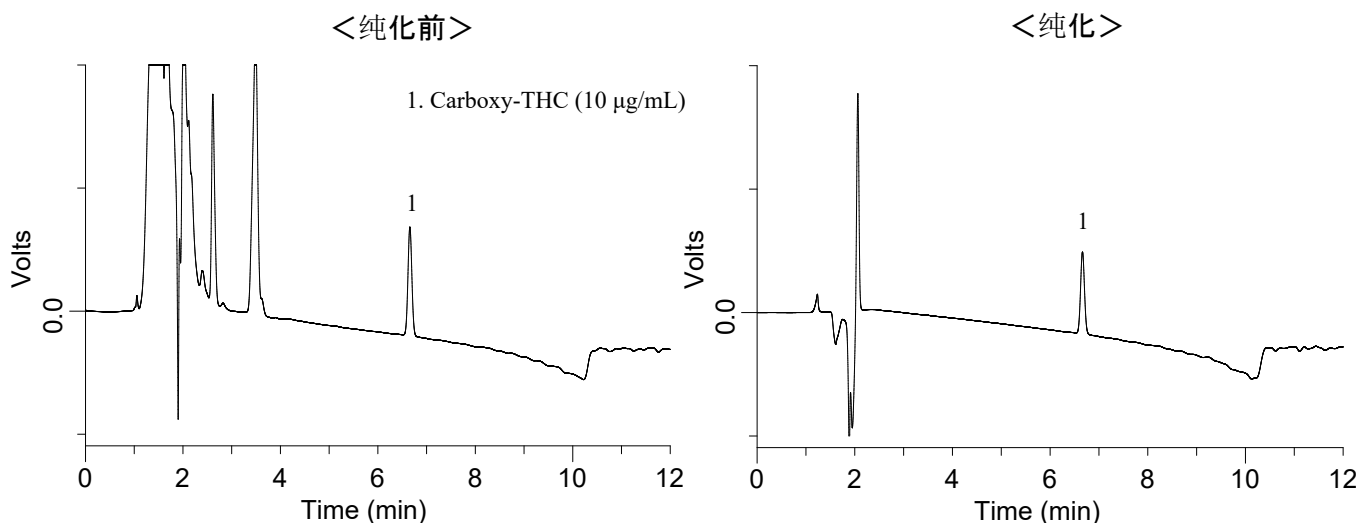


为了检测证明尿液中含有大麻成分，有必要检测和定量大麻成分四氢大麻酚(THC)的代谢物11-nor-9-carboxy- Δ^9 -carboxylic acid (THCA)。然而，由于尿液中THCA的含量约为ppb，因此需要适合于低浓度/低体积的样品重现性良好的前处理方法。

因此，本分析中用针对于微量样品，即使样品量在100 μ L以下也能得到高回收率的MonoSpin进行前处理。纯化后的样品用LC/MS/MS分析后，结果表明出良好的线性，回收率和重现性。

(Y. Yui and S. Ota)

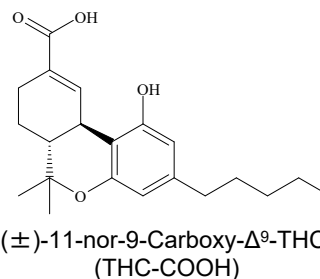
通过HPLC-UV, MonoSpin C18-CX进行纯化评估



Conditions:

Column : Inertsil ODS-3 (5 μ m, 150 \times 4.6 mm I.D.)
 Eluent: : A) 0.1% HCOOH in H₂O
 : B) 0.1% HCOOH in CH₃CN
 A/B = 60/40 - 10 min - 0/100, v/v
 Flow rate: : 1.0 mL/min
 Col. Temp.: : 40 $^{\circ}$ C
 Detection: : UV 214 nm
 Injection Vol.: : 10 μ L
 Sample: : (\pm)-Carboxy-THC 10 μ g/mL

结构式

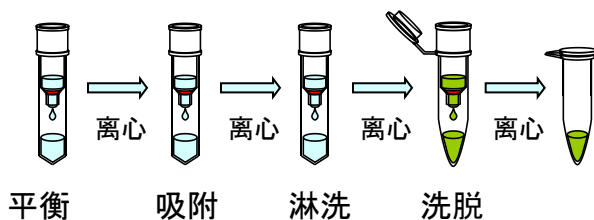


Structures are created using Chemistry 4-D Draw which is provided by ChemInnovation Software, Inc.

什么是MonoSpin ?

