

应用纪要

## 使用超高效液相色谱(UPLC)结合PDA和质谱检测分析大麻植物材料和食用产品中的大麻素

---

Kim Van Tran, Marian Twohig, Christopher J. Hudalla

Waters Corporation, ProVerde Laboratories



---

摘要

医用大麻和娱乐大麻的合法化在继续推进。因此需要使用一种简单可靠的分析方法来分析植物材料和大麻衍生产品，以支持标示量并确保产品质量和消费者安全。

我们已经开发出一种稳定耐用的分析方法，即使用UPLC-PDA和质谱检测对大麻花、大麻和食用产品中的18种大麻素进行检测和定量。将ACQUITY PDA检测器与ACQUITY QDa质谱检测器（一种单四极杆质谱检测器）结合使用，在Empower色谱数据软件的控制下采集定量数据。装配CORTECS C<sub>18</sub>分析柱的Waters ACQUITY UPLC H-Class-PDA-QDa系统能够在10 min内分离18种大麻素。对于使用QDa质谱检测器检测的大麻素，校准曲线中使用的最低浓度为0.4 µg/mL；对于使用PDA检测的大麻素，校准曲线中使用的最低浓度为约3.125 µg/mL。与PDA相比，ACQUITY QDa为低浓度大麻素提供了更准确的检测。结果表明，该方法适用于分析和准确检测各种基质（包括大麻花、大麻、浓缩物和食用产品）中的大麻素。

## 优势

- ACQUITY UPLC-PDA-QDa系统是一种高度可靠且稳定耐用的仪器，可用于大麻花、大麻、浓缩物和食用产品的常规分析
- 兼用PDA和质谱检测功能，提高了峰确证的可信度
- Empower色谱数据软件通过将电子记录永久链接在一起来管理所有原始数据、方法和结果

---

## 简介

医用大麻和娱乐大麻的合法化在继续推进。随着越来越多的产品完成开发并进入市场，业界亟需使用简便、可靠且快速的方法来支持标示量并确保产品质量和消费者安全。大麻植物(*Cannabis sativa*)是一种复杂的天然产物，可产生数百种不同的大麻素，但大多数实验室的分析重点仅为其中五种主要化合物： $\Delta^9$ -四氢大麻酚( $\Delta^9$ -THC)、 $\Delta^9$ -四氢大麻酚酸(THCA)、大麻二酚酸(CBDA)、大麻二酚(CBD)和大麻酚(CBN)。最近，其他次要的大麻素也表现出有益的药用效果，因此将它们与主要化合物一起分离和鉴定变得越来越重要。分析人员希望，能够在合理的时间范围内尽量减少次要和主要大麻素的共洗脱峰，同时提供准确的定量结果。这对于食用产品而言尤为困难，因为大麻素已被添加至各种食品中，包括高糖和高脂肪的食品（例如巧克力和软糖）。对于化学组成复杂的样品，需要采用有效的样品前处理方法才能确保分析取得成功<sup>1</sup>。超高效液相色谱(UPLC)与UV检测相结合能够对复杂基质样品进行效价测定，因为它可以鉴别和定量结构相似的主要和次要大麻素及其不同形式，从混合物中测定正确的化合物，提供有效的结果。添加质谱检测可以提供更高的特异性和灵敏度。本研究使用同时配有ACQUITY PDA和ACQUITY QDa质谱检测器的ACQUITY UPLC H-Class系统分析大麻花、大麻和食用产品（包括软糖、巧克力和饮料）中的18种大麻素。

---

## 实验

### 材料与试剂

#### 标准品

大麻素标准品购自Cayman Chemical（密歇根州安阿伯）和Cerilliant/Sigma-Aldrich（美国密苏里州圣路易斯）。

#### 试剂

样品提取所用的LC-MS级溶剂和LC流动相购自Honeywell Burdick & Jackson（美国密歇根州马斯基根）。甲酸购自Sigma-Aldrich（美国密苏里州圣路易斯）。

### 样品前处理

大麻及衍生样品购自当地（马萨诸塞州）。样品前处理方法因基质而异。

### 大麻和大麻花

称取大麻植物材料(0.5 g)置于50 mL离心管中，加入一份乙腈(20 mL)和两颗不锈钢珠。将样品用Geno/Grinder®（SPEX，新泽西州Metuchen）在1500 RPM下处理3 min（图1a）。将离心管超声处理20 min，并在3000 RCF下离心5 min。超声处理后，将样品离心处理，并用0.2 μm PTFE过滤器过滤。在稀释倍数为80和2000的两个浓度水平下重复分析样品三次。样品中一些主要大麻素（例如THCA和CBDA）的含量明显更高，需要进行稀释后才能处于校准范围内。

### 食用产品

称取一份(1 g)冷冻研磨或匀浆样品，置于50 mL离心管内，并加入10 mL水。将离心管涡旋混合1 min，超声处理20 min。加入乙腈(10 mL)，将离心管涡旋混合1 min。向离心管中加入CEN QuEChERS盐（部件号186006813），振摇1 min，然后在3000 RCF下离心5 min。根据样品浓度不同，上层乙腈溶液可采用直接进样和使用乙腈稀释后再进样的方式。

利用Freezer/Mill®研磨软糖和粘性材料；但是，如果在室温下长时间放置，脆化的软糖材料会变粘（图1b）。



图1.利用Geno/Grinder®对固体材料进行溶剂提取（A图）。不锈钢珠有利于粉碎，可用于QuEChERS提取过程的振摇步骤。利用Freezer/Mill®粉碎软糖和粘性材料（B图）。

## 大麻素泡制饮料

将一份泡制饮料(10 mL)加入10 mL乙腈中。将样品涡旋混合1 min后，加入CEN QuEChERS盐，将样品振摇1 min，并在3000 RCF下离心5 min。根据样品浓度不同，上层乙腈溶液可采用直接进样和使用乙腈稀释后再进样的方式。

## 使用QuEChERS样品制备方案测定软糖基质中大麻素的回收率：(n=3)

制备预加标样品：

将一份(1000  $\mu$ L)包含18种真实大麻素标准品的加标溶液（浓度50  $\mu$ g/mL）添加至1 g匀浆软糖（编号941，经预先测定，包含0.119% CBD）中，使软糖中的最终加标浓度为0.005%。加入水(10 mL)，将样品涡旋混合，并超声处理20 min。加入乙腈(9 mL)，将混合物涡旋混合，并加入CEN QuEChERS盐。将试管振摇1 min，离心5 min。最后在QuEChERS步骤得到的1 mL乙腈提取液中加入100  $\mu$ L乙腈，使后加标样品的最终体积为1.1 mL。

