

Application News

液相色谱质谱仪

使用三重四极杆质谱 LCMS-8050

No.SSI-LCMS-050

定量分析天然大麻素



液相色谱质谱仪

LCMS-8050



■ 摘要

使用 LCMS-8050 三重四极杆质谱仪进行天然大麻素的定量分析。获得了特定大麻素的定量下限 (LLOQ) 1-2.5 ng/mL。该方法检测表明，网售的某些药用油或酞剂中含有天然大麻素。

■ 背景

目前有三种不同种类的大麻 (*C. sativa*、*C. Indica* 和 *C. ruderalis*) 中含有约85种不同的大麻素。图1显示了大麻中含有的主要大麻素。这些大麻素化合物会与人体发生不同的生理相互作用，其中 Δ^9 -四氢大麻酚 (Δ^9 -THC)、大麻萜酚(CBG)和大麻酚(CBN)被认为是主要的精神活性大麻素，而 Δ^9 -THC 又是首要的精神活性成分^{1,2}。

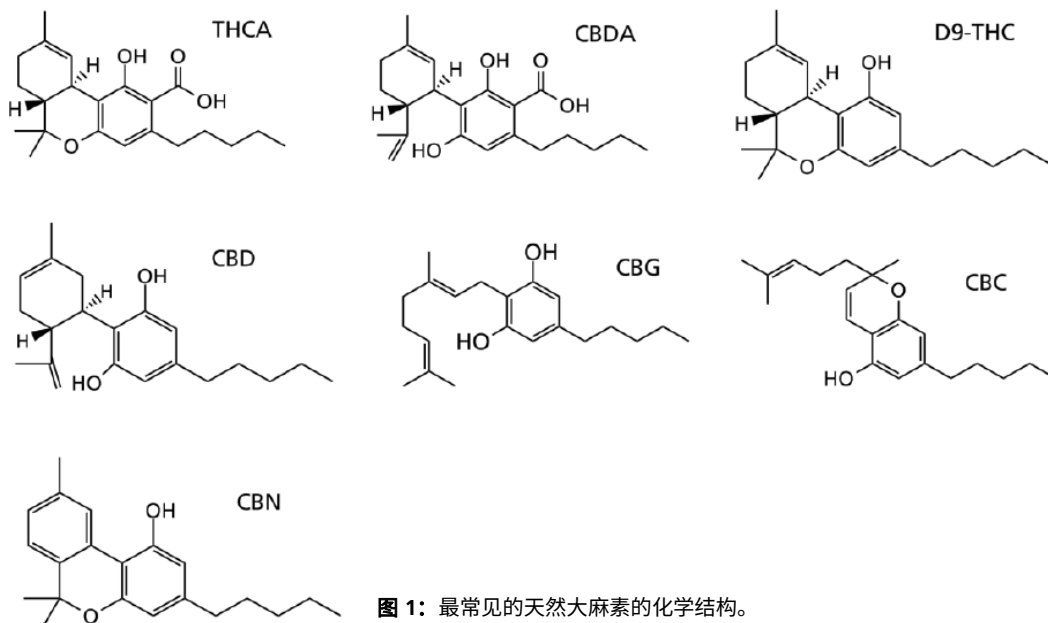


图 1: 最常见的天然大麻素的化学结构。

大麻除了含有精神活性成分外，还含有其他具有药用价值的天然大麻素。分析天然大麻素十分必要，一方面是因为这些化合物具有潜在的医学用途，另一方面是对含有这些化合物的产品进行检测以便管理和产品质量控制。这些产品大多由大国零售商在线销售，或在法律允许销售药用和娱乐用大麻的各州地方销售。为了确定产品中所含各种大麻素的真实性、品质和含量，我们利用岛津 LCMS-8050 三重四极杆质谱仪开发了天然大麻素的 LC-MS/MS 方法。

■ 方法

在稀释天然大麻素甲醇标液后，使用流动注射分析优化来进行离子源、CID 条件和产物离子选择。根据经验优化 LC 条件，使用 Restek 色谱柱开发3分钟梯度洗脱方法。使用溶剂标准品创建标准曲线，然后分析各种医用酊剂。

