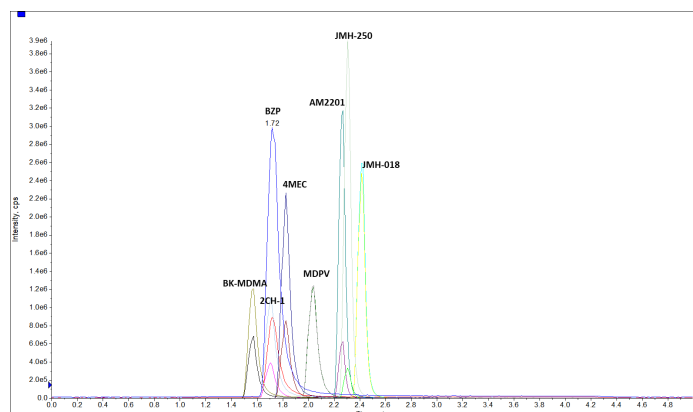


图1. 毛发基质中8种化合物的提取离子流色谱图。

### 3. 样品前处理

毛发样品使用去离子水和丙酮洗涤干净，剪碎后称取20 mg于EP管中，加入1 mL的甲醇后冷冻研磨，冰浴超声30 min，上清液过膜后，上机分析。

## 结果与讨论

### 1. 定性实验结果

为了达到同时定性定量的目的，本实验采用了MRM-IDA-EPI-谱库检索的多重模式。不仅能从MRM模式获得各个化合物的保留时间、峰面积、离子比率等信息，还能通过EPI扫描获得二级质谱图，利用已经建立好的谱库进行检索。更多的确证离子可大大提高鉴定结果的准确性。如在保留时间2.42 min时，JWH-018出峰，仪器自动切换到EPI扫描模式，并用高中低3个不同的碰撞能量做EPI扫描。如图2所示，将加标的样品中得到的EPI谱图与谱库中JWH-018的EPI谱图进行自动比较，得到它们的匹配结果（图3）。检索结果可按Purity值排序，更明显的看出样品中是否含有JWH-018，保证定量结果的准确性。

