

ATLAS-LEXT 和 GCMS 联用测定毛发中四氢大麻酚的含量

GCMS-382

摘要： 本方法采用 ATLAS-LEXT 全自动样品处理平台和 GCMS-QP2020 NX 联用检测毛发中四氢大麻酚。该方法最大特点为采用 ATLAS-LEXT 处理样品，实现毛发样品碱水解、乙酸中和、萃取、真空干燥、衍生等流程的自动化处理。实验结果表明：该方法采用 ATLAS-LEXT 自动处理基质加标溶液后测定得到的校准曲线线性良好，标准溶液连续 6 针平行测定，重复性良好，加标回收率在 59.1-79.3% 之间。该方法简单方便，能用于检测毛发中四氢大麻酚的含量。

关键词： 气相色谱 - 质谱联用仪 ATLAS-LEXT 全自动样品处理平台 毛发 四氢大麻酚

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 (Δ^9 -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，产品主要包括大麻烟，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，因此建立大麻成分检测方法有着重要的现实意义。

岛津公司 ATLAS-LEXT 全自动样品处理平台可以对毛发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、衍生等。

本文利用岛津 ATLAS-LEXT 和 GCMS-QP2020 NX 联用，通过 ATLAS-LEXT 编程功能自动实现毛发水解、萃取、衍生等流程，建立毛发中四氢大麻酚的检测方法，供相关人员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

ATLAS-LEXT+GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5Sil MS, (30 m×0.25 mm×0.25 μm)

柱温程序：80°C (2 min)_30°C /min_280°C (10 min)

离子源温度：230°C

接口温度：280°C

载气控制方式：恒线速度 (36.8 cm/sec)

进样口温度：280°C

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

检测器电压：调谐电压 +0.2 kV

采集方式：SIM

■ 样品前处理

取毛发样品，置于小烧杯中，依次用甲醇、水、甲醇各振荡清洗 2 min，清洗 3 次，自然晾干。将晾干后的毛发检材较碎至 1 mm ~ 2 mm 左右，称取 20 mg 置于 ATLAS-LEXT 样品管中，利用 ATLAS 自定义前处理程序完成样品处理。处理流程：样品管中加入 1 mol/L 氢氧化钠溶液 0.5 mL，90°C 加热 10 min 水解，再加入乙酸 0.5 mL 混匀中和，6300 r/min 离心 30 s，取上清液，加入正己烷 / 乙酸乙酯 (体积比 9:1) 混合溶剂 2.5 mL，震荡萃取 5 min，6300 r/min 离心 30 s，取上清液；重复提取一次，合并两次提取的有机相，40°C 浓缩至干，再加入五氟丙酸酐 100 μ L，70°C 衍生化 30 min。衍生完成后 40°C 浓缩至干，用乙酸乙酯 200 μ L 溶解，作为检材样品衍生液供 GCMS 分析。

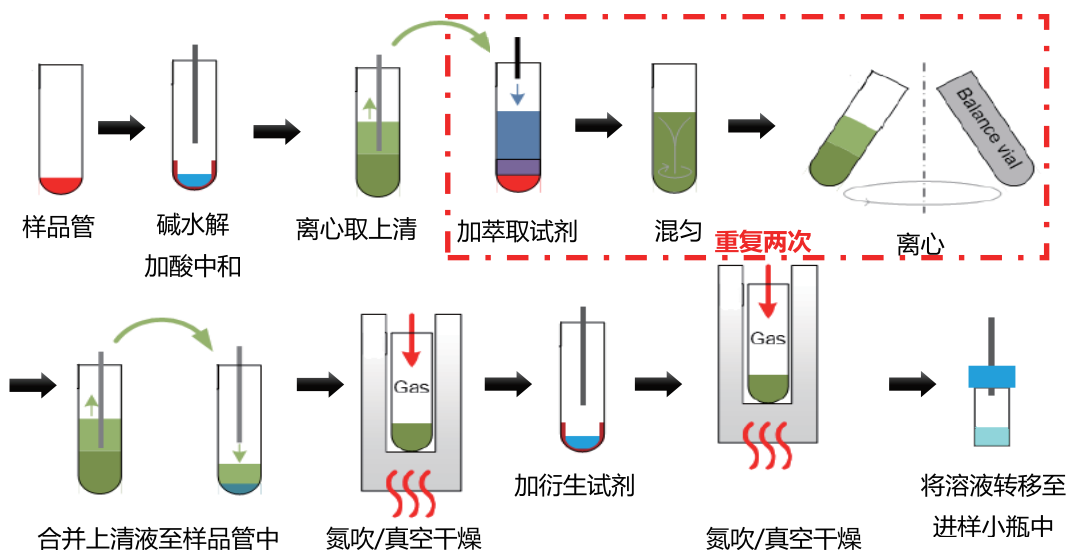


图 1 ATLAS 前处理流程

■ 结果与讨论

3.1 标准品图谱

Δ^9 -THC 标准品根据 1.3 前处理条件进行衍生，按 1.2 中分析条件上机分析，得到 Δ^9 -THC 质量色谱图见图 2，化合物信息见表 1。

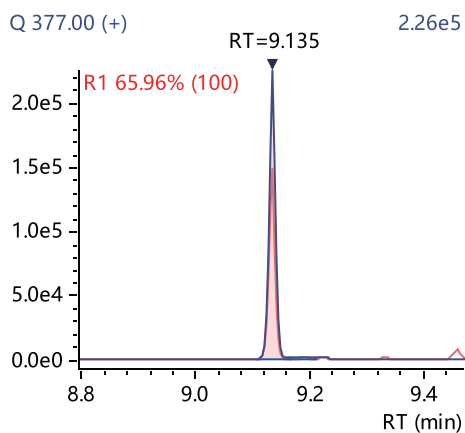


图 2 Δ^9 -THC 衍生物质量色谱图 (50 μ g/L)