制备后加标样品：

将1 g匀浆软糖（编号941，经预先测定，包含0.119% CBD）加入10 mL水中。将样品涡旋混合，超声处理20 min，然后加入10 mL乙腈。接下来加入CEN QuEChERS盐。然后将样品振摇1 min，离心5 min。向最终的乙腈提取液(1 mL)中添加包含18种大麻素标准品的混合物（100  $\mu$ L，浓度为50  $\mu$ g/mL）。

根据通过溶剂制备的标准曲线计算样品浓度，测定大麻素的回收率(%)。

## 液相色谱条件

液相色谱系统：

ACQUITY UPLC H-Class

检测条件:	PDA单波长, 228 nm, 253 nm PDA谱图, 210~400 nm, 分辨率4.8 nm
样品瓶:	认证样品瓶 (部件号: 186005668CV)
过滤器:	针式过滤器 (部件号: WAT200556)
色谱柱:	CORTECS C <sub>18</sub> , 1.6 μm, 2.1 mm × 150 mm (部件号: 186007096)
柱温:	29 °C
样品温度:	5 °C
进样体积:	1 μL
流速:	0.45 mL/min
流动相A:	20 mM甲酸铵, pH 2.92
流动相B:	乙腈
弱清洗液:	90:10水:甲醇
强清洗液:	5:95水:乙腈
密封清洗液:	90:10水:甲醇

## 梯度表

时间 (min)	流速 (mL/min)	%A	%B	曲线
0	0.45	24	76	6
6.4	0.45	24	76	6
6.5	0.45	1	99	6
8.0	0.45	1	99	6
8.1	0.45	24	76	1
10.0	0.45	24	76	1

## 质谱条件

质谱系统:	ACQUITY QDa
电离模式:	正离子和负离子电喷雾(ESI+/ESI-)
采集质量数范围:	100-600 Da SIR ESI+和SIR ESI-
毛细管电压:	1.5 kV(+), 0.8 kV (-)
锥孔电压:	10 kV (+), 15 kV (-)
离子源温度:	150 °C
探头温度:	450 °C

## 数据管理

色谱软件:	Empower色谱数据软件(CDS)
-------	--------------------

## 结果与讨论

### PDA和质谱检测

使用配备PDA和质谱检测器的UPLC系统分析了表1中列出的18种大麻素。ACQUITY QDa是一款稳定的质谱检测器，可集成到色谱工作流程中，适用于需要质谱信息的应用。在复杂基质中，质谱检测能够提高峰鉴定的可信度，并达到更低的检测限。

结合更具针对性的选择离子记录实验(SIR)，在全扫描ESI正离子和负离子模式下采集MS数据。将PDA设定为监测单个波长（228 nm和253 nm），并采集210~400 nm内的完整PDA谱图。将保留时间、PDA数据和质谱数据一起用于鉴定样品中检出的大麻素（图2）。图3显示了用于分析大麻素的仪器、软件和分析工作流程。

	RT	名称	MWT	化学式	CAS编号
1	1.28	次大麻二酚酸(CBDVA)	330	C <sub>20</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub>	31932-13-5
2	1.49	次大麻二酚(CBDV)	286	C <sub>19</sub> H <sub>26</sub> O <sub>2</sub>	24274-48-4
3	1.82	大麻二酚酸(CBDA)	358	C <sub>22</sub> H <sub>30</sub> O <sub>4</sub>	1244-58-2
4	1.92	大麻萜酚酸(CBGA)	360	C <sub>22</sub> H <sub>32</sub> O <sub>4</sub>	25555-57-1
5	2.11	大麻萜酚(CBG)	316	C <sub>21</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	25654-31-3
6	2.25	大麻二醇(CBD)	314	C <sub>21</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	13956-29-1
7	2.52	四氢次大麻酚(THCV)	286	C <sub>19</sub> H <sub>26</sub> O <sub>2</sub>	31262-37-0
8	3.04	四氢次大麻酚酸(THCVA)	330	C <sub>20</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub>	39986-26-0
9	3.56	大麻酚(CBN)	310	C <sub>21</sub> H <sub>26</sub> O <sub>2</sub>	521-35-7
10	3.70	大麻酚酸(CBNA)	354	C <sub>22</sub> H <sub>26</sub> O <sub>4</sub>	2808-39-1
11	4.37	exo-THC	314	C <sub>21</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	27179-28-8
12	4.61	$\Delta^9$ -四氢大麻酚( $\Delta^9$ -THC)	314	C <sub>21</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	1972-08-3
13	4.79	$\Delta^9$ -四氢大麻酚( $\Delta^9$ -THC)	314	C <sub>21</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	5957-75-5
14	5.61	大麻环酚(CBL)	314	C <sub>21</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	21366-63-2
15	5.70	$\Delta^9$ -四氢大麻酚酸A (THCA)	358	C <sub>22</sub> H <sub>30</sub> O <sub>4</sub>	23978-85-0
16	6.02	大麻色原烯(CBC)	314	C <sub>21</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	20675-51-8
17	6.42	大麻色烯酸(CBCA)	358	C <sub>22</sub> H <sub>30</sub> O <sub>4</sub>	185505-15-1
18	7.18	大麻环酚酸(CBLA)	358	C <sub>22</sub> H <sub>30</sub> O <sub>4</sub>	40524-99-0

表1. 18种大麻素的实测保留时间、化学式和CAS编号列表

将色谱、UV和质谱数据整合到软件同一窗口中，可减轻数据解析负担。通过Empower软件质谱分析窗口（图2）这一个位置即可将分析中所有检测器采集到的色谱峰与其对应的谱图（包括UV色谱图）相关联，并显示光谱图、总离子流色谱图(TIC)、质谱图和提取离子色谱图(XIC)。检出峰的光谱经时间校准后显示在色谱图上方的窗口中，便于分析人员快速审查数据。图2显示了18种大麻素的分离色谱图，方法总运行周期为10 min。

