

# 优化大麻中农药分析的样品前处理方法

## 作者

Jessica Westland,  
Anastasia Andrianova,  
Pete Stone  
安捷伦科技有限公司

## 摘要

受美国许多州监管大麻中的农药只需通过 LC/MS/MS 进行分析。需要注意的例外有加利福尼亚州、佛罗里达州和内华达州，这几个州监管大麻中的农药还需要借助 GC/MS/MS 进行分析。预计需要采用 GC/MS 的州会随化合物数量增加和检测限降低而增多。在本研究中，所有适用于 LC 分析的农药和真菌毒素的检测和定量，均能够可靠地满足加利福尼亚州大麻干燥花朵样品中农药和真菌毒素含量的当前法规安全干预浓度（检测限 (LOD) 范围为 0.5–50 ppb；马拉硫磷的 LOD = 100 ppb）的至少 50%。利用 Agilent 8890 气相色谱系统结合 Agilent 7010B 三重四极杆气质联用系统进行分析，加利福尼亚州大麻控制局监管的 43 种适用于 GC 分析的农药符合规定的定量限 (LOQ)。

安捷伦标准化样品前处理流程与安捷伦多平台方法相结合，能让您快速获得投资回报 (ROI)，并为满足当前和未来的测试要求奠定了稳固基础。

## 前言

大麻是一种含有许多代表不同化学类别的内源性化学物质的复杂植物。与其他植物和蔬菜相比，大麻具有更高含量的潜在干扰物质，特别是高浓度萜类、大麻素、类黄酮、酚类和脂肪酸。大麻基质的复杂性使痕量农药的检测和准确定量更具有挑战性。干扰化合物会对质谱仪中的离子化产生负面影响，影响信噪比 (S/N)，并在仪器离子源和消耗品中积聚，从而降低分析效率，同时增加维护和操作成本。为克服这一困难，需要结合采用优化的样品前处理和最先进的仪器。

## 实验部分

大麻样品中的农药残留分析需要采用最先进的三重四极杆液/气质联用仪。对于 LC/MS/MS 分析，可使用 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱与 Agilent 6470 三重四极杆 LC/MS 或 Agilent Ultivo 三重四极杆 LC/MS 联用。这些质谱系统均配备安捷伦喷射流 (AJS) ESI 离子源。LC/MS/MS 分析仪器和方法参数可参见安捷伦应用简报<sup>[1,2]</sup>。对于 GC/MS/MS 分析，推荐将 Agilent 8890 气相色谱与 Agilent 7010B 三重四极杆 GC/MS 系统联用。GC/MS/MS 分析仪器和方法参数可参见安捷伦应用简报<sup>[1]</sup>。

## 样品前处理详细步骤

为使分析样品具有代表性，提取前必须对大麻样品进行完全均质化处理。可向切碎大麻样品管中加入两粒陶瓷均质子（部件号 5982-9313）或不锈钢微珠，并高速机械振荡 5 分钟以上（在 Geno/Grinder 型等机器上垂直振荡效果更佳）来达到此目的。均质子有助于将干大麻样品磨成细粉。

1. 称取 1 g 均质大麻样品，置于 50 mL 离心管中（图 1）

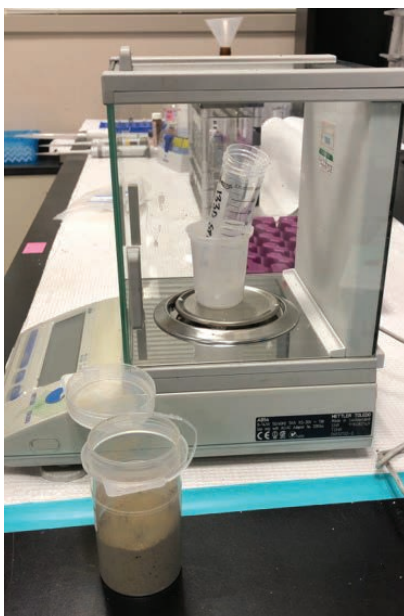


图 1.

