[技术简报]

通过UNIFI农药筛查应用解决方案在飞行时间质谱(Tof-MS)筛查中确保高浓度违规残留物的质量数准确度

Gareth Cleland, Lauren Mullin和Jennifer Burgess

目的

证明通过应用UNIFI®的沃特世农药筛查应用解决方案(PSAS)可保持高含量违规目标化合物的质量数准确度。

沃特世UNIFI农药筛查应用解决方案可确保所有化合物的质量数准确度，即使在高浓度下也不例外。从而消除食品和环境样品中与高浓度违规农药条件相关的假阴性结果的风险。

背景

由于各种食品类商品中污染物的最大残留限量较低，因此多残留农药分析十分困难。已知目前投入使用的农药超过1000种，为了扩大测定农药的范围，实验室所承受的压力日益增长。基于种种原因，高分辨率、精确质量数飞行时间质谱(Tof-MS)在此类分析中具有极大的应用潜力。在全扫描模式下，Tof-MS不受单次运行可分析化合物数量的限制，而串联四极杆质谱仪则会受到限制。

使用Tof- MS时，可筛查的化合物数量并非以仪器的工作周期为基础，而是取决于提取和分析方法的化学兼容性。使用一种非目标性、非数据依赖型的方法进行数据采集(MS^E)，让用户能够收集到全面的数据集，从而用于筛查多种目标化合物和未知化合物。将来可全面地溯源初始筛查中未包含的新型目标化合物的数据。

由于水果和蔬菜中相当多的违规残留物含量可能在mg/kg范围内，因此保证检测结果

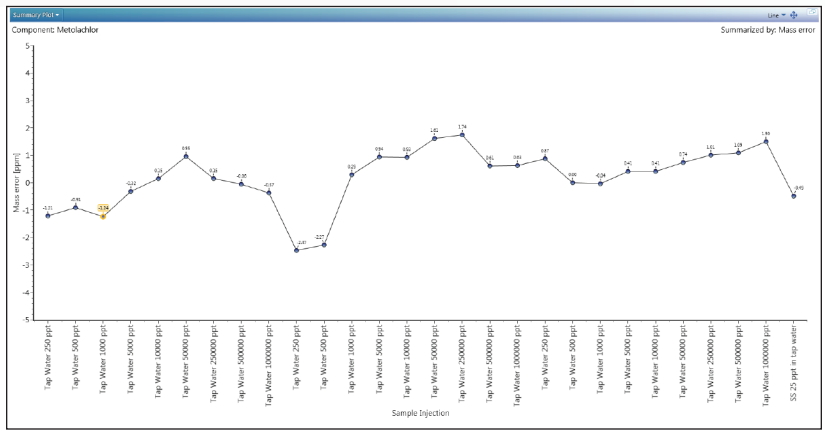
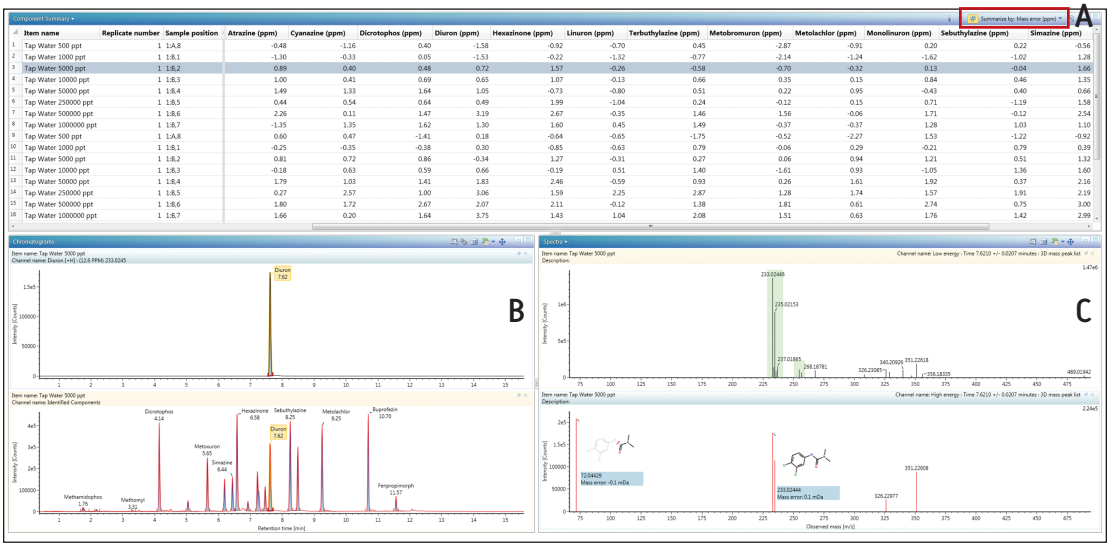


