

[第46期]

液相色谱

■ 公司动态

■ 应用报告

■ 新技术·新产品

质谱通讯



Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™



Waters

[理 论]

一项技术
突破并不仅
仅影响实验
室工作。

它还会影响
到您整个组织
的运作方式。

当技术不再是科学进步的绊脚石，您的组织会有多大的发展空间？拥有了革命性的 Waters® ACQUITY UltraPerformance LC® 系统后，实验室科学家们便能以更大的信心和更高的效率来开发各种方法。ACQUITY UPLC® 为科学家们提供了远远优于 HPLC 的数据和灵敏度。因此，它对实验室、董事会以及任何需要科学来提高生活品质的方方面面都深具影响力。ACQUITY UPLC 系统是液相色谱技术的未来。欲了解更多信息，请访问网站 www.waters.com/al。

©2007 Waters Corporation. Waters, The Science of What's Possible, ACQUITY UltraPerformance LC, UPLC and ACQUITY UPLC 是沃特世公司的注册商标。

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

索引

公司动态

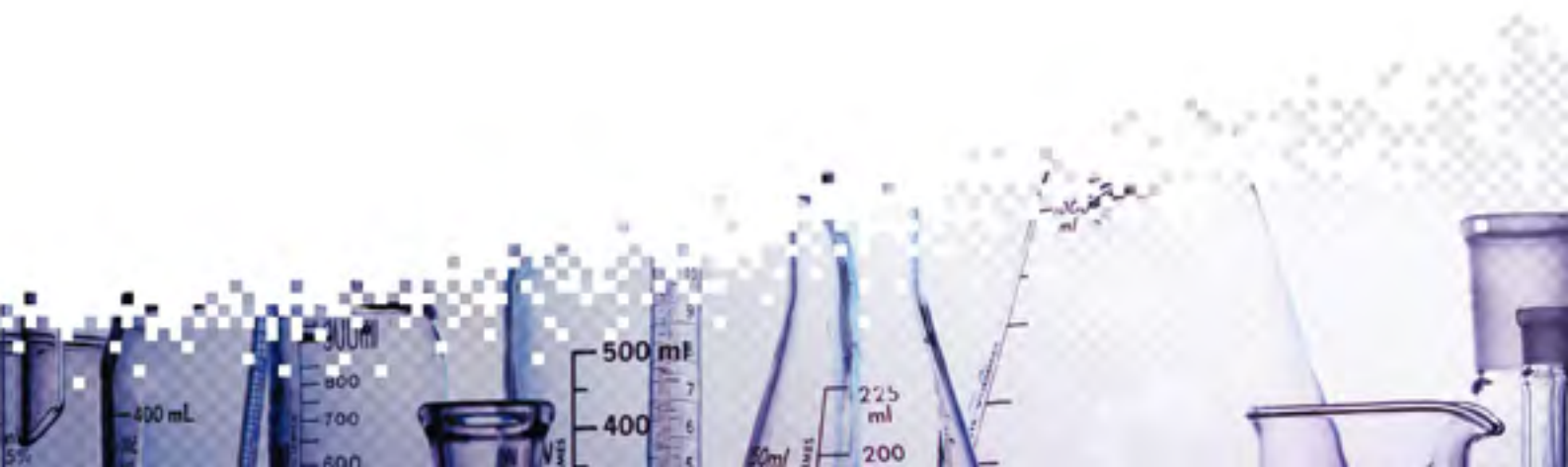
沃特世公司超高效液相色谱UPLC和HDMS质谱启动科学创新在2008年	
匹茨堡大会上推出新型系统解决方案	01
沃特世启用全新的全球网站 (www.waters.com)	02
走在蛋白折叠和大分子复合物的研究前沿	03
范德比特大学医学中心合作使用SYNAPT HDMS进行组织成像研究	05

应用报告

超高效液相色谱—串联质谱法快速测定水产品中阿维菌素类农药残留	06
ACQUITY TQD 分析开心果、杏仁和腰果中霉菌毒素的污染	10
使用ACQUITY TQD分析婴儿食品中的农药残留	14

新技术新产品

沃特世超高效食品安全系统	21
沃特世公司推出新一代可升级的SYNAPT平台，扩大质谱仪界限	23
沃特世公司发布用于HPLC和ACQUITY UPLC系统的 SystemsQT 验证工具	24



沃特世公司超高效液相色谱UPLC和HDMS质谱启动科学 创新在2008年匹茨堡大会上推出新型系统解决方案

世界上第一台UPLC PAT系统 — PATROL UPLC巡查过程 分析仪旨在提高生产效率

立即发布

新奥尔良 - 2008年3月3日 - 在全球科学家的使命的召唤下，面临以往束手无策的挑战，沃特世公司(美国纽约股票代码: WAT) 今天在2008年3月2日至6日第59届匹茨堡分析化学和应用光谱学大会上推出创新解决方案。