2. 如需制备预先净化的加标基质样品，移取农药标准溶液、同位素标记标准品（如克菌丹-d<sub>6</sub>）和真菌毒素标准品至干大麻花朵中，然后涡旋混合 30 秒（图 2）

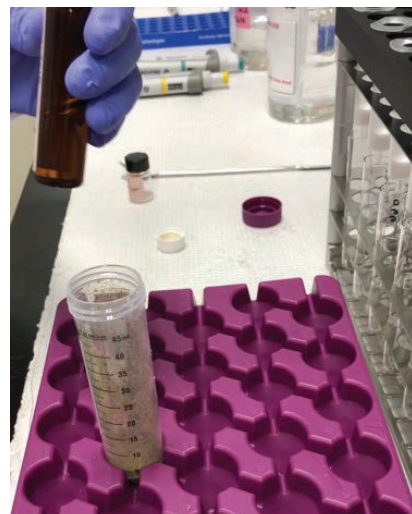


图 2.

3. 加入两粒陶瓷均质子或不锈钢微珠
4. 向离心管中加入 15 mL 农药级乙腈，并加盖
5. 使用 Geno/Grinder 或同类机器高速机械振荡 3-5 分钟（图 3）



图 3.

6. 设置 SPE 歧管，并将 SampliQ C18 EC 6 mL 500 mg SPE 柱（部件号 5982-1365）安装在歧管上；歧管的应用：

- 用于 PPM-48 的 6 mL SPE 柱架（部件号 5191-4104）
- 用于 PPM-48 的收集架，可容纳 16 × 100 mm 管（部件号 5191-4108）
- 用于 PPM-48 的废液架和三个废液箱（部件号 5191-4112）

7. 将收集管置于支架中收集洗脱液

8. 将管中的上清液倒出或转移（不同样品间颜色会有差异）。样品将在重力作用下流动（图 4）



图 4.

9. 溶剂通过 C18 柱后，向每支空样品管中加入 5 mL 乙腈（图 5）

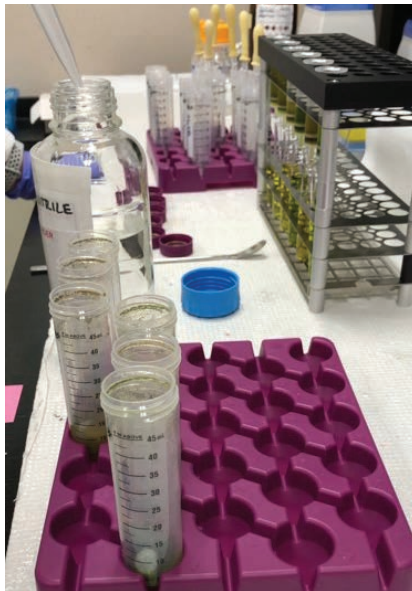


图 5.

10. 使用 Geno/Grinder 或同类机器高速机械振荡 3-5 分钟

11. 将管中的上清液倒出/转移至相同的 C18 柱中（图 6）

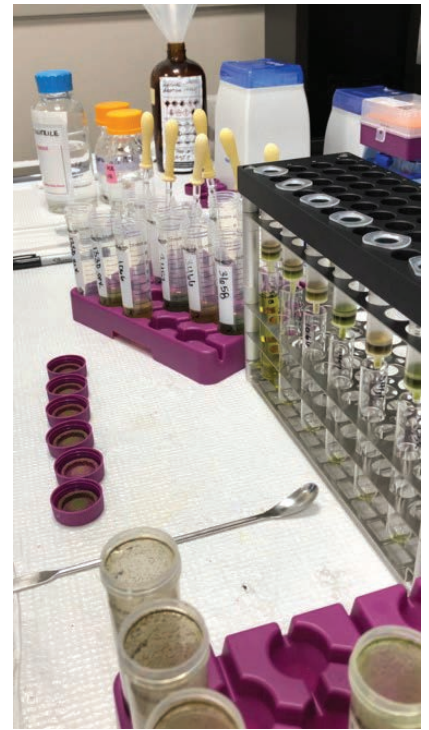


图 6.