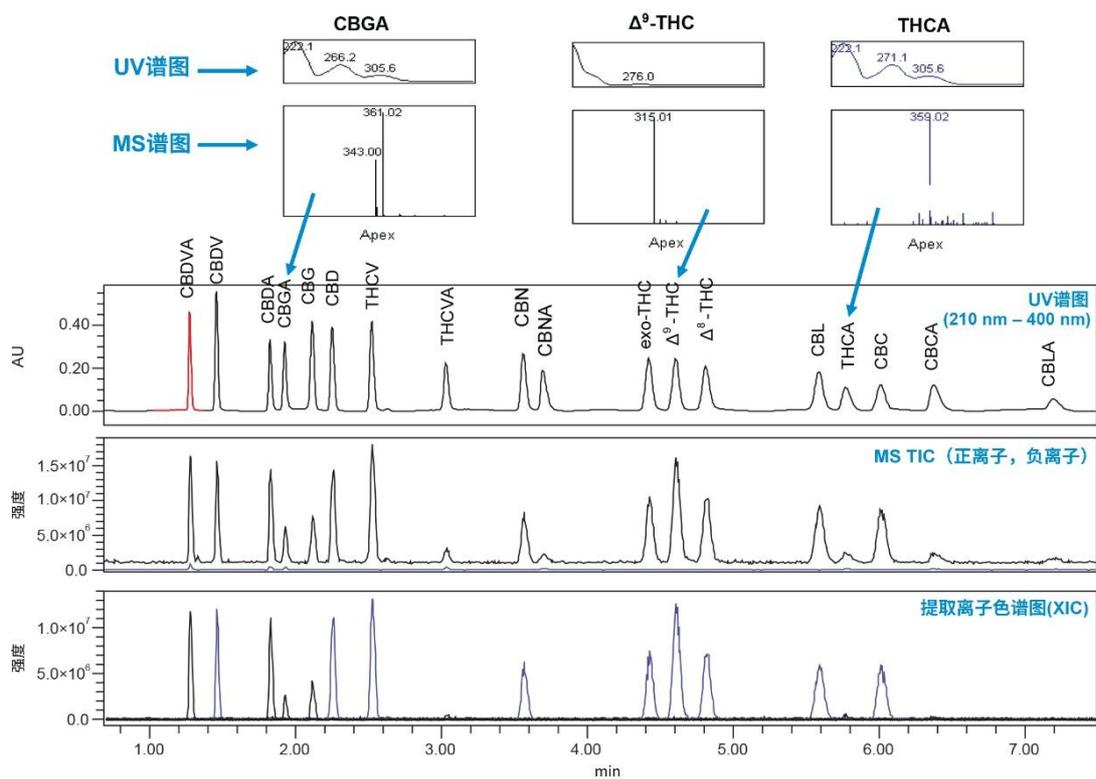


图2. Empower 质谱分析窗口，显示在同一个窗口中。UV 谱图、MS 谱图、PDA 和总离子流色谱图 (TIC) 以及提取离子色谱 (XIC) 都显示在同一个窗口中。



图3. 用于分析大麻花、大麻、食用产品和饮料中18种大麻素的分析工具

## 大麻素定量

用乙腈连续稀释以配制18种大麻素样品的校准溶液，生成多点校准曲线，该曲线在PDA和质谱检测中均表现出良好的线性( $R^2 > 0.99$ )。UV数据（波长228 nm）的校准曲线范围为3.1~50  $\mu\text{g/mL}$ ，ACQUITY QDa数据的校准曲线范围为0.4~50  $\mu\text{g/mL}$ 。由ACQUITY QDa数据得到的CBDV校准曲线的 $R^2$ 仅为0.9878，因为该检测器的饱和浓度为50  $\mu\text{g/mL}$ （图4）。对于在ACQUITY QDa检测中具有高响应并且需要进一步稀释以拟合线性曲线的一些大麻素，可使用校准范围0.4~25  $\mu\text{g/mL}$ 。

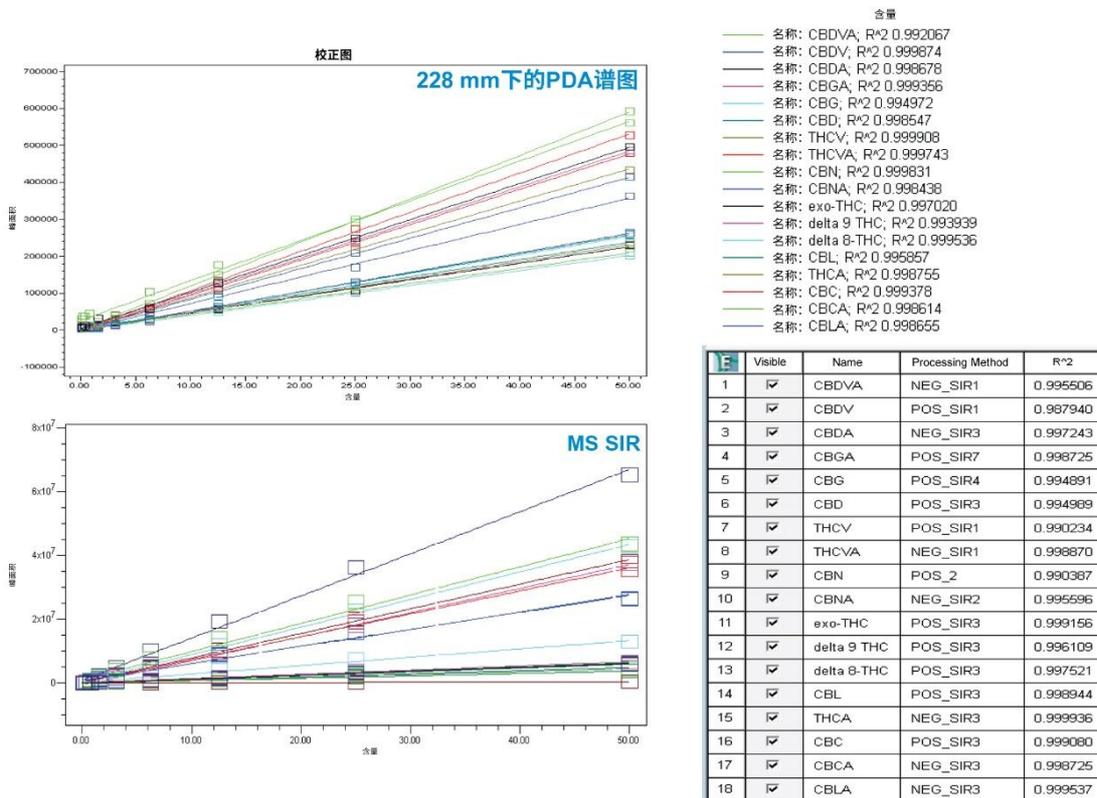


图4.在228 nm下得到的18种大麻素的校准曲线，以及0.1~50  $\mu\text{g/mL}$ 的各个SIR通道

图5显示了研究中使用PDA（波长228 nm）和QDa SIR通道检测大麻素的最低校准点色谱图。UV色谱图显示了在1  $\mu\text{L}$ 进样体积下对3.125  $\mu\text{g/mL}$ 大麻素的检测。所示质谱检测的最低校准点为0.4  $\mu\text{g/mL}$ 。