2008年匹茨堡大会上，沃特世公司推出的新产品首先是沃特世公司PATROL™ UPLC™ 过程分析仪，实时的液相色谱(LC) 在线分析技术(PAT) 系统；沃特世SYNAPT™ 质谱系统，可升级的下一代四极杆正交加速(oa)飞行时间(Tof) 质谱技术(MS)平台；和沃特世公司SDMS™ VP 的智能步骤管理(IPM)，一个流程软件包，可指导分析人员的日常实验室步骤。

“进入连续运营的第50年，沃特世公司与客户和合作伙伴一起继续启动新一轮的技术创新，”沃特世公司总裁Art Caputo说。“1963年，道化学公司找到沃特世公司，那时只是一个小型工程公司，希望定制一个在线折射透镜用于过程检测，这就是第一台投放市场的液相系统。今天，我们看到历史在重演。就像道联络吉姆沃特世需要一个折射透镜一样，一个行业领先的制药厂在近期的匹茨堡大会上找到我们，讨论应用超高效液相色谱UPLC技术处理分析，并最终导致了PATROL UPLC产品的开发。我们不想等待下一个客户在2008年匹茨堡大会的展位上找到我们解决这一问题或提供技术支持。”

在生产线上的质量控制分析

新产品沃特世公司PATROL™ UPLC™ 巡查超高效液相色谱过程分析仪是一种实时过程分析技术(PAT)系统，可以在生产线上检测和定量多组分生产样品和最终产品。

在核心技术平台沃特世公司ACQUITY™ 超高效液相色谱(UPLC)系统的基础上设计，巡查PATROL UPLC 将现在的液相色谱(LC)分析从离线的质量控制(QC)实验室直接移到生产流程中，可通过实时分析，减少过程周期时间、保证产品质量，从而极大地提

高生产效率。

“沃特世公司巡查UPLC 通过在生产线上可计量，实时的过程分析创造了可靠性的基础，”沃特世公司制药商务运营高级经理，Craig Dobbs说。“液相色谱是分析测试的‘黄金标准’，因它具有无可比拟的选择性，灵敏度和动态范围，它独特的能力可以分辨和定量相关与非相关的化合物。然而，直到今天，液相色谱LC 还没有成为一种可行的PAT技术。因为，其不可接受的过长分析时间，缺乏高效自动化和需经常删减复杂数据和分析。而今，沃特世公司PATROL UPLC 分析能力和速度重新定义的PAT 体系。”

沃特世公司目前和几家国际制药公司合作，评价PATROL UPLC在生产过程的影响。实时PAT的目标是在现有的资源的基础上，相比耗时离线的质量控制过程，生产更多产品。早期分析支持PATROL UPLC 在主要生产步骤上加快过程恢复，也就减少了重新处理的需要。总之，过程恢复的加快导致收益增加并最终获得每批收益的增加。

永远走在前沿的质谱实验室

在匹茨堡大会上，沃特世公司第一次展示它的新产品SYNAPT MS 质谱系统，下一代四极杆正交加速(oa) 飞行时间(Tof) 质谱系统(MS) 平台。SYNAPT MS质谱仪是沃特世公司提高生命科学和药物发现和发展流程质量和生产力决策的关键部分。

此外，SYNAPT MS 质谱系统是唯一提供一步到位升级为SYNAPT High Definition MS™ (HDMS™)系统的平台，唯一能够使研究人员根据尺寸，形状和电荷数以及质量来分析样品，最终提供新功能，帮助他们实现并超越未来的要求。

“可靠的样品鉴定，详细解析和提高的生产力是关键生物医学智能质谱解决方案的主要要求；如蛋白组学，代谢物解析，生物标记物发现/确认和药物研发，”沃特世公司质谱运营副总裁，Brian W. Smith说。“新款SYNAPT MS 质谱为特殊应用系统解决方案设计，满足以上要求，帮助我们的客户加速改进实验室分析质量，旨在提高研究水平，缩短上市时间。”

“SYNAPT MS 质谱系统独特一面是‘可升级成HMS’。当我们客户要求更强大的解决方案去达到将来的目标的时候，将他们的系统升级成High Definition MS的功能，实际上造就了永远走在前沿的质谱实验室，”史密斯补充道。