12. 溶剂通过 C18 柱后，使用另外的 5 mL 乙腈冲洗空样品管，并将冲洗液倒入相同的 C18 柱中（图 7）

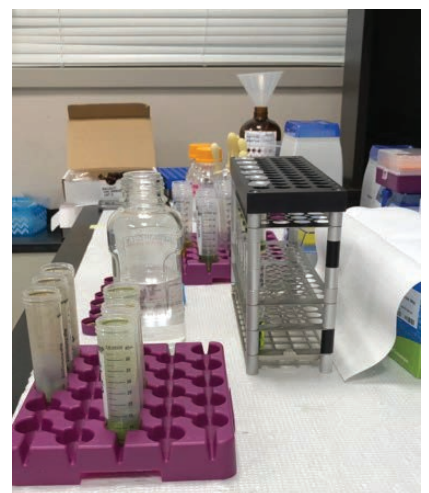


图 7.

13. 稀释至最终体积为 25 mL (此时样品稀释 25 倍; 图 8)

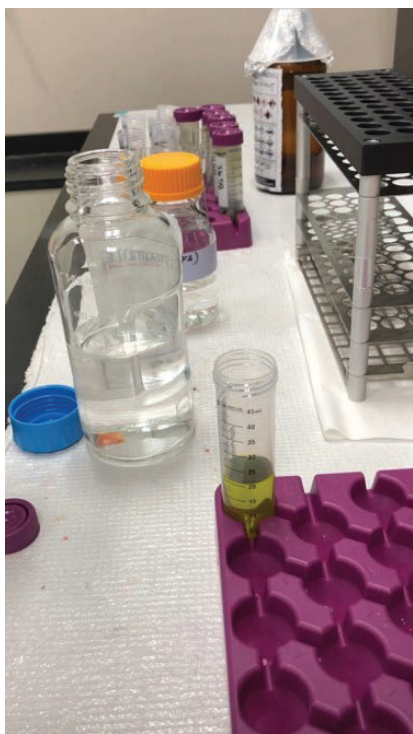


图 8.

**专用于 LC/MS/MS 的稀释详情 (图 9)**  
在 2 mL 自动进样器样品瓶中, 将 50  $\mu$ L 稀释提取液与含 0.1% 甲酸的 450  $\mu$ L 25:75 水/甲醇 (v:v) 混合 (稀释 250 倍)

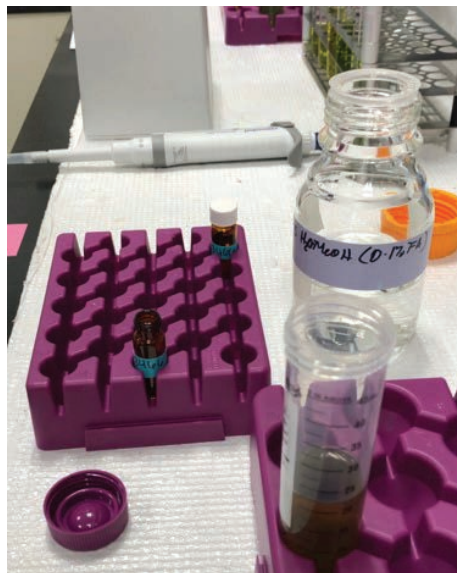


图 9.

**专用于 GC/MS/MS 的稀释详情 (图 10)**  
在 2 mL 自动进样器样品瓶中, 将 200  $\mu$ L 稀释提取液与含 0.1% 甲酸的 800  $\mu$ L 50:50 己烷/丙酮 (v:v) 混合 (稀释 125 倍)



图 10.