MonoSpin系列是使用具有均匀连续孔的二氧化硅整体型材料的小柱。由于使用具有高孔隙率的二氧化硅整体材料作为载体，它可以仅通过离心完成过滤。因此，可以在简单的操作中在短时间内纯化和浓缩样品。而且，由于床体积小，因此也适用于样品量少的分析。

操作方法例



用MonoSpin C18-CX进行前处理

在MonoSpin整体型硅胶表面导入了十八烷基和阳离子交换基团2种种类。当构建这次的方法时，通过在上样时使样品溶液呈酸性，抑制酸性化合物THC-COOH的离解，并通过反相分布保留于分离剂。

样品溶液

0.1%甲酸水溶液	490 μ L
样品杂质	490 μ L
STD	10 μ L
+) 内标样品	10 μ L
<hr/>	
	1000 μ L

※样品浓度记载于试验结果

1. 活化 (平衡)

300 μ L 甲醇过液(2 min)后,
300 μ L 0.1%甲酸水溶液过液(2 min)

离心*

2 min

2. 上样

200 μ L 样品溶液过液

离心

2 min

3. 色谱柱洗净

0.1% 300 μ L 甲酸水溶液过液

离心

2 min

4. 洗脱

5% 氨-甲醇 100 μ L 过液

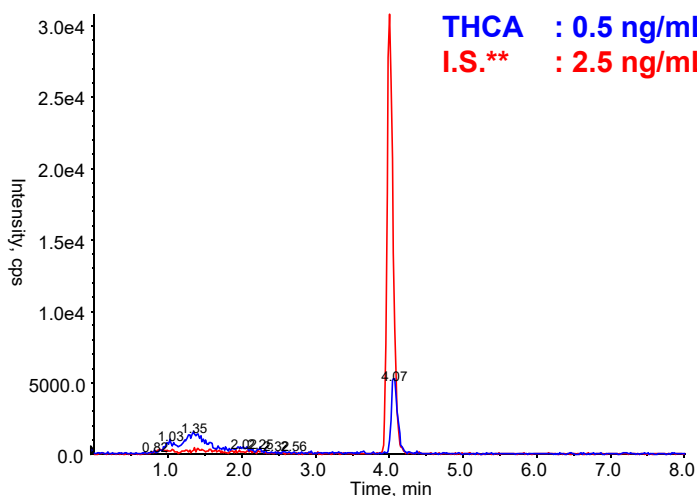
离心

1 min

5. HPLC分析

* 离心操作均以3,000 x g 进行。

添加回收试验



Conditions:

System	: LC800 (GL Sciences) API3000 (AB SCIEX)
Column	: InertSustain C18 (2 μ m, 100 \times 2.1 mm I.D.)
Eluent	: A) 0.1% HCOOH in H ₂ O B) 0.1% HCOOH in CH ₃ CN A/B = 35/65 - 6 min - 5/95 - 4 min - 5/95 - 0.1 min - 35/65 - 5 min - 35/65, v/v
Flow rate	: 200 μ L/min
Col. Temp.	: 40 $^{\circ}$ C
Detection	: MS/MS (ESI, Nega, MRM)
Injection Vol.	: 5 μ L

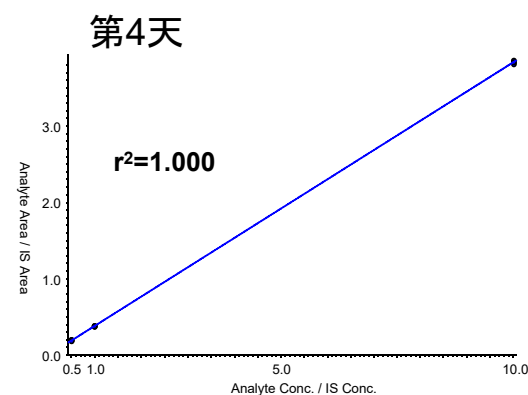
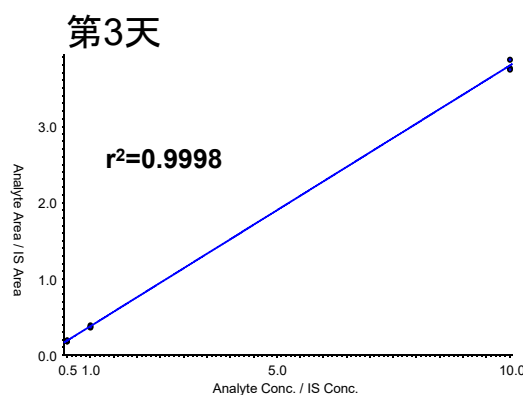
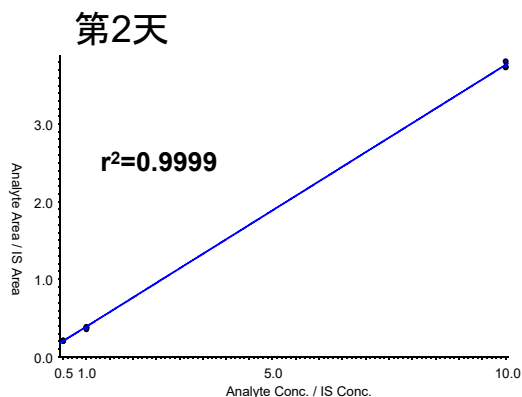
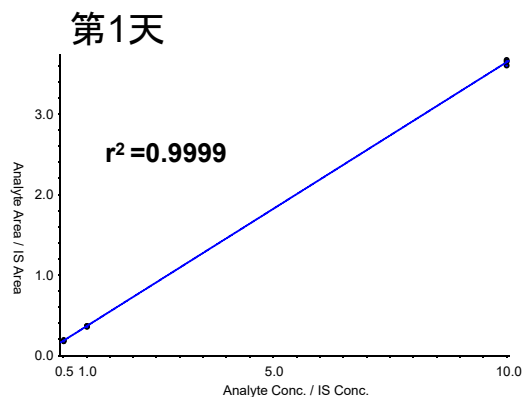
** Deuterium labeled compound ((\pm)-11-nor-9-Carboxy- Δ 9-THC-D₉, THC-COOH-d₉) was used as internal standard.