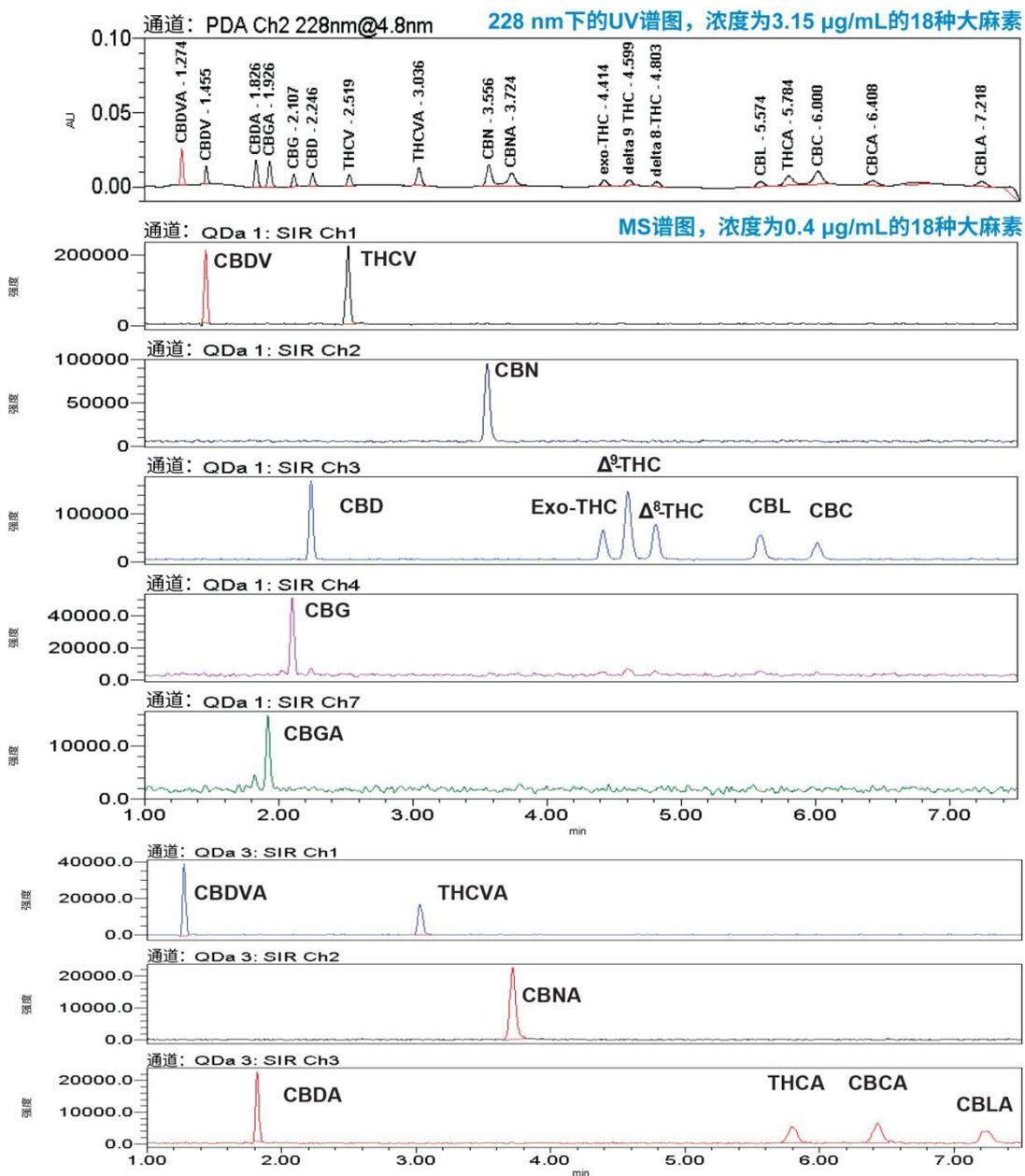


图5.在228 nm (3.15 µg/mL)下和各个SIR 实验(0.4 µg/mL)中检测的最低浓度校准标准品的色谱图

使用靶向MS实验(SIR)可以改善灵敏度和特异性，从而在复杂基质中实现更低的检测限。图6和图7显示了分析低浓度 $\Delta^9$ -THC和高浓度 $\Delta^9$ -THC大麻花得到的代表性色谱图。在图6中，Empower CDS在UV色谱图中根据保留时间自动鉴定并标记出CBD和CBDA。使用靶向分析获得的特异性也很明显，提高了组分鉴定结果的可信度。在负离子ESI模式下，使用靶向m/z 357的SIR检测酸性大麻素（如CBDA）。除靶向SIR和提取波长色谱图以外，同时记录全扫描MS数据和210–400 nm范围内的PDA谱图，以便查看MS和UV谱图，从而进一步提高峰鉴