表 1 Δ^9 -TH 化合物信息

化合物名称	英文名称	CAS 号	检测目标物	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
四氢大麻酚	Tetrahydrocannabinol	1972-08-3	四氢大麻酚衍生物	9.133	377	460

3.2 标准曲线及检出限

称取 5 份毛发样品，在样品中分别加入 5 个不同浓度的标准品溶液，浓度分别为 50、100、200、500 和 1000 $\mu\text{g/L}$ ，根据 1.3 前处理条件进行处理并上机分析，以 Δ^9 -THC 衍生物浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，外标法绘制标准曲线（图 3）。线性相关系数和检出限见表 2。

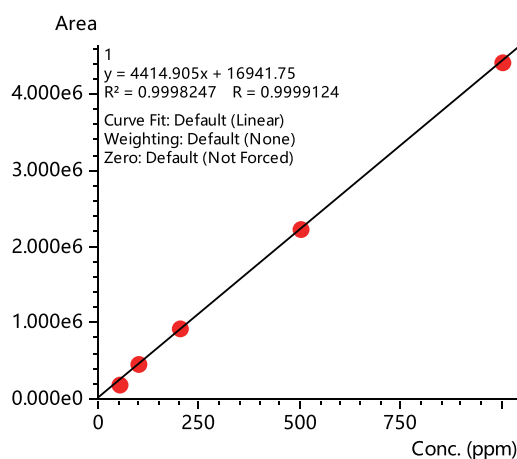
图 3 Δ^9 -THC 衍生物校准曲线

表 2 校准曲线参数

序号	名称	校准曲线	相关系数 r	检测限 ($\mu\text{g/L}$)	定量限 ($\mu\text{g/L}$)
1	Δ^9 -THC 衍生物	$Y = 4414.905X + 16941.75$	0.9999	0.64	2.12

3.3 重复性测试

别取浓度为 50、200、1000 $\mu\text{g/L}$ 衍生溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 Δ^9 -THC 衍生物重复性结果 (n=6)

样品名称	RSD% (50 $\mu\text{g/L}$)		RSD% (200 $\mu\text{g/L}$)		RSD% (1000 $\mu\text{g/L}$)	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
Δ^9 -THC 衍生物	0.01	1.45	0.01	1.48	0.01	1.04

3.4 样品加标回收率

为评估前处理中碱水解、中和及萃取过程的回收率，毛发样品经 ATLAS 完成碱水解、中、萃取和真空干燥之后，再手动加入 50、200、500 $\mu\text{g/L}$ 的 Δ^9 -THC 的标样，随后再用 ATLAS 完成后续衍生流程并上机分析，标准曲线中对应浓度峰面积比上该峰面积计算回收率，回收率结果见表 4。

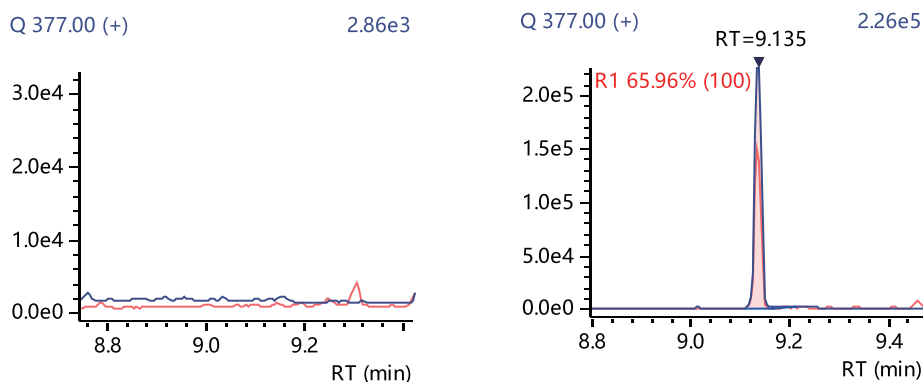


图 4 空白样品和加标样品质量色谱图（左：空白样品；右：50 µg/L 加标样品）

表 4 加标回收率

名称	回收率 % (50 µg/L)	回收率 % (200 µg/L)	回收率 % (500 µg/L)
Δ^9 -THC 衍生物	59.1	65.3	79.3

■ 结论

本方法采用 ATLAS-LEXT 和 GCMS-QP2020 NX 联用检测毛发中四氢大麻酚 (Δ^9 -THC)。采用 ATLAS-LEXT 处理标准样品，在 50~1000 µg/L 浓度范围内， Δ^9 -THC 线性良好，相关系数为 0.9999，方法检出限为 0.64 µg/L。分别取浓度为 50、200、1000 µg/L 衍生溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 均小于 1.5%，精密度良好。加标回收率在 59.1-79.3% 之间。该方法简单方便，能用于检测毛发中四氢大麻酚的含量。

岛津应用云