方法SOP的自动化和整合

沃特世公司今天推出沃特世公司NuGenesis® SDMS 智能步骤管理，它是一种流程软件包，旨在日常复杂的标准操作规程(SOP)中指导实验室分析人员，并整合色谱数据系统，如沃特世公司Empower™ 2 色谱数据软件的结果。

今天，手工或书面大纲仍然占据某些实验室功能，特别是那些方法和分析的标准操作规程大纲。例如，1)仪器检查，2) 标准品和样品制备，3) 溶剂和流动相分离，4) 分析检查，5) 结果批复，和6) 最后产品发布等，都将导致时间低效率和数据转录错误。因为，它们都只是依赖书面大纲。

“沃特世公司的Empower 2软件是业界最流行、最强大的色谱数据测量软件，能够连接到标准实验室信息管理系统，其智能步骤管理可以针对分析方法或测试的标准操作规范，改进规范所要求的手工报告的效率。”沃特世公司信息市场部高级经理，菲尔克比说。“我们支持‘第一次就把事情做对’这一理念，沃特世公司估计使用智能步骤管理将标准操作规程自动化集成化，相比传统的书面形式，可以潜在地减少循环周期至百分之五十，实现更少的错误机会。”

从后期的开发到最终产品质量控制和批次投放，智能步骤管理可以同等地应用到任何必须严格遵守指定实验方法和标准操作规程的实验室环境中，包括现行药品生产管理规范操作的法规遵从要求。所有主要实验室数据和元数据都可以快速且容易地以电子形式采集并储存在安全的法规遵从数据库中，并符合 21 CFR Part 11、cGMP-、GLP-的规范要求。



沃特世启用全新的全球网站 (www.waters.com)

2008年3月17日，沃特世全新的全球网站 (www.waters.com) 将统一正式对外发布。沃特世的全球新网站采用了10种不同国家的语言，遍及100多个国家。在各个国家的员工的共同努力下，整个全球网站在最短的时间之内克服了语言、技术上的难题，以最快的效率呈现给所有全球的用户。因此，它反映了我们全球各地分公司和客户的关注点：

多国家，多语言 – 在新的全球网站中，每个国家都拥有自己的本地网站。您可以用您的本地语言、英语或是其他的语种查询内容一致、全面、精准和及时的信息。同时您也可以查询具体国家的联系方式、培训课程、活动、通告和推广信息。

一站式产品信息 – 我们已将您需要知道的所有有关我们产品的信息集中到一起，并让您能通过产品页面便捷地访问。您将可以下载支持文件、文献资料、应用说明和发表的文章。您还可以看到相关产品、课程、特殊活动及网站推广的链接。同时，您可以在网站上随时了解沃特世中国，以及沃特世全球的动态。

新网站的开启是个重要的里程碑，但我们的任务并没有到此而结束。我们将继续添加新的功能，更多的内容信息，让沃特世始终处于快速发展的网络环境的前沿。如您对我们新网站有任何建议和意见都非常欢迎你们通过网站的反馈信息渠道，告诉我们。我们希望您能发现沃特世的新网站既有趣又实用。

走在蛋白折叠和大分子复合物的研究前沿

使用沃特世公司SYNAPT High Definition质谱系统， 利兹大学就所获得的结果发表文章

2007年12月3日，马萨诸塞州米尔福德——沃特世公司(股票代码NYSE:WAT)宣布利兹大学爱斯布理结构分子生物学中心使用最近购买的沃特世公司SYNAPT High Definition MS™ (HDMS)质谱系统，在Journal of the American Society of Mass Spectrometry (JASMS) 美国质谱协会杂志上发表了蛋白研究的成果。

Ashcroft实验室正在使用SYNAPT™ HDMS质谱系统研究生物分子功能。在2007年12月刊的一篇文章中，利兹的研究人员描述了对几种蛋白，如细胞色素C和贝塔-2-微球蛋白的成功分离和分析，Ashcroft希望该成就可以通向对某些生物过程的完全了解，如淀粉纤维形成，细菌纤毛集结以及病毒衣壳的装配，这些过程都与衰老症有关。

蛋白质被人体小心地折叠，经三维长链分子装配而成。当正确地被折叠时，蛋白调节正常身体功能。当某些蛋白被折叠成特殊形状而变成错误折叠时，引起一系列反应，可导致自身聚集和淀粉纤维形成，因此一些高发疾病可能发生，包括老年痴呆症，疯牛病和帕金森氏综合症。在利兹大学，艾利森·艾斯克劳福特博士和她的同事诗娜·拉德福德教授就是研究这样一种蛋白，贝塔-2-微球蛋白，试图探索它是如何形成纤维，在透析病人的关节聚集，并与透析相关的淀粉样变性病有关。对这些过程在分子水平的完全了解将有助于治疗方法的设计。