定结果的可信度。

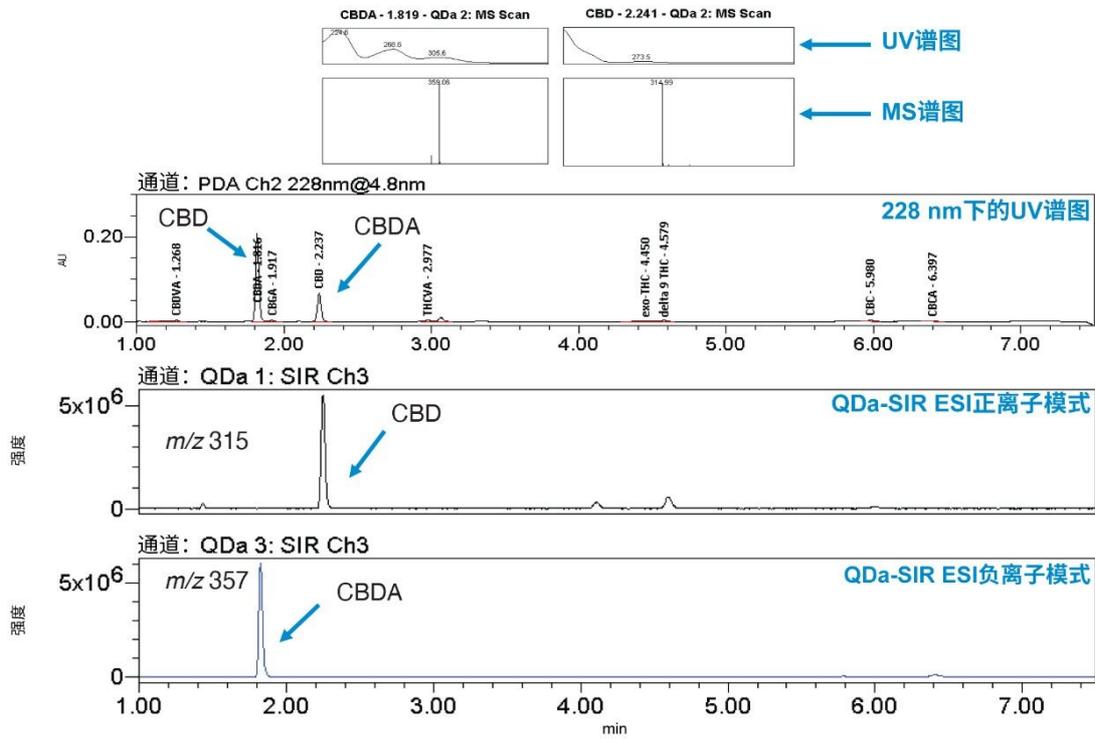


图6.低浓度 $\Delta^9$ -THC大麻花样品的峰确证色谱图，使用210–400 nm范围的紫外谱图与正离子和负离子MS TIC以及228 nm下的UV与m/z 315和m/z 357的SIR进行分析。

同样，在图7中，Empower CDS在UV色谱图中根据保留时间鉴定并标记出 $\Delta^9$ -THC和THCA。m/z 315和m/z 357的SIR通道显示了 $\Delta^9$ -THC和THCA的SIR色谱图。

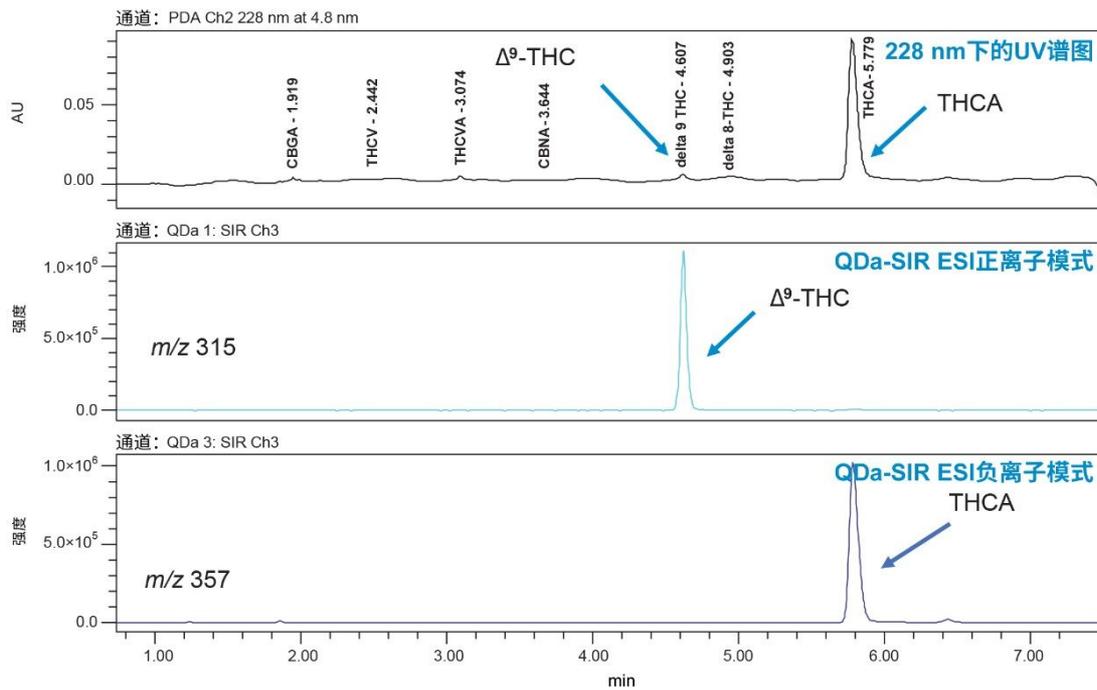
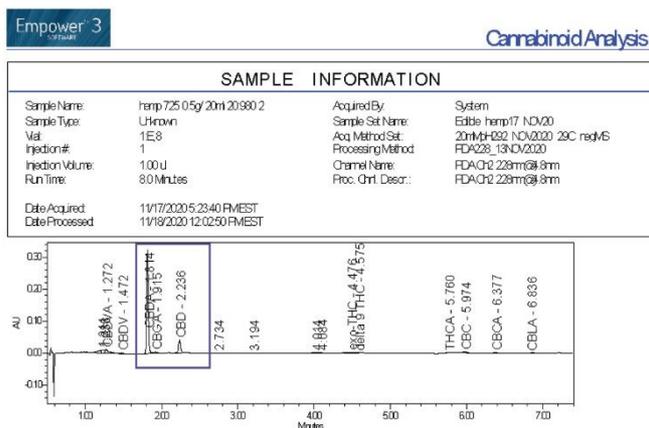


图7.分析高浓度 $\Delta^9$ -THC大麻花样品得到的色谱图，使用228 nm的UV以及m/z 315和m/z 357的SIR进行分析。MS分析提高了样品中 $\Delta^9$ -THC鉴定的可信度。