图1. 用户可通过UNIFI汇总图的屏幕截图利用线形或柱形图追踪所有进样中的任一结果组分。上图汇总了不同水平加标自来水进样(从250 ng/L到1 mg/L)条件下单一化合物(异丙甲草胺)的质量数准确度。

准确，Tof-MS筛查必须能够确保高浓度条件下残留物的质量数准确度。这些高含量的违规残留物可能会导致检测器饱和，而在某些情况下这种饱和又可能会导致质量数准确度超过设定的鉴定阈值。

本技术简报提供的数据证明了筛查实验中保持高浓度违规目标化合物质量数准确度的能力。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®



	Item name	Replicate number	Sample position	Atrazine (ppm)	Cyanazine (ppm)	Dicrotophos (ppm)	Diuron (ppm)	Hexazinone (ppm)	Linuron (ppm)	Terbuthylazine (ppm)	Metobromuron (ppm)	Metolachlor (ppm)	Monolinuron (ppm)	Sebuthylazine (ppm)	Simazine (ppm)
1	Tap Water 500 ppt	1	1:A,8	-0.48	-1.16	0.40	-1.58	-0.92	-0.70	0.45	-2.87	-0.91	0.20	0.22	-0.56
2	Tap Water 1000 ppt	1	1:B,1	-1.30	-0.33	0.05	-1.53	-0.22	-1.32	-0.77	-2.14	-1.24	-1.62	-1.02	1.28
3	Tap Water 5000 ppt	1	1:B,2	0.89	0.40	0.48	0.72	1.57	-0.26	-0.58	-0.70	-0.32	0.13	-0.04	1.66
4	Tap Water 10000 ppt	1	1:B,3	1.00	0.41	0.69	0.65	1.07	-0.13	0.66	0.35	0.15	0.84	0.46	1.35
5	Tap Water 50000 ppt	1	1:B,4	1.49	1.33	1.64	1.05	-0.73	-0.80	0.51	0.22	0.95	-0.43	0.40	0.66
6	Tap Water 250000 ppt	1	1:B,5	0.44	0.54	0.64	0.49	1.99	-1.04	0.24	-0.12	0.15	0.71	-1.19	1.58
7	Tap Water 500000 ppt	1	1:B,6	2.26	0.11	1.47	3.19	2.67	-0.35	1.46	1.56	-0.06	1.71	-0.12	2.54
8	Tap Water 1000000 ppt	1	1:B,7	-1.35	1.35	1.62	1.30	1.60	0.45	1.49	-0.37	-0.37	1.28	1.03	1.10
9	Tap Water 500 ppt	1	1:A,8	0.60	0.47	-1.41	0.18	-0.64	-0.65	-1.75	-0.52	-2.27	1.53	-1.22	-0.92
10	Tap Water 1000 ppt	1	1:B,1	-0.25	-0.35	-0.38	0.30	-0.85	-0.63	0.79	-0.06	0.29	-0.21	0.79	0.39
11	Tap Water 5000 ppt	1	1:B,2	0.81	0.72	0.86	-0.34	1.27	-0.31	0.27	0.06	0.94	1.21	0.51	1.32
12	Tap Water 10000 ppt	1	1:B,3	-0.18	0.63	0.59	0.66	-0.19	0.51	1.40	-1.61	0.93	-1.05	1.36	1.60
13	Tap Water 50000 ppt	1	1:B,4	1.79	1.03	1.41	1.83	2.46	-0.59	0.93	0.26	1.61	1.92	0.37	2.16
14	Tap Water 250000 ppt	1	1:B,5	0.27	2.57	1.00	3.06	1.59	2.25	2.87	1.28	1.74	1.57	1.91	2.19
15	Tap Water 500000 ppt	1	1:B,6	1.80	1.72	2.67	2.07	2.11	-0.12	1.38	1.81	0.61	2.74	0.75	3.00
16	Tap Water 1000000 ppt	1	1:B,7	1.66	0.20	1.64	3.75	1.43	1.04	2.08	1.51	0.63	1.76	1.42	2.99