■ 结果和讨论

对每种天然大麻素，优化方法选择一对定量离子对，两对定性离子对。使用“岛津优化方法软件”来选择离子对，并用产物离子扫描来进行验证。基于离子强度和多碰撞能产物离子扫描结果来选择定量和定性离子对。所有大麻素化合物的选择前体离子是[M+H]⁺。在 MRM 优化和色谱条件开发完成之后，为每种大麻素生成了标准曲线，其中n = 6 (图2)。

除了 CBC 的定量下限为 2.5 ng/mL，其他大麻素定量下限(LLOQ)为1 ng/mL (表1)。在上述浓度下所有大麻素的最小信噪比均大于或等于20:1。标准曲线采用1/C或1/C²加权。

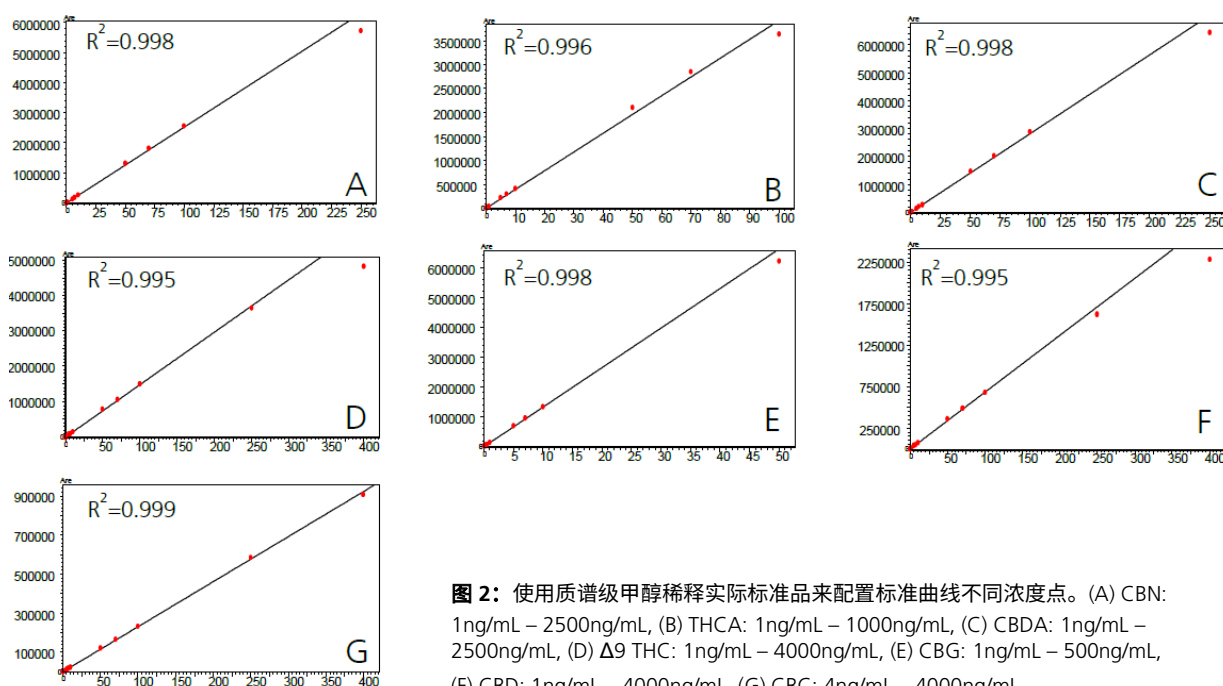


图 2：使用质谱级甲醇稀释实际标准品来配置标准曲线不同浓度点。(A) CBN: 1ng/mL – 2500ng/mL, (B) THCA: 1ng/mL – 1000ng/mL, (C) CBDA: 1ng/mL – 2500ng/mL, (D) Δ⁹ THC: 1ng/mL – 4000ng/mL, (E) CBG: 1ng/mL – 500ng/mL, (F) CBD: 1ng/mL – 4000ng/mL, (G) CBC: 4ng/mL – 4000ng/mL。

LLOQ 的定量结果(n=6)

化合物	LOD (ng/mL)	%RSD	精确度(%)	S/N	加权	商业酊剂
CBN	1	4.516099	99.998 ± 4.2%	58.96	1/C ²	0.016% ± 0.001%
THCA	1	7.023558	99.998 ± 9.1%	21.14	1/C	0.452% ± 0.018%
CBDA	1	6.671582	100.001 ± 5.7%	70.42	1/C ²	0.019% ± 0.001%
Δ ⁹ THC	1	6.414479	99.997 ± 6.3%	85.89	1/C ²	0.370% ± 0.021%
CBG	1	3.666911	100.000 ± 3.7%	2397.6	1/C ²	0.018% ± 0.0004%
CBD	1	7.770838	100.123 ± 6.8%	107.4	1/C ²	0.006% ± 0.001%
CBC	2.5	8.193242	100.006 ± 5.7%	70.64	1/C	0.029% ± 0.006%