图8为一份Empower报告，其中显示了低浓度 $\Delta^9$ -THC大麻样品的分析结果。表格中同时以 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和重量百分比(wt%)显示了计算浓度。分析人员可设计自定义计算来自动计算并报告总THC和总CBD以及CBD/THC比率。这样不仅减少了单独计算需求，还能将数据保留在同一个软件环境中。Empower报告完全可自定义以报告相关数据。

PeakName	RT	Area	%Area	Amount ug	Wt%	
1	CBDVA	1.272	45157	5.64	0.20	0.396
2	CBDV	1.472	5570	0.70	0.10	0.192
3	CBDA	1.814	520047	64.97	5.31	10.617
4	CBGA	1.915	11453	1.43	0.11	0.212
5	CBD	2.236	74203	9.27	1.35	2.700
6	exo-THC	4.476	10188	1.27	0.17	0.344
7	delta 9 THC	4.575	8818	1.10	0.25	0.494
8	THCA	5.760	10871	1.36	0.06	0.119
9	CBC	5.974	13440	1.68	0.05	0.110
10	CBCA	6.377	14165	1.77	0.24	0.477
11	CBLA	6.836	4279	0.53	0.07	0.142



**CBD总计**  
**CBD + 0.877 (CBDA)**

**THC总计**  
**THC + 0.877 (THCA)**

Total THC Wt% = 0.589  
 Total CBD Wt% = 12.010  
 CBD:THC Ratio = 20.065

Reported by: User: System  
 Report Method: Cannabinoid Analysis  
 Report Method ID: 1782\_1785/1  
 Page: 1 of 1

Project Name: Cannabis Analysis/Cannabis Potency Testing  
 Date Printed: 10/12/2021  
 1143.37/FMUS/Estern

图8. Empower报告，显示了在228 nm波长下分析大麻样品得到的UV色谱图。报告中还显示了总THC和总CBD等自定义计算。

## 比较大麻花、大麻、食用产品和大麻素泡制饮料中检出的大麻素与相关标示量

表2中显示了大麻花和大麻中18种大麻素的定量分析结果，结果以wt%计。样品来自不同制造商，其中包含不同种类和浓度的大麻素。将包含高浓度THCA或CBDA的样品稀释2000倍，使样品处于校准范围内。对于浓度较低的次要大麻素，只需较低的稀释倍数（稀释80倍）。大多数检出量在标示量的53%~121%之间。一些大麻素由于在检测器中的信号较弱，因此%RSD较高。

样品名	大麻花 065	标签 065	大麻花 723	标签 723	大麻花 725	标签 725	大麻花 407	标签 407	大麻花 409	标签 409	大麻花 414	标签 414	
	%wt <sup>1</sup> (%RSD) %标签	%wt <sup>2</sup>											
1	CBDVA	nd	nd	nd									
2	CBDV	nd	nd	0.043 (13) 108	0.04	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
3	CBD	12.858 (2) 89	14.430	7.749 (1) 83	9.372	11.997 (22) 85	14.108	0.027 (10) 95	0.028	0.036 (3) 89	0.041	0.021 (12) 67	0.031
4	CBGA	0.217 (5) 53	0.409	0.181 (3) 62	0.294	0.323 (2) 80	0.402	0.170 (7) 95	0.178	0.417 (2) 83	0.505	0.113 (11) 73	0.154
5	CBG	nd	0.039	nd	nd	nd	nd	0.089 (13) 112	0.079	0.084 (6) 88	0.095	0.076 (8) 86	0.089
6	CBD	1.969 (1) 141	1.398	4.511 (2) 100	4.479	3.144 (1) 102	3.089	nd	nd	nd	nd	nd	nd
7	THCV	nd	nd	nd	nd								
8	THCVA	nd	nd	nd	nd								
9	CBN	nd	nd	nd	0.008	nd	nd	nd	0.002	nd	nd	nd	0.006
10	CBNA	nd	nd	nd	nd								
11	exo-THC	nd	nd	nd	nd								
12	Δ <sup>8</sup> -THC	0.198 (9) 121	0.163	0.392 (1) 103	0.381	0.254 (3.59) 91	0.278	0.521 (9) 88	0.593	0.600 (4) 71	0.856	0.640 (14) 68	0.945
13	Δ <sup>9</sup> -THC	nd	nd	nd	nd								
14	CBL	nd	nd	nd	nd								
15	THCA	0.278 (3) 75	0.374	0.077 (13) 51	0.152	0.248 (1) 76	0.326	13.027 (8) 94	13.816	16.522 (5) 84	19.789	10.282 (9) 74	13.961
16	CBC	0.170 (5) 173	0.103	0.234 (2) 107	0.217	0.285 (2) 97	0.291	nd	nd	nd	nd	nd	nd
17	CBCA	nd	nd	nd	nd								
18	CBLA	nd	nd	nd	nd								

表2.大麻和大麻花的定量分析结果

%wt<sup>1</sup>: 检出重量%

%RSD: 相对标准偏差(n=3)

%标签: 检出量相比于标示量的百分比(%)

%wt<sup>2</sup>: 标示重量%

大麻食用产品和大麻素泡制饮料的定量分析结果分别见表3a和表3b。在食用产品和泡制饮料中检出的大麻素以%计。大多数大麻素的检出量在标示量的60~125%范围内，但软糖#868除外，其检出值为标示量的36%。

	名称	巧克力 154		巧克力 515		巧克力 695		软糖 868		软糖 632		软糖 941	
		%wt <sup>1</sup> (%RSD) %标签	%wt <sup>2</sup>										
1	CBDVA	nd	nd										
2	CBDV	nd	nd										
3	CBDA	nd	nd										
4	CBGA	nd	nd										
5	CBG	0.003 (2) 103	0.003	nd	nd	0.004 (14) 105	0.004	nd	0.002	nd	nd	nd	nd
6	CBD	nd	0.001	nd	nd	nd	0.002	0.110 (6) 36	0.313	0.275 (9) 111	0.246	0.104 (5) 87	0.119
7	THCV	nd	nd	nd	nd	nd	0.001	nd	nd	nd	nd	nd	nd
8	THCVA	nd	nd										
9	CBN	nd	0.003	0.001 (5) 91	0.001	0.005 (17) 125	0.004	nd	0.002	nd	nd	nd	nd
10	CBNA	nd	nd										
11	exo-THC	nd	nd										
12	$\Delta^9$ -THC	0.367 (11) 107	0.343	0.124 (2) 107	0.115	0.489 (3) 111	0.440	nd	nd	nd	nd	nd	nd
13	$\Delta^8$ -THC	0.010 (22) 83	0.012	0.003 (28) (0)* 71	0.004	0.010 (13) 60	0.017	nd	nd	nd	nd	nd	nd
14	CBL	nd	nd										
15	THCA	nd	nd										
16	CBC	0.003 (20) 81	0.004	nd	0.001	0.004 (9) 78	0.005	0.009 (15) 86	0.011	nd	nd	nd	nd
17	CBCA	nd	nd										
18	CBLA	nd	nd										