图2. 屏幕截图显示了浓度逐渐增加的沃特世农药筛查混合物(PSM)的进样结果。组分汇总区域(2A)展示了15种化合物在9个校准浓度重复进样所得的质量数准确度(以ppm表示)。通过单击红框中突出显示的区域可轻松地将所显示的参数更改为其它参数(例如观察到的保留时间)。色谱图区域(2B)展示了从PSM中鉴定出的全部化合物的XIC图以及突出显示的化合物敌草隆的XIC图。所选组分的低能量谱图和高能量谱图显示在谱图窗口(2C)中。

解决方案

用本地过滤自来水配制沃特世药筛查混合物(PSM)(包含20种不同极性和电离能力的农药)稀释系列。ACQUITY UPLC® I-Class系统的扩充定量环在250 ng/L到1 mg/L范围内实现了9点大体积进样(100 µL)。因此，柱上进样量的范围为0.025 ng到100 ng。UNIFI科学信息系统极大简化了追踪所有进样的质量数准确度的方法。用户可通过自定义视图展示所有进样的特定组分的详细鉴定信息。

图1展示了UNIFI中提供的汇总图，其中的线形图展示了异丙甲草胺所有进样的质量数准确度，浓度范围为250 ng/L(250 ppt)到1 mg/L(1,000,000 ppt)。即使柱上进样量为100 ng也可保持优异的质量数准确度，因此将分析方法中质量数偏差设置为5 ppm，软件也能进行目标匹配。这种水平的柱上进样量相当于10 µL浓度为10 mg/L(或10 ppm)溶液，远远超过了LC-MS分析的预期线性动态范围。

分析人员只需单击鼠标，就能从UNIFI的组分汇总中调用数据透视表，从而显示全部进样所得的所有化合物数据。图2A展示了全部进样的所有已鉴定组分的质量数偏差。只需单击图2A中突出显示的区域，就能轻松对查看全部进样中所有已鉴定组分的标准进行更改。其它标准(包括响应和观察到的保留时间)有助于在全部进样之间进行比较。

保持食品和环境样品中高含量违规农药的质量数准确度，能够避免出现假阴性结果，并且使常规筛查实验所得的鉴定结果更加可靠。

总结

本技术简报展示的示例表明，即使是浓度远远超过Tof-MS系统线性动态范围的化合物来也可保持其质量数准确度。这对于确保筛查实验中不丢失高浓度水平的违规残留化合物而言至关重要。

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

Waters, UNIFI, ACQUITY UPLC和The Science of What's Possible是沃特世公司的注册商标。
其它所有商标均归各自的拥有者所有。

©2013沃特世公司 中国印刷 2013年11月 720004811ZH AG-PDF

沃特斯中国有限公司
沃特世科技(上海)有限公司

北京：010 - 5209 3866
上海：021 - 6156 2666
广州：020 - 2829 5999
成都：028 - 6765 3588
香港：852 - 2964 1800

免费售后服务热线：800 (400) 820 2676
www.waters.com