

# ATLAS-LEXT 和 LCMS-8045 联用检测 毛发中四氢大麻酚、大麻二酚和大麻酚

## LCMSMS-436

**摘要：**本文利用 ATLAS-LEXT 和 LCMS-8045 联用，建立了毛发中三种大麻素的分析方法。该方法最大特点为利用 ATLAS-LEXT 自定义编程功能，实现双步提取，大大简化前处理流程。同时实验结果表明：该方法线性良好；对高、中、低水平的标准溶液重复进样 6 针，保留时间和峰面积重复性良好。加标回收实验中，各物质回收率在 59.3 ~ 78.5% 之间，平行 3 份样品的峰面积 RSD 值分别在 0.46 ~ 3.80% 之间，ATLAS-LEXT 回收及精密度良好。该方法操作简捷，为毛发中三种大麻素的检测提供很好的参考。

**关键词：**ATLAS-LEXT LCMS-8045 毛发 大麻素

大麻为一年生草本植物，雌雄异体，几乎遍及全球。大麻是世界范围内滥用最为严重的毒品之一，其中四氢大麻酚（THC）是首要的精神活性成分，能使人致幻成瘾，并可对人体产生多种毒害作用。按照 THC 含量的不同，大麻可大致分为医用、娱乐性大麻和工业大麻。受加拿大、美国等国“大麻合法化”影响，国际大麻种植加工等问题关注度骤升，进而在全球掀起大麻热。目前在国外大麻产品销售，产品主要包括大麻花，大麻油和大麻药酒，大麻食品等。而在国内对大麻管控依然严格，因此检测大麻成分检测方法有着重要的现实意义。

岛津公司 ATLAS-LEXT 自动前处理装置可以对唾液、尿液、血液等样品中的违禁药物自动进行液-液萃取，复溶后可进行液质联用分析或气质联用分析，自动化程度高，可节省大量时间，提高效率。同时 ATLAS-LEXT 可根据前处理需要进行自定义编程，从而完美实现复杂前处理步骤，包括多次萃取，酸碱萃取等。

本文利用岛津 ATLAS-LEXT 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用，通过 ATLAS-LEXT 编程功能进行双步提取，参考司法鉴定技术规范 SF / Z JD0107022-2018 建立毛发中四氢大麻酚、大麻二酚和大麻酚的检测方法，供相关人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用岛津全自动样品前处理仪 ATLAS-LEXT 和 LCMS-8045 三重四极杆液质联用仪。具体配置为 LC-30AD×2 输液泵，DGU-20A5 在线脱气机，SIL-30AC 自动进样器，CTO-20AC 柱温箱，CBM-20A 系统控制器，LCMS-8045 三重四极杆质谱仪，LabSolutions Ver. 5.97 色谱工作站。

### 1.2 分析条件

液相色谱条件：

色谱柱：Shim-pack GISS (2.1 mm I.D. × 50 mm L., 1.9 μm)

流动相：A 相 -5mM 乙酸铵 +0.1% 甲酸水 B 相 - 乙腈

流速：0.3 mL/min

柱温：40°C

进样量：5 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 65%，时间程序见表 1。

表 1. 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
4.0	泵	B.Conc	95
4.5	泵	B.Conc	95
4.6	泵	B.Conc	65
6.5	控制器	Stop	

LCMS-8045 质谱条件:

离子源 : ESI (+)	加热气流速 : 10 L/min
雾化气流速 : 3 L/min	加热模块温度 : 400°C
DL 温度 : 250°C	扫描模式 : 多反应监测 (MRM)
接口温度 : 300°C	干燥气流速 : 10 L/min
MRM 参数 : 见表 2	

表 2. MRM 参数

No.	名称	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
1	大麻酚	311.15	223.15*	-16	-22	-14
			179.25	-16	-44	-34
2	大麻二酚	315.20	193.15*	-16	-23	-12
			259.25	-38	-19	-28
3	四氢大麻酚	315.20	193.15*	-16	-22	-18
			259.20	-16	-21	-28

注: \* 表示定量离子

### 1.3 标准溶液的配置

取浓度为 1.0 mg/L 对照品混合溶液, 以 ATLAS-LEXT 处理的毛发空白基质作为稀释溶剂, 依次配制成 1、2.5、10、20、50、100 µg/L 的系列浓度, 待上机分析。