表3a. 食用产品的定量分析结果

%wt<sup>1</sup>: 检出重量%

%RSD: 相对标准偏差(n=3) \*通过QDa得到的%RSD

%标签: 检出量相比于标示量的百分比(%)

%wt<sup>2</sup>: 标示重量%

名称	咖啡 705		标签 705	草莓 648		标签 468	柠檬 705		标签 705
	%wt <sup>1</sup> (%RSD) %标签	%wt <sup>2</sup>	%wt <sup>2</sup>	%wt <sup>1</sup> (%RSD) %标签	%wt <sup>2</sup>	%wt <sup>1</sup> (%RSD) %标签	%wt <sup>2</sup>		
CBD	0.004 (1) 100	0.004	0.004	0.006 (9) 100	0.006	0.003 (1) 100	0.003		

表3b. 泡制饮料的定量分析结果。在这些样品中仅检出CBD。

%wt<sup>1</sup>: 检出重量%

%RSD: 相对标准偏差(n=3)

%标签: 检出量相比于标示量的百分比(%)

%wt<sup>2</sup>: 标示重量%

图9显示了分析巧克力样品#515中的大麻素得到的代表性色谱图。 $\Delta^9$ -THC表现出较高的UV和QDa响应。 $\Delta^8$ -THC的UV信号低于QDa信号，导致UV分析的%RSD为28%，QDa分析的%RSD为0%。MS分析提高了巧克力样品中 $\Delta^9$ -THC和 $\Delta^8$ -THC鉴定的可信度。

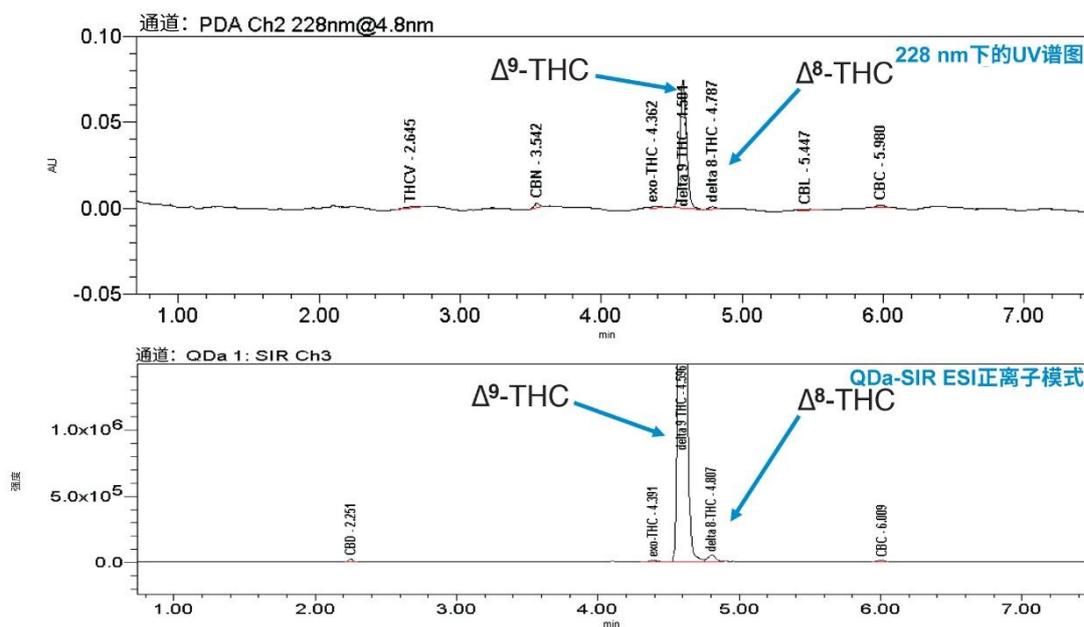


图9.巧克力样品中 $\Delta^9$ -THC和 $\Delta^8$ -THC的色谱图，使用228 nm下的UV和m/z 315处的SIR检出。

## 使用QuEChERS样品制备方法测得的食用产品和大麻素泡制饮料中大麻素的回收率

图10中显示了食物中加标大麻素的%回收率定量结果。通过比较在QuEChERS提取前加标样品（预加标样品）的wt%与QuEChERS提取后加标样品（后加标样品）的wt%来计算回收率。以0.005%水平（在样品中为5 mg/mL）加标软糖的浓度接近UV分析中校准曲线的检测限(3.15  $\mu\text{g/mL}$ )。在该水平下，由于基质效应，某些基质中大麻素的回收率可能会受到影响。PDA分析得到的大麻素回收率范围为60%~125%。ACQUITY QDa质谱检测器分析得到的大麻素回收率范围为94%~106%，表明其准确度高于UV检测方法。