新型质谱为生物学研究带来新领域

作为工具，常规质谱是区分不同质量蛋白质的优秀方法。然而，一个特定蛋白的不同构象或不同的折叠形式具有同一质量数，使用常规的方法是无法区分开来的。这就是沃特世SYNAPT HDMS质谱系统和镶嵌其中的离子淌度技术帮助利兹大学的方式。

“一个蛋白可以折叠成紧密的三维结构，或者在某些条件下，蛋白可以打开成伸展的结构。即使这些三维结构拥有相同的质量和质荷比(m/z)，SYNAPT HDMS的离子淌度功能可以分离这些蛋白，并告诉您多少蛋白在折叠的形式而多少在非折叠的形式。而且，由于两种蛋白构象的横截面积不同，因为能够基于形状分离，SYNAPT HDMS质谱系统

使我们能够区分各种不同的蛋白形状。”结果确实令人惊奇。”艾利森·艾斯克劳福特博士说，她是生物分子质谱研究员，质谱室主任。

来自沃特世公司的SYNAPT质谱系统为实验室带来研究聚集过程的新的洞察力。“它为我们的研究提供新一维的空间。我们现在可以对原始状态的蛋白质定量，也可对非折叠或部分折叠的蛋白进行定量。我们也可以监测某种特定的蛋白构象在聚集过程被消耗。这为生物分子在分子水平如何工作提供了重要的新层面。”艾斯克劳福特博士补充道。

沃特世公司于2006年6月在美国西雅图美国质谱年会上推出SYNAPT HDMS质谱系统。它是第一台商业化的，在质量之外，基于尺寸、形状和电荷数分析离子的质谱。

一个管理万亿字节科学数据的决策

在生物技术和生物科学院(BBSRC)和维尔康姆信托的资助下，艾斯克劳福特实验室拥有五台不同形式的质谱仪器，而管理其产生的数据是一个巨大的挑战。为了更有效地管理数据文件，该实验室选择沃特世公司NuGenesis Scientific Data Management System(SDMS)科学数据管理系统。

“每天在DVD上备份数据已经不需要了。科学数据管理系统SDMS每天一次从五台质谱仪上将数据自动备份，我们的研究生和博士后可以直接从他们办公室的计算机上看到数据。存档文件对我们很重要，因为政府资助部门要求我们自建成之日起存储五或十年的数据。研究生花四年的时间拿到博士学位，所以他们需要四年或更长时间查看数据，特别是如果在拿到博士学位后要写文章”艾斯克劳福特博士评论道。

“非分析化学背景的人们认为一台质谱就是一个复杂的称重机器。通常他们没有意识到使用这台仪器可以看到蛋白功能和行为。但是当他们发现了之后，会感到无比惊奇。”艾斯克劳福特博士说。

艾斯克劳福特博士在美国质谱协会杂志的文章全文参考:

Monitoring co-populated conformational states during protein folding events using ESI-IMS-MS, D. P. Smith, K. Giles, R. H. Bateman, S. E. Radford, A. E. Ashcroft, J. Am. Soc. Mass Spectrom., 2007 Dec; 18 (12): 2180 – 90,

DOI:10.1016/j.jasms.2007.09.017

文章再版要求请寄至 A. E. Ashcroft 博士, Astbury Centre for Structural Molecular Biology, Astbury Building, Faculty of Biological Sciences, University of Leeds, Leeds LS2 9JT UK, 或发电子邮件 email: a.e.ashcroft@leeds.ac.uk

关于利兹大学生物科学系, 请浏览(<http://www.fbs.leeds.ac.uk/>)

利兹大学的生物科学系是英国最大的生命科学研究团体之一, 拥有将近一百五十名学者和四百多名博士后和研究生。该系目前活跃的研究基金约六千万英镑, 资助者包括慈善, 研究院, 欧盟和企业。该系拥有杰出的研究成果, 在上一期政府研究评价检查(HEFCE)中, 所有主要评估项目均获得第五级。

关于利兹大学爱斯布理中心, 请浏览(<http://www.astbury.leeds.ac.uk/>)爱斯布理结构分子生物学中心是利兹大学一个跨学科研究中心。成立该中心的目的是在结构分子生物学的各个领域从事国际水平的研究课题。爱斯布理中心汇集了五十多位来自利兹大学各学科的学者, 拥有共同的学术兴趣。该中