### 1.4 样品前处理方法

取毛发样品依次用水和丙酮振荡洗涤二次, 晾干, 剪成约 1 mm 段。准确称取约 50mg 毛发碎屑放置于 ATLAS-LEXT 专用试管中, 样品管中加 1 mL 10% 氢氧化钠溶液, 60°C 水解 30 min 后取出, 水解完成后采用 ATLAS 自定义程序进行液液萃取。萃取流程: 向样品中依次加入 0.25 mL 的饱和氯化钠溶液、2 mL 的乙酸乙酯, 震荡离心后进行乳化检测, 之后取 1.5 mL 上清液到干净样品管中, 随后在萃取后的样品中加入 1.5 mL 的乙酸乙酯再次进行萃取, 震荡离心后进行乳化检测, 之后取 1.5 mL 上清液合并到干净样品管中, 最后真空干燥。干燥完成后加入 1 mL 的 50% 乙腈水溶液复溶, 0.22 µm 滤膜过滤上机分析。

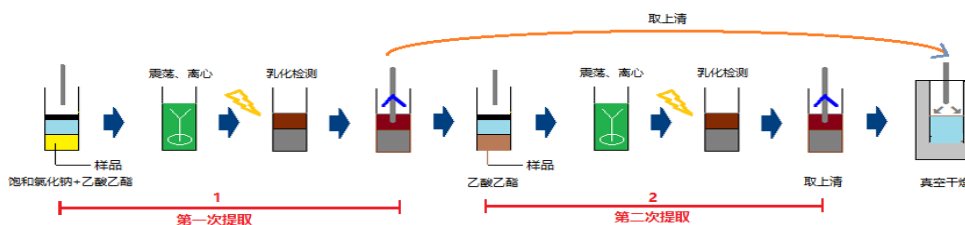


图 1. ATLAS-LEXT 样品处理流程图

## 结果与讨论

### 2.1 标准品 MRM 色谱图

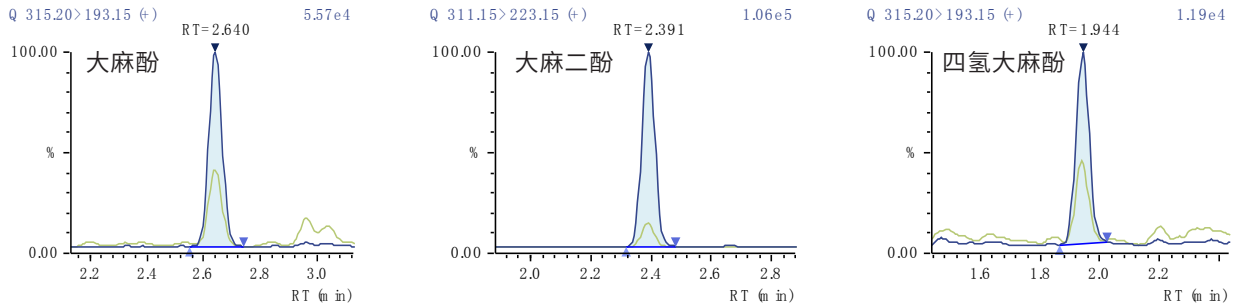


图 2. 标准品 MRM 色谱图 (10 µg/L)

### 2.2 线性范围

按照 1.3 配制成各浓度标准溶液，以各目标物浓度为横坐标，目标物峰面积为纵坐标，以外标法绘制标准曲线，所得校准曲线线性关系良好，线性相关系数大于 0.999，准确度在 96.5 ~ 107.4% 之间。曲线结果如下图 3 所示。线性方程及相关系数见表 3。

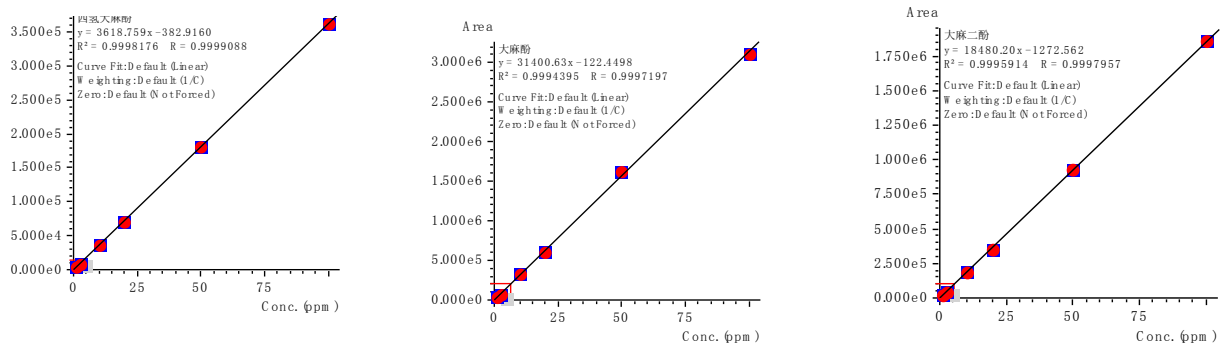


图 3. 三种大麻素的标准曲线

表 3. 校准曲线参数 (1/C)