图 11 显示了复杂大麻基质不同稀释倍数各自的优势。

## 分析<sup>[1,2,3]</sup>

### LC/MS/MS 分析

所有适用于 LC 分析的农药和真菌毒素的检测和定量，均能够可靠地满足加利福尼亚州大麻干燥花朵样品中农药和真菌毒素含量的当前法规安全干预浓度（LOD 范围为 0.5–50 ppb；马拉硫磷的 LOD = 100 ppb）的至少 50%。

图 12 显示了提取花朵基质中加利福尼亚州所列农药和真菌毒素的叠加色谱图，实际浓度为 500 ppt（萃取前浓度 = 125 ppb）。

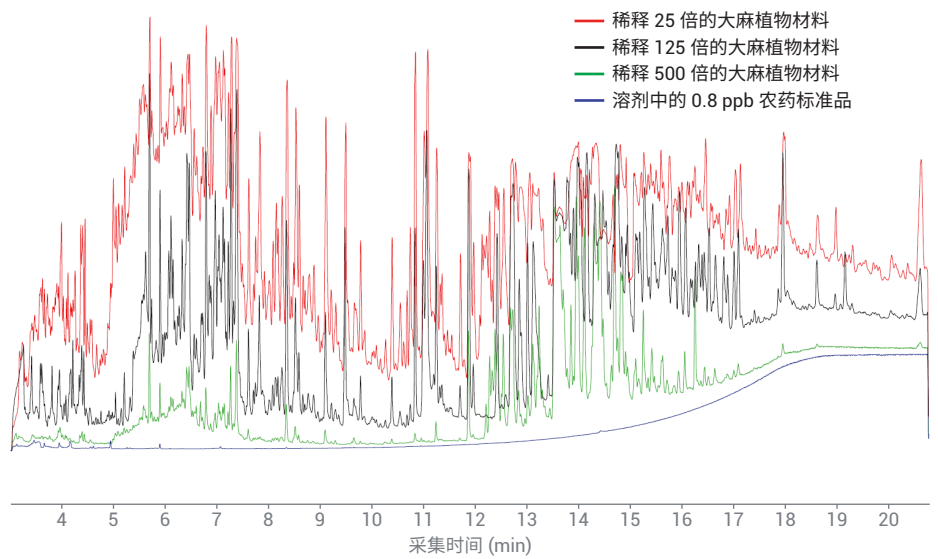


图 11. 复杂大麻基质不同稀释倍数各自的优势

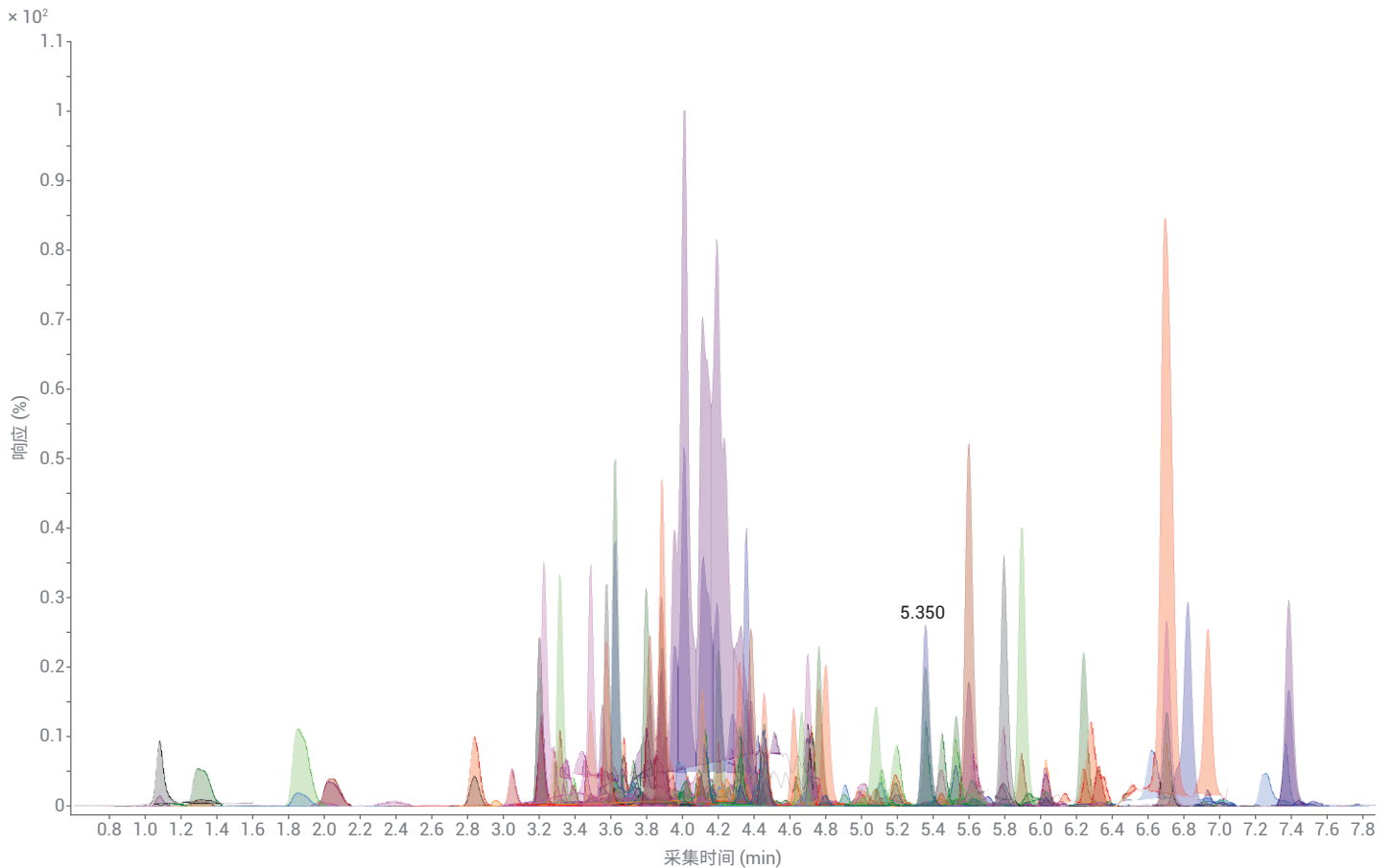


图 12. 提取花朵基质中加利福尼亚州所列农药和真菌毒素的叠加色谱图

### GC/MS/MS 分析

分析稀释 125 倍的稀释大麻提取液时，43 种适用于 LC 和 GC 分析的农药样品瓶中 LOQ  $\leq$  0.8 ppb（干燥大麻植物材料中 LOQ  $\leq$  100 ppb）。