心以 W.T.Astbury 的名字命名, 他是生物物理学家, 在利兹大学长期从事科学研究(1928-1961), 工作期间在该领域成立了多个基金会。

艾利森艾斯克劳福特博士, (<http://www.astbury.leeds.ac.uk/facil/mass.htm>) 是生物分子质谱研究员, 利兹大学, 生物科学系, 爱斯布理Astbury结构分子生物学中心质谱室主任。她的研究着重于开发和使用质谱方法探索生物分子功能。

诗娜拉德福德教授, (<http://bmbgsi10.leeds.ac.uk/>), 是利兹大学、生物科学系, 爱斯布理结构分子生物学中心结构分子生物学教授。她的研究着重于蛋白质折叠, 非折叠和聚集机理。

生物技术和生物科学研究院(BBSRC) (www.bbsrc.ac.uk)是英国生命科学资助机构。政府投资的生物技术和生物科学研究院 BBSRC 每年在很大范围的研究领域投资三亿八千万英镑, 为英国国民的生活质量做出突出贡献。

维尔康姆信托(www.wellcome.ac.uk)是英国最大的慈善机构。它资助英国国内和国际创新生物医学研究, 每年投资额在五亿英镑左右。



征稿启事

《液相色谱/质谱通讯》欢迎用户投稿

本刊自开办以来, 一直得到用户的支持与厚爱。特此沃特世全体员工向您表达最诚挚的敬意, 感谢您长久以来真诚的关心与帮助。“用户的成功=沃特世的成功”。我们希望成为您忠实的工作伙伴, 期待着与您更多的交流与合作。

- 征稿范围: 使用沃特世产品(包括UPLC®, HPLC或MS仪器、色谱柱、SPE或其它前处理产品等)的应用报告, 使用技巧及成功经验或心得。稿件在3000字以内, 以Word文件或A4纸打印稿投稿。
- 刊物一经采用, 将酌致作者稿酬。未经录用的稿件, 恕不退回, 请作者自留底稿。
- 本刊为内部交流刊物, 故不影响作者向公开正式出版物继续投稿。
- Word文件请电邮至 xie_ying_feng@waters.com

打印稿投稿请邮寄至上海办事处市场部收(见封底)

范德比特大学医学中心合作使用SYNAPT HDMS 进行组织成像研究

研究人员将评价离子淌度质谱仪组织成像对癌症研究的贡献

沃特世公司(股票代码NYSE: WAT) 和范德比特大学医学中心联合宣布在大学的质谱研究中心使用沃特世公司基质辅助激光解析MALDI SYNAPT™ High Definition MS™ (HDMS™) 质谱系统的增强型组织成像功能从事肿瘤研究。

范德比特大学医学中心的研究人员以新型质谱应用为核心，在从正常状态到各种癌症结段变化过程中，鉴定和描述蛋白表达的变化。

“组织成像的目标是提供一个研究疾病细胞蛋白组变化的窗口，”范德比特大学医学中心质谱研究中心主任，理查德·卡普理奥理教授说。“我们期待着对高分辨率，高灵敏度的正交飞行时间离子淌度质谱仪增强基质辅助激光解析MALDI成像的评价。最终，我们希望这种增强型的组织成像技术将提供癌症各阶段诊断和预测的大量数据信息。”

SYNAPT HDMS质谱系统是市面上唯一采用高效离子淌度分离双离子源的质谱仪器，它为科学家带来满足发现研究挑战的分析能力的最大化。

“与范德比特大学的合作是沃特世公司与顶尖研究人员合作推动科学前沿的最新典范。”沃特世公司质谱运营付总裁，布莱恩·史密斯说。“通过与此领域卓越的研究小组合作，我们期待，为基质辅助激光解析MALDI成像在生物应用和诊断目标开发意义重大的分析手段，更不必提及它在研究肿瘤这种世界全面的疾病，具有积极潜在的影响。”

沃特世公司于2006年6月在美国西雅图美国质谱年会上

推出SYNAPT HDMS System质谱系统。它是第一台商业化的，在质量之外，基于尺寸，形状和电荷数分析离子的质谱。沃特世公司于2007年在匹茨堡大会推出带有基质辅助激光解析MALDI离子化功能的SYNAPT HDMS质谱系统，沃特世公司SYNAPT High Definition MS 质谱系统获得匹茨堡大会最佳新产品金奖以及仪器商业展望通信的最佳新产品最高奖。如欲获取更多关于沃特世公司SYNAPT High Definition MS 质谱仪的详情，请浏览网站 www.waters.com/HDMS。