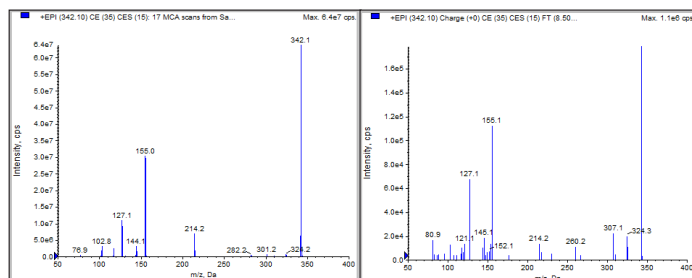


图2. JWH-018的EPI图，左边为EPI谱库，右边为加标样品。

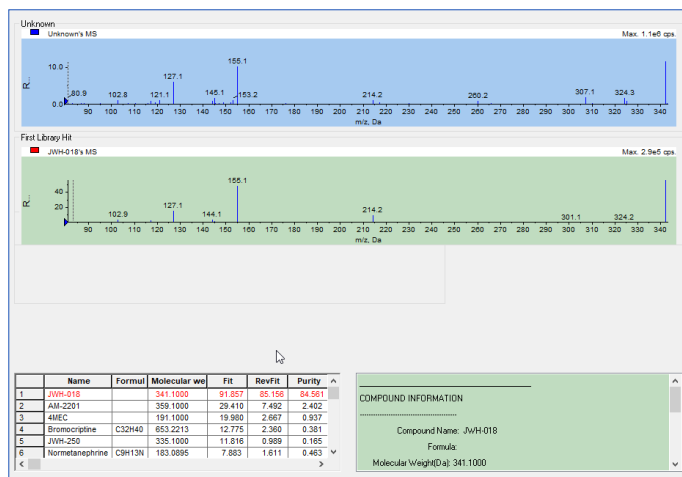


图3. 加标样品的EPI谱图与谱库中JWH-018标准谱图库的匹配结果。

## 2. 线性范围

在毛发基质中，各物质在0.1-50ng/m线性良好 ( $r > 0.9999$ )，保证不同浓度水平样品的准确定量。

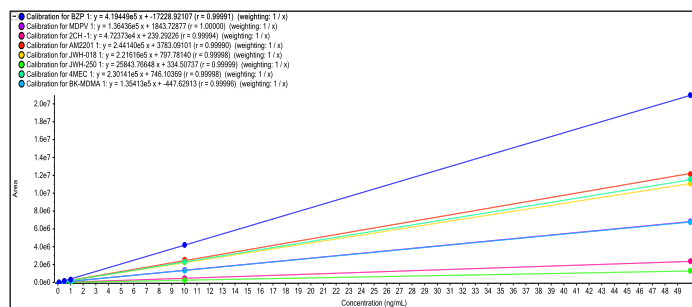


图4. 毛发基质中8种化合物的线性关系。

## 3. 回收率及精密度

在本方法条件下，8种药物在5、50、2500 ng/g 3个添加水平的回收率在92.5%-114.3%之间。日间精密度RSD在0.39%-7.67%之间、日内精密度的RSD在0.37%-7.54%之间 (n=9)。具体见表3。

## 4. 方法定量下限

8种药物在毛发基质中的定量下限为1.5 ng/g，为新型策划药的监管提供参考意义。

## 总结

本实验在QTRAP® 5500平台上，建立了包括样品前处理，数据采集和数据处理等完善的定性定量方法。该方法检材前处理简单，进样一针5min内全部出峰，分析时间短。同时采用MRM-IDA-EPI的检测方法，不仅获得了化合物的MRM数据，用于定量分析，而且还获得了高质量的EPI图，用于EPI库检索，提高了鉴定结果的准确度。为新型策划药的监管提供参考意义。

表3. 3个浓度水平下的回收率和日间、日内精密度。

化合物	添加浓度 (ng/g)	回收率 %	日间精密度 % (n=9)	日内精密度 % (n=9)
BZP	5	114.3	1.44	1.40
	50	92.5	0.72	0.68
	2500	100.1	0.61	0.59
2C-H	5	102.8	0.19	0.18
	50	94.1	4.62	4.59
	2500	100.4	1.67	1.67
4-MEC	5	105.7	1.13	1.12
	50	96.7	0.60	0.61
	2500	100.2	1.06	1.06
bk-MDMA	5	102.1	0.58	0.58
	50	95.2	1.62	1.64
	2500	100.3	1.44	1.43
MDPV	5	102.0	0.39	0.37
	50	99.0	2.96	2.92
	2500	100.0	1.07	1.06
JWH-250	5	102.7	0.55	0.55
	50	101.5	5.84	5.36
	2500	100.2	3.42	3.41
JWH-018	5	102.8	7.54	7.54
	50	94.1	5.49	5.17
	2500	100.4	6.76	6.76
AM-2201	5	102.8	3.38	3.40
	50	94.1	7.67	5.58
	2500	100.4	1.24	1.25

## 参考文献

- [1] Buchanan JF, Brown CR. Designer drugs. A problem in clinical toxicology [J]. Medical Toxicology and Adverse Drug Experience 1988, 3(1):1-17.
- [2] 崔巍,沈雯雯,苏玮等.新型策划药4-甲基卡西酮的流行与管制[J].中国药物依赖性杂志, 2012,21(2).
- [3] Gunderson E W,Kirkpatrick M G, Willing L M,et al. Substituted cathinone products: a new trend in “bath salts” and other designer stimulant drug use [J]. Journal of Addiction Medicine, 2013, 7(3):153-162.
- [4] Lefller A M,Smith P B,de Armas A,et al.The analytical investigation of synthetic street drugs containing cathinone analogs[J]. Forensic Sci Int,2014,234:50-56.

For Research Use Only. Not for use in Diagnostic Procedures.

Trademarks and/or registered trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd., or their respective owners, in the United States and/or certain other countries.

RUO-MKT-02-10491-ZH-A

AB SCIEX™ is being used under license.

© 2019 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



### SCIEX中国公司

北京分公司  
地址：北京市朝阳区酒仙桥中路24号院  
1号楼5层  
电话：010-5808 1388  
传真：010-5808 1390

上海公司及中国区应用支持中心  
地址：上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话：021-2419 7200  
传真：021-2419 7333

广州分公司  
地址：广州市天河区珠江江西路15号  
珠江城1907室  
电话：020-8510 0200  
传真：020-3876 0835

全国免费垂询电话：800 820 3488，400 821 3897 网址：www.sciex.com.cn 微博：@SCIEX