序号	名称	校准曲线	相关系数 r	精确度	检测限 (µg/L)	定量限 (µg/L)
1	大麻酚	$Y = (31400.63)X - (122.4498)$	0.9997	96.6-103.2	0.11	0.37
2	大麻二酚	$Y = (18480.20)X + (1272.562)$	0.9997	95.0-107.4	0.16	0.54
3	四氢大麻酚	$Y = (3618.759)X + (382.9160)$	0.9999	96.5-101.6	0.20	0.67

### 2.3 重复性考察

按照 1.3 步骤配制低、中、高三个浓度标准溶液，连续进样 6 次，考察分析方法保留时间和峰面积的重复性。结果表明：3 种毒品保留时间的 RSD 均小于 1.0% 和峰面积的 RSD 均小于 4%，方法重复性良好，仪器精密程度良好。结果见表 4。

表 4. 重复性测试 (n=6)

样品名称	RSD% (2.5 µg/L)		RSD% (10 µg/L)		RSD% (50 µg/L)	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
大麻酚	0.08	2.61	0.10	2.12	0.06	1.07
大麻二酚	0.13	3.03	0.09	1.90	0.06	1.58
四氢大麻酚	0.16	3.40	0.10	3.59	0.08	1.19

## 2.4 加标回收实验

取毛发，按照 1.4 步骤中制备样品和加标样品，三个水平加标浓度如下表 5 所示，各样品平行测定 3 次。测试结果显示：通过两步提取，各水平的加标回收率在 59.3 ~ 78.5% 之间，相对标准偏差在 0.46 ~ 3.80% 之间。

表 5. 基质加标实验结果 (n=3)

名称	样品浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标 (2.5 $\mu\text{g/L}$ )		加标 (10 $\mu\text{g/L}$ )		加标 (50 $\mu\text{g/L}$ )	
		回收率 %	RSD %	回收率 %	RSD %	回收率 %	RSD %
大麻酚	ND	77.0	0.89	68.3	1.47	68.8	0.46
大麻二酚	ND	67.5	1.18	78.5	0.98	77.8	0.48
四氢大麻酚	ND	65.9	3.80	61.8	3.08	59.3	2.84

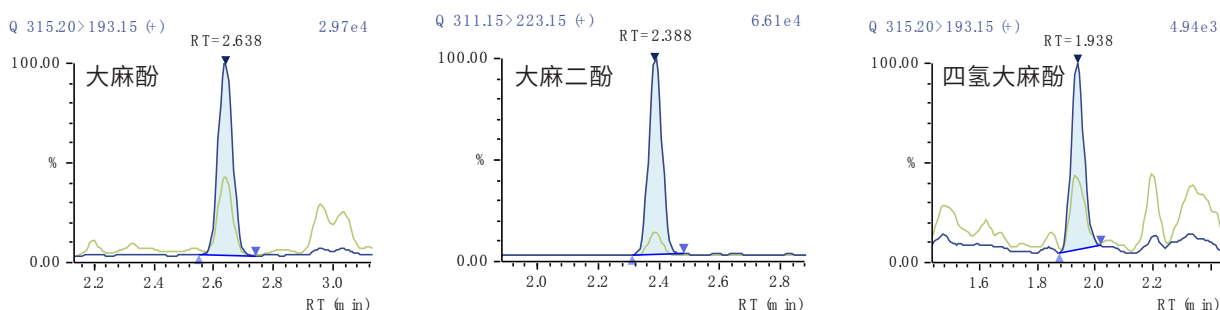


图 4. 加标回收实验色谱图 (10  $\mu\text{g/L}$ )

## 结论

本文利用岛津 ATLAS-LEXT 自定义前处理程序功能 - 双步萃取，同 LCMS-8045 联用，建立一种简便、快速、准确的毛发中三种大麻素的检测方法。该方法采用外标法定量，在 1-100  $\mu\text{g/L}$  的范围内，各组分线性相关系数均在 0.999 以上，线性良好。对高、中、低水平的标准溶液重复进样 6 针，保留时间和峰面积均表现出了良好的重复性。加标回收实验中，各物质回收率在 59.3 ~ 78.5% 之间，平行 3 份样品的峰面积 RSD 值分别在 0.46 ~ 3.80% 之间，ATLAS-LEXT 回收及精密度良好。该方法操作简捷，为毛发中三种大麻素的检测提供很好的参考。

岛津应用云