关于范德比特大学医学中心

范德比特大学医学中心是范德比特大学医学院和范德比特大学护理学院，以及四所独立的医院的基地，是一家正在壮大的基础研究实体。

范德比特大学附属医院，蒙卡勒尔Monroe Carell Jr. 儿童医院，精神病院和范德比特斯道沃斯康复医院在2007年共有超过四万六千张住院床位。同时期，范德比特接诊的门诊病人数量在110万人以上。范德比特大学医学院在2008年美国新闻和世界报道调查“美国最佳研究院”125所医学院中排名第18。该医学院的杰出研究声誉反映在所获得的联邦和私人机构支持的数量上。从国家健康研究院获得的资助在125所医学院中居第15位。在2007年共获得三亿九千万美元竞争性研究基金资助。



沃特世(Waters®) SYNAPTHDMS 质谱分析系统



超高效液相色谱—串联质谱法快速测定水产品中阿维菌素类农药残留

高华鹏¹, 张健玲², 李永夫³, 沈维军¹, 吴志云¹, 容文钦¹, 许东洲⁴

1. 徐龙食品集团有限公司, 宁波 315300;

2. 江门出入境检验检疫局, 江门 315300;

3. 浙江林学院 环境科技学院, 临安 311300;

4. 沃特世公司, 广州 510015;

摘要: 建立了水产品中阿维菌素(AVB)、多拉菌素(DOR)、依维菌素(IVR)残留的超高效液相-串联四级杆质谱(UPLC-MS/MS)检测方法。样品用乙腈提取、浓缩, 经碱性氧化铝小柱净化, 采用电喷雾离子源, 以正离子检测方式进行质谱分析。4.2分钟完成这三种农药残留分析。实验结果表明, 在2~10 µg/kg的质量浓度范围内, 上述三种阿维菌素类农药的工作曲线均呈线性, 其相关系数 $r > 0.99$, 平均回收率为85.9 ~ 94.4%, 相对标准偏差均小于8%, 这三种阿维菌素类农药的定量限均可达到0.5 µg/kg。本方法灵敏度高、抗干扰能力强, 是痕量分析阿维菌素类农药的理想方法。

关键词: 超高效液相色谱-串联质谱法; 水产品; 阿维菌素; 多拉菌素; 依维菌素; 残留。

Rapid Determination of Residual Avermectins Pesticides in Aquatic Products by UltraPerformance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry

GAO Hua-peng¹, ZHANG Jian-ling², LI Yong-fu³, SHEN Wei-jun¹, WU Zhi-yun¹, RONG Wen-qin¹

1. Xulong Food Group Corporation;

2. Jiangmen Entry-exit Inspection and Quarantine Bureau, Jiangmen 315300, China;

3. School of Environmental Science and Technology, Zhejiang Forestry University, Lin'an, 311300, China;

4. Waters Technologies 510015, GuangZhou;

Abstract: An ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry(UPLC-MS/MS) method for the determination of residual avermectin (AVB), Doramectin(DOR), and Ivermectin(IVR) in aquatic products was developed. The sample, extracted by acetonitrile, was cleaned up with an alkaline column of alumina oxide after the procedure of concentration. The detection was performed by tandem mass spectrometry with electrospray ionization in positive mode (ESI+). The time for the determination of the above three pesticides was only 4.2 minutes. Experimental results showed that the standard curves for the above three avermectins pesticides were linear, with their coefficients $c(r^2)$ more than 0.99, in the range of 0 ~ 5.0 µg/L. The average recovery was ranged from 85.9% to 94.4%, and the relative standard deviation(RSD) were less than 8%. The detection limits for the above avermectins pesticides were found to be 0.5 µg/kg. The present study was regarded as an ideal method for the trace analysis of avermectins pesticides due to its high sensitivity and strong anti-interference ability.

Key words: UPLC-MS/MS; aquatic products; Avermectin; Ivermectin; Doramectin; Residual.

阿维菌素(Avermectin, AVB)属大环内酯类抗生素, 最早是从日本静风川奈市一个高尔夫球场土壤中采集到放线菌新种中分离发酵所得, 它是一种高效的抗菌素类杀虫剂。伊维菌素(Ivermectin, IVR)是阿维菌素由加氢还原获得, 多拉菌

素(25-环己基阿维菌素, Doramectin, DOR), 由阿维菌素链霉菌基因工程变异株加入环己烷酸后生物合成获得。这类药物是目前兽医临床上用量最大的抗寄生虫药, 对各种寄生线型动物和节肢动物具有很强的抑杀作用, 其效果比常用农药高5~50倍, 还有药效持久的特点。其作用机理是干扰害虫神经生理活动, 刺激释放 γ -氨基丁酸, 作用于神经与肌肉接头, 增加氯离子的释放, 抑制神经接头的信息传递, 导致害虫出现麻痹而中毒死亡。虽然阿维菌素类属于微生物源农药, 但它对大鼠的LD50为10mg/kg, 与硫磷农药相仿, 属高毒农药, 且在动物体内残效时期长, 因此动物组织中阿维菌素类农药残留受到极大关注, 美国、欧盟、日本和中国等均制定了阿维菌素类药物的苛刻最高残留限量。