表 1: 每种大麻素定量限和商业酊剂浓度的定量结果。

采用开发的色谱方法,测定的七种大麻素中的六种实现基线分离,其中 CBG (m/z 317.25) 和 CBD (m/z 314.95)共洗脱。在线购买的市售酊剂中检测到所有七种大麻素 (图3)。

表1显示了每种大麻素的浓度。在最高水平标准品之后立即进样空白样品,没有发现可检测的进样残留。

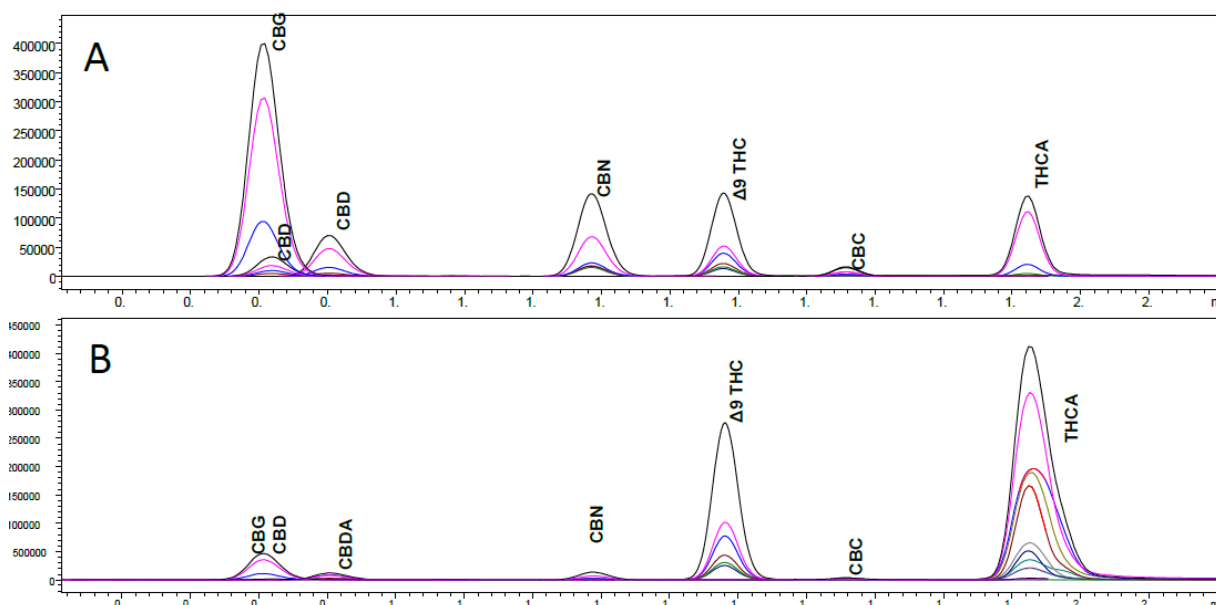


图 3: (A) 在 100 ng/mL 时溶剂中七种大麻素的色谱图。(B) 含有 7 种大麻素的市售酊剂的色谱图。

■ 结论

本研究证明,使用Shimadzu LCMS-8050建立的方法可实现天然大麻素的快速检测。

定量下限低至 1 ng/mL (柱上1 pg) 7种大麻素均可以检测到,且S/N 至少为20:1。该方法可用于定量检测原料或商品中的大麻素。

■ 参考文献

1. Borgelt LM, Franson KL, Nussbaum AM, Wang GS (February 2013). "The pharmacologic and clinical effects of medical cannabis". *Pharmacotherapy (Review)* **33** (2): 195–209.
2. Gaoni Y, Mechoulam R (1964). "Isolation, structure and partial synthesis of an active constituent of hashish". *Journal of the American Chemical Society* **86** (8): 1646–1647.

本文由美国岛津科学仪器有限公司提供。



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考,不予任何保证。
如有变动,恕不另行通知。

第一版发行日:2019年4月