Scan Parameters

Analyte	Precursor Ion (m/z)	Product Ion (m/z)
(\pm)-Carboxy-THC	343.0	299.0
(\pm)-Carboxy-THC-d ₉	352.1	308.1

校准曲线

进行了4天相同的分析,从各自的结果制作了作为目的成分的THCA的校准曲线。均显示了相关系数0.998~1.000的良好的直线性。



回收率和重现性、准确度

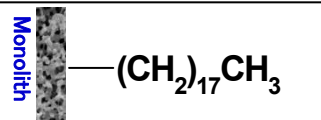
回收率(%)	第1天	第2天	第3天	第4天	平均
0.5 ng/mL	86.8	94.4	87.0	88.5	89.2
1.0 ng/mL	99.0	100.8	101.4	101.7	100.7
10 ng/mL	88.1	91.1	91.6	92.8	90.9

重现性(%)	第1天	第2天	第3天	第4天	平均
0.5 ng/mL	2.67	0.74	2.17	3.20	2.2
1.0 ng/mL	1.00	2.85	2.79	0.57	1.8
10 ng/mL	1.14	1.05	1.79	0.80	1.2

准确度(%)	第1天	第2天	第3天	第4天	平均
0.5 ng/mL	101.0	105.3	101.0	101.7	102.2
1.0 ng/mL	99.2	97.1	99.5	98.9	98.7
10 ng/mL	99.9	99.9	99.9	100.1	100.1

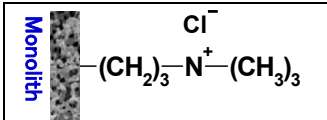
MonoSpin系列产品线

MonoSpin C18



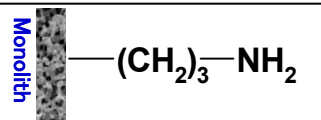
结合十八烷基的柱, 具有非极性相互作用。非常适用于从生物样品中提取药物以及用于脱盐和浓缩肽样品。

MonoSpin SAX



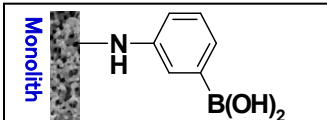
与三甲基氨基丙基键合。合了强阴离子交换作用和弱非极性相互作用。非常适合提取酸性药物。

MonoSpin NH₂



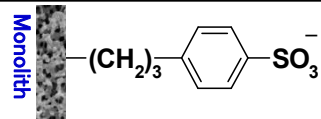
键合氨基丙基。非常适合在HILIC模式下提取亲水性化合物, 如糖链。

MonoSpin PBA



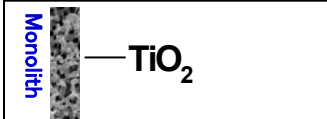
用苯基硼酸作为官能团。具有高结合特异性。适用于选择性萃取含顺式二醇的化合物, 如儿茶酚胺。

MonoSpin SCX



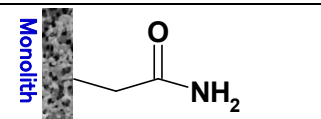
键合丙基苯磺酸。它具有很强的阳离子交换效应和非极性碱性相互作用。非常适合提取基本药物。

MonoSpin TiO



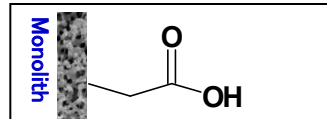
二氧化钛涂层。非常适合用磷酸盐基团提取化合物。

MonoSpin Amide



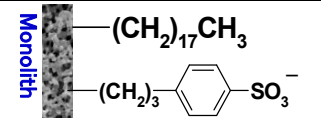
键合酰胺基团。通过HILIC模式, 适用于提取包括糖链在内的各种亲水化合物。

MonoSpin CBA



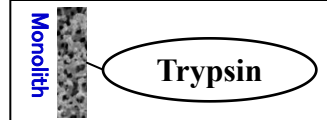
羧基键合在整体型硅胶上。适用于弱阳离子交换效应的碱性化合物萃取。

MonoSpin C18-CX



(本次使用)
键合C18和SCX的官能团。对于血清和尿液中的碱性药物的前处理, 与单独的C18和SCX相比, 有更高的清洁效果

MonoSpin Trypsin



固定胰蛋白。可迅速消化蛋白质

使用的前处理柱:

MonoSpin C18-CX 50/pk
Cat.No. 5010-21731

MonoSpin C18-CX 100/pk
Cat.No. 5010-21732