该类药在我国的水产养殖中曾普遍使用, 以及水源受到该类农药的污染, 我国水产品中阿维菌素类药的残留备受国际关注, 阿维菌素类农药残留限量的要求严重影响了我国鳊鱼等水产品的顺利出口。而该类农药的检测方法多见畜产品和蔬菜的检测, 水产中的检测还没有报道, 建立该类农药在水产品的残留检测方法是迫切的。目前主要的检测方法有液相色谱紫外法(HPLC)^[1-3]、串联四极杆质谱法(LC-MS/MS)^[3-7]。HPLC-UV灵敏度较低, 可以检测阿维菌素含量较高的原药和乳油等, 但无法满足目前农产品中残留分析要求; HPLC-FLD具有良好的检测灵敏度和选择性, 但是样品处理比较复杂。液质联用方法可以大大提高动物源性样品中阿维菌素等农药的检测灵敏度, 样品处理也比较简单。本方法运用超高效液相色谱串联四极杆质谱法(UPLC-MS/MS)建立快速、简便、高灵敏度检测水产品该类物质残留的分析方法。

实验部分

1.1 仪器与试剂

UPLC®超高效液相色谱仪(沃特世)、Quattro Premier™ XE三重四极质谱仪(沃特世) MassLynx™ 4.1 质谱工作站软件(沃特世)、离心机(上海安亭)、均质机(IKA)、氮吹仪(OA-SYS)、固相萃取装置(SUPELCO)、旋转蒸发仪(上海亚荣)、电子天平(岛津公司)、漩涡混合器(IKA)、超声波清洗器(天津奥特塞恩斯)等。

阿维菌素、多拉菌素、依维菌素标准品(Fluka公司); 甲醇、乙腈、正己烷、乙酸乙酯、甲酸、醋酸铵均为色谱纯, 所有水为超纯水。

1.2 标准品的配制

1.2.1 标准储备液的配制

分别精密称取标准品0.0100g(精确至0.0001g)于100毫升容量瓶中, 用乙腈分别配制成100毫克/升的标准储备液, 用聚四氟乙烯(PTFE)密封带密封, -16℃避光保存, 待用。再分别用乙腈配成1毫克/升标准储备液, 用聚四氟乙烯(PTFE)密封

带密封, -16℃避光保存, 每周更新低浓度单标溶液。

1.2.2 混合标准工作液的配制

准确移取适量上述三个1毫克/升标准储备液用乙腈配制成10μg/L混合标准工作液, 现配现用。

1.3 样品溶液的制备

准确称取5.0g捣碎的肌肉组织于50毫升离心管中, 加入20毫升乙腈后用均质器以15000rpm的速度均质30s, 另取一离心管加入20毫升乙腈以15000rpm的速度洗涤均质刀, 此液留作第二次提取用。将第一次的离心管置于离心机内以5000rpm的速度离心10分钟, 把上清液移至100毫升旋转蒸发瓶, 残渣按上述操作再次提取, 合并上清液, 蒸发约至1~2毫升, 过已活化处理的碱性氧化铝小柱, 再用5毫升乙腈分两次洗涤蒸发瓶, 把洗涤液依次淋洗小柱, 滤液氮气吹干, 用1ml流动相溶解残渣, 超声1~2分钟, 混匀后以15000rpm的速度离心10分钟, 吸取中层液过0.2μm微孔滤膜, 滤液供UPLC-MS/MS测定。

1.4 检测条件

液相色谱条件

色谱柱: ACQUITY UPLC® BEH C₁₈ 柱2.1 × 50 mm 粒径1.7μm;
柱温: 40℃;
样品室温度: 10℃室温
进样体积: 10μL;
流速: 0.3毫升/分钟
流动相: 乙酸铵5mmol/L 乙酸0.2%水溶液;

乙腈梯度洗脱, 整个分析流程仅用4.2分钟, 梯度洗脱详见表1。

质谱条件

电离方式: ESI(+);
毛细管电压: 3.3KV;
离子源温度: 110℃;
二级锥孔电压: 5V;
锥孔反吹气: 100L/小时;
去溶剂气温度: 400℃;
去溶剂气流量: 800升/小时

其它参数详见表2。

表 1 梯度洗脱参数

序号	时间(分钟)	缓冲液 %	乙腈 %
1	0.0	80	20
2*	0.5	40	60
3	1.0	20	80
4	2.5	10	90
5*	3.5	2	98
6	4.2	80	20