图 13 显示了对浓度为 LOQ 的五氯硝基苯 (A)、克菌丹 (B)、顺式氯丹和反式氯丹 (C) 进行 10 次连续进样所得的 MRM 色谱图。

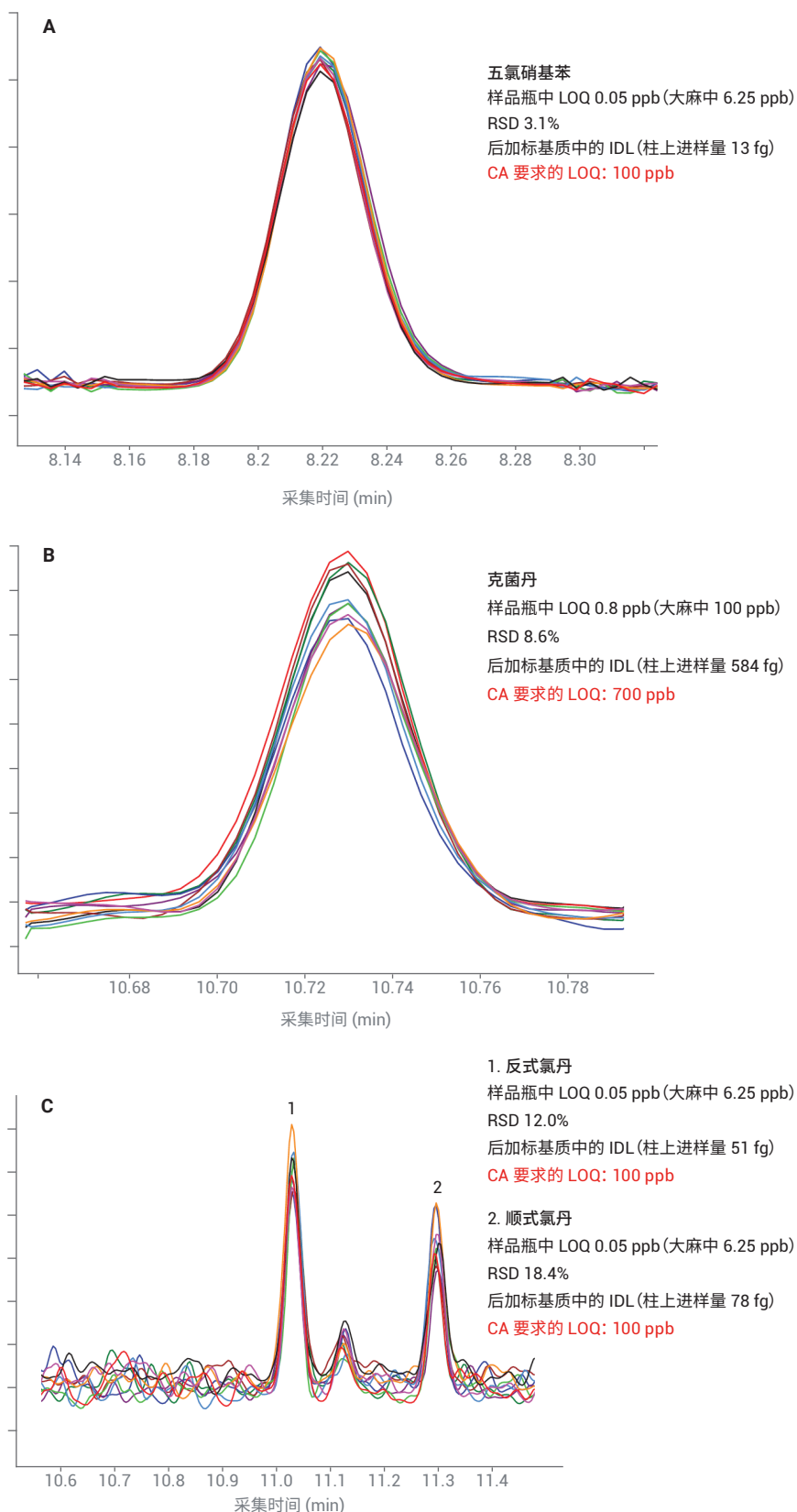


图 13. 对浓度为 LOQ 的五氯硝基苯 (A)、克菌丹 (B)、顺式氯丹和反式氯丹 (C) 进行 10 次连续进样所得的 MRM 色谱图

## 结论

大麻基质的复杂性使痕量农药的检测和准确定量更具有挑战性。安捷伦标准化样品前处理流程与安捷伦多平台方法相结合，能让您快速获得 ROI，并为满足当前和未来的测试要求奠定了稳固基础。

## 参考文献

1. Roy, J.-F.; *et al.* A Sensitive and Robust Workflow to Measure Residual Pesticides and Mycotoxins from the Canadian Target List in Dry Cannabis Flower (一种用于测量干燥大麻花朵中加拿大目标列表中的残留农药和真菌毒素的灵敏稳定工作流程)，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5994-0429EN，**2018**
2. Andrianova, A.; Westland, J.; Churley, M.; 灵敏稳定地进行干燥大麻植物材料中受加利福尼亚州监管的农药检测，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5994-0568ZH-CN，**2019**
3. Stone, P.J.W.; *et al.* 加利福尼亚州消遣用大麻法规中规定的农药和真菌毒素的测定 — 一种 LC/MS/MS 组合分析方法，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5994-0648ZH-CN，**2019**

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

安捷伦产品和解决方案旨在帮助实验室进行大麻质量控制和安全检测（在国家/地区法律允许的情况下使用）。

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2019  
2019年5月21日，中国出版  
5994-0973ZHCN

