

使用Xevo TQ-S检测蜂花粉中的吡虫啉残留量

Lauren Mullin, Michael Young, and Jennifer Burgess

目的

在本简报中，我们展示了Waters® Xevo® TQ-S结合ACQUITY UPLC® I-Class系统检测蜂花粉中痕量吡虫啉的能力。

背景

在分析复杂环境样品中的痕量污染物时，通常会受到基质效应的严重干扰，使得在进行亚ng/g浓度水平检测时，所用仪器面临着必须满足灵敏度要求的挑战。杀虫剂暴露会对蜂群产生致死和亚致死效应，若要监控这些效应带来的影响则需要对蜜蜂和蜂产品中的杀虫剂水平进行可靠地定量。某地区使用吡虫啉杀虫剂来应对昆虫的侵害，该事件同时也促成了对该地区蜜蜂群的监测。我们对该地区的蜜蜂样本及花粉产品进行了吡虫啉残留分析。两种样品的类型都极为复杂，花粉中平均含有20%的蛋白质和6%的总脂肪¹，并且还含有大量的维生素、脂肪酸、酶和色素。在下面的研究中，我们使用Waters Sep-Pak® C₁₈小柱，通过一种专门的提取技术除去大量的基质干扰物，并采用高灵敏度的Xevo TQ-S在pg/g浓度范围内对吡虫啉进行了可靠检测。

使用超灵敏的ACQUITY UPLC/Xevo TQ-S检测复杂蜂花粉基质中的痕量吡虫啉杀虫剂。



图1. 配备Xevo TQ-S的ACQUITY UPLC系统。

解决方案

取300 mg蜂花粉样品用研钵研磨均匀，然后用Milli-Q水按1:10的比例进行稀释。向花粉浆中加入12 mL含2%三乙胺的乙腈，涡旋混合，然后将其加入QuEChERS AOAC管1（含6 mg MgSO₄和1.5 g乙酸钠）中。离心后，弃去有机层并稀释至含水量为15%，在真空状态下通过Sep-Pak C₁₈ 1-cc小柱。将最终提取物在温和的氮气流下干燥至近干，并用四倍于初始体积的水进行复溶。

采用ACQUITY UPLC I-Class系统与Xevo TQ-S联用进行样品分析。MRM通道的256.2 → 175.2用于定量，256.2 → 209.2用于确证。采用从商店购买的有机花粉营养保健品加1 ng/g吡虫啉标准品，对提取回收率和基质抑制作用进行评估，结果显示于表1中。基质加标校准曲线分别用于样品定量和回收率试验，并且 $r^2 > 0.99$ 。利用基质加标的方法来确定LOD和LOQ，峰间信噪比（S/N）分别大于3和10。良好的离子比率常常被当作鉴定的附加标准。

在来自暴露测试区域的样品中，对其中三分花粉样品的吡虫啉残留进行了检测，除其中一份样品的吡虫啉残留为29.3 ng/g外，其它样品在基质条件下均低于LOQ。前文所述的样品、低于LOQ的样品和基质匹配100 pg/g标准品（峰间信噪比大于10，并被视作LOQ方法）的MRM谱图如图2 a、b和c所示。

	1 ng/g 加标	%RSD	样品
提取回收率	95.57%	9.89	3
基质抑制作用	-62.51%	4.29	3

表1. 花粉样品中吡虫啉检测的提取回收率和基质抑制作用结果。尽管受到基质抑制作用的严重影响，Xevo TQ-S所具有的灵敏度仍然能对基质中存在的吡虫啉实现pg/g水平的检测和定量。

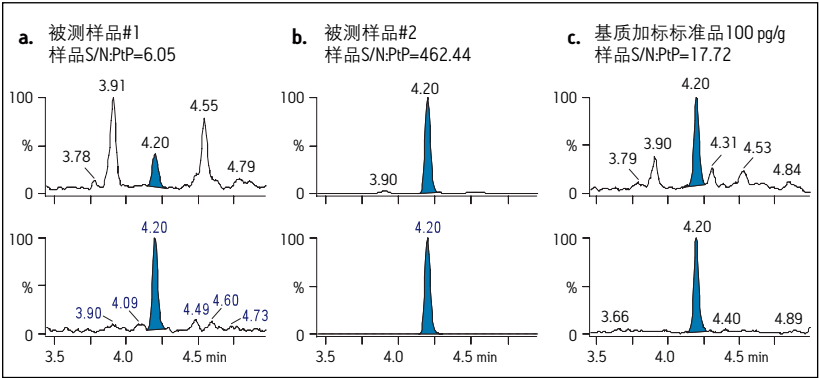


图2. 花粉样品中用于吡虫啉定量和确证的离子通道MRM图谱；a. 吡虫啉含量低于LOQ的样品，b. 高于LOQ的样品，c. 基质加标100 pg/g标准品。

总结

利用稳定可靠的高灵敏度Xevo TQ-S对花粉中的吡虫啉进行检测，证明了Xevo TQ-S是一种能够应对这种独特环境监测挑战的强大工具。

参考文献

1. Muradian-Alameida LB, et. al. Chemical composition and botanical evaluation of dried bee pollen pellets. JFCA. 2005;18: 105-111, 2005.

作者向提供蜜蜂和蜂花粉样品的Kenneth Warchol特别表示感谢。

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

Waters、ACQUITY UPLC、Xevo、Sep-Pak和The Science of What's Possible是沃特世公司的注册商标。其他所有商标均归各自的拥有者所有。

沃特世中国有限公司
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 6555
成都：028-6554 5999
香港：852-2964 1800

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

©2013年 沃特世公司。印制于中国。
2013年2月 720004604ZH VW-PDF