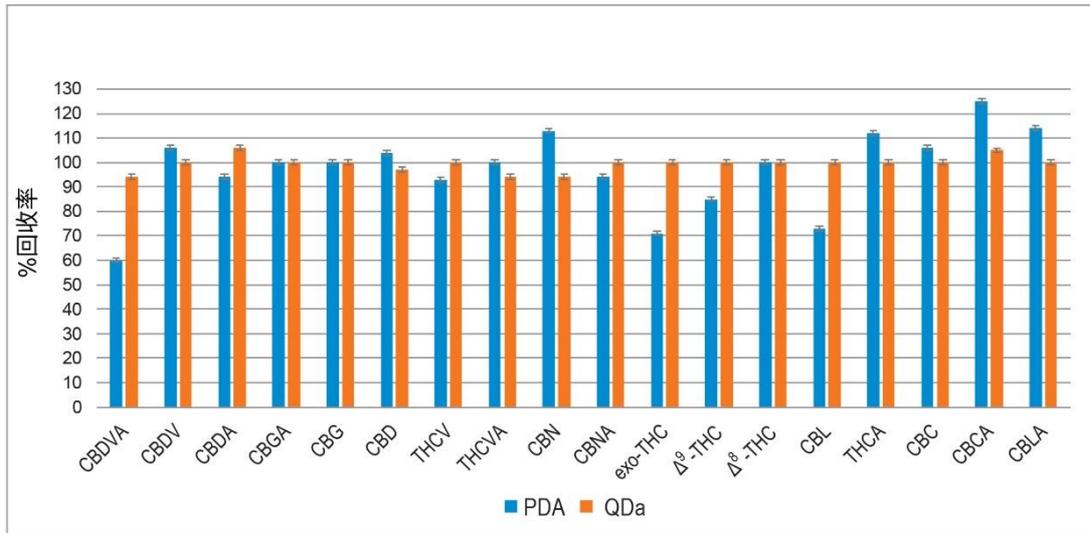


图10.使用CEN QuEChERS得到的0.005%加标水平的软糖中18种大麻素的回收率，通过PDA和QDa进行分析(n=3)。

比较使用PDA（波长228 nm）和SIR通道获得的大麻素检测器响应，如图11所示。使用MS分析软糖基质中加标水平为5 μg/mL的大麻素混合物得到的检测器响应更高，有助于定量分析大麻素泡制产品中含量较低的大麻素。

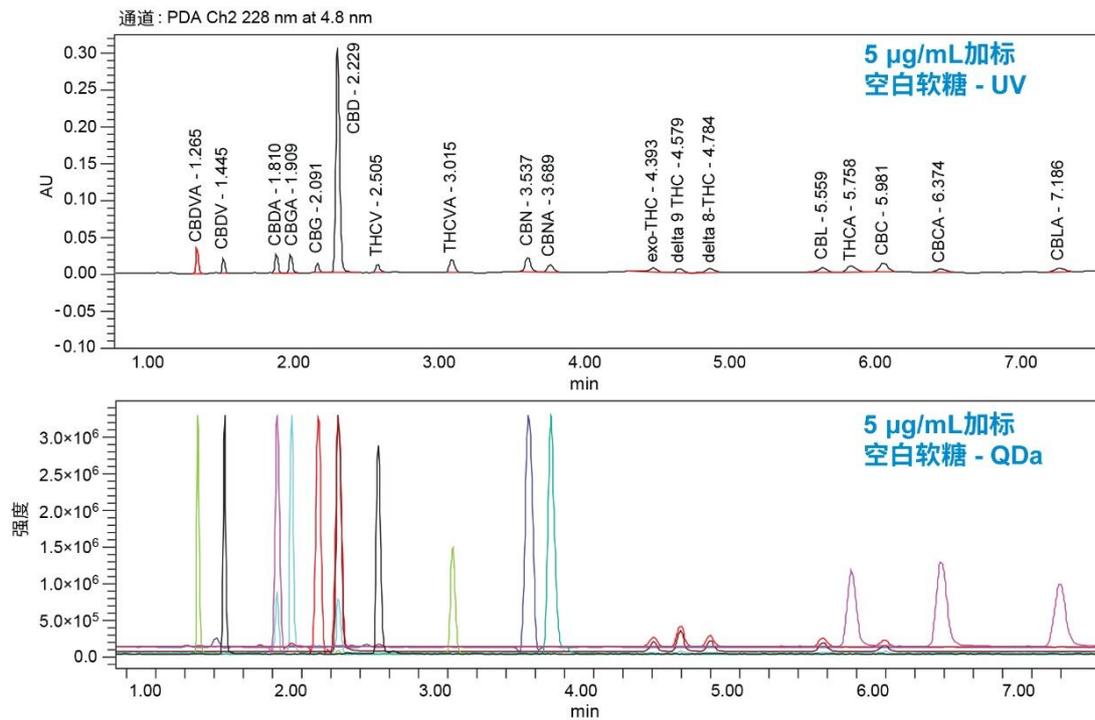


图11.软糖基质中加标浓度为5 µg/g (0.005%)的18种大麻素检测所得的UV色谱图 (波长228 nm) 和叠加SIR通道

## 结论

装配CORTECS C<sub>18</sub>色谱柱的Waters ACQUITY UPLC H-CLASS-PDA-QDa系统能够在10 min内有效分离18种大麻素。

ACQUITY QDa质谱检测器可用作PDA的正交检测技术, 以进行峰确证并定量低浓度大麻素。对于使用质谱检测器检测的大麻素, 校准曲线中使用的最低浓度为0.4 µg/mL; 对于使用PDA检测的大麻素, 校准曲线中使用的最低浓度为约3.125 µg/mL。

Empower质谱分析窗口特别提供有一个位置, 用于将分析中所有检测器获得的色谱图与光谱图相关联。在同一窗口合并信息非常便于分析人员查看和解析数据。

Empower CDS具有许多有助于分析数据的功能 (包括自定义计算), 可以快速得出相关信息。在软件内执行计算可保持数据完整性, 并有助于记录保存。

QuEChERS提取能够以高回收率有效提取食物和饮料中的大麻素。

此分析工作流程适用于分析各种基质（包括大麻花、大麻、浓缩物以及食物和饮料）中的大麻素。

---

## 参考资料

1. Aubin AJ, Layton C, Helmueller C. Separation of 16 Cannabinoids in Cannabis Flower and Extracts using a Reversed-Phase Isocratic HPLC Method. Waters Application Note. [720006426EN <https://www.waters.com/webassets/cms/library/docs/720006426en.pdf>](#) .(2018).
2. Dubrow GA, Pawar RS, Srigley C, Sam JF, Talavera C, Parker CH, Noonan GO. A Survey of Cannabinoids and Toxic Elements in Hemp-Derived Products from the United States Marketplace. J. Food Compos. Anal., 97, 2021, 103800.

---

## 特色产品

ACQUITY UPLC H-Class PLUS系统 <<https://www.waters.com/10138533>>

ACQUITY QDa质谱检测器 <<https://www.waters.com/134761404>>

Empower色谱数据系统 <<https://www.waters.com/513188>>

720007199ZH, 2021年3月