序号后标有 “*” 表示待梯度前一时间结束后直接改变比例;

表2 阿维菌素、多拉菌素、依维菌素的质谱参数

	被测物 Analyte	母离子 Parent ion	子离子 Product ion	驻留时间(秒) (secs)	锥孔电压 Declustering Potential /V	碰撞能量 Collision energy /eV
1	阿维菌素	890.5	<u>305.2</u> , 567.2	0.100	40.0	<u>25</u> , 15
2	依维菌素	892.5	<u>307.2</u> , 569.2	0.100	40.0	<u>24</u> , 15
3	多拉菌素	916.0	<u>331.0</u> , 593.0	0.100	45.0	<u>25</u> , 15

带下划线的子离子用来作定量分析

结果与讨论

2.1 提取条件及净化条件的选择

本实验样品采用乙腈提取，提取液过碱性氧化铝小柱的方式进行净化,操作简单。阿维菌素、依维菌素、多拉菌素采用乙腈和甲醇作为提取溶剂均能取的较好效果，但乙腈能更有效地沉淀蛋白,减少杂质干扰。碱性氧化铝小柱与C₁₈小柱相比,能更有效地净化富含脂肪的动物组织样品,降低非极性杂质对测定结果的影响。

2.2 色谱条件的优化

本方法选择流动相时，未考虑共流出物的峰是否分开。这是因为采用MS/MS进行定性及定量分析时,通过选定目标物对应的离子对,便可单独分析其中的一种物质,而且各个物质的离子通道各不相同不构成相互干扰。所以实验只需从分析的选择性及灵敏度的角度考虑，母离子扫描显示，目标物检测离子以[M+ NH₄]⁺形式存在的量较多，可以定量分析，流动相的选择以提高[M+ NH₄]⁺浓度为目的。有机相选择甲醇、乙腈比较，乙腈的使用有着较高的灵敏度；缓冲液选用纯水、乙酸铵、甲酸铵、甲酸乙酸铵进行比较，一定浓度乙酸铵作为流动相有利于阿维菌素类农药的离子化，以5mmol/L乙酸铵水溶液最为合适。另外，比较不同pH条件下的差异，水、0.2%乙酸、0.1%甲酸的比较显示pH3-4的情况有利于离子化，测定结果显示0.2%乙酸5mmol/L乙酸铵是ESI(+)测定[M+ NH₄]⁺灵敏度最高。

2.3 质谱条件的优化

阿维菌素类农药的LC-MS/MS分析方法中离子化模式有APCI、ESI(-)、ESI(+), 参考相关文献分别对APCI、ESI(+)、ESI(-)的三中模式作比较。ESI(-)灵敏度比较低，ESI(+)分为[M+Na]⁺模式和[M+ NH₄]⁺模式，ESI(+)[M+Na]⁺灵敏度极高，但样品测试不稳定，离子抑制效应严重，响应随基质增加快速衰减，ESI(+)[M+ NH₄]⁺灵敏度高，而且适量乙酸铵可以提高离子化效率，基质影响小，测试稳定。

ESI(+)[M+Na]⁺模式的离子化效率极高响应值非常高，但存在一个问题就是杂质对MNa⁺离子的抑制效应很大，样品基质中的目标物响应值比纯标小很多，而且同一样品重复测试响应值的衰减很快。[M+Na]⁺离子化效率随着流动相含Na⁺条件、离子源洁净程度等诸多因素会发生很大变化，对于测定复杂基质样品（如鳗鱼等）[M+Na]⁺模式并不合适的。ESI(+)[M+ NH₄]⁺模式下流动相中的NH₄⁺的低浓度变化不影响仪器测定，样品基质离子抑制基本可以忽略，痕量测定是稳定可信的。ESI(-)模式下[M-H]⁻离子化效率较低，可以稳定测定鳗鱼等复杂基质样品，但是灵敏度较低，不利于提高检出限。几种离子模式的检测参数，流动相缓冲液，本实验不作展开论述，但是实际在选用不同的离子模式测定时经优化都能检测阿维菌素类农药，ESI(+)[M+ NH₄]⁺模式灵敏度最高。[M+Na]⁺、[M-H]⁻离子模式下母离子、子离子见表3

表3 [M+Na]⁺、[M-H]⁻离子模式下母离子、子离子

离子模式	阿维菌素		依维菌素		多拉菌素	
	母离子	子离子	母离子	子离子	母离子	子离子
[M+Na] ⁺	895.5	<u>327.4</u> ,449.3	897.5	<u>329.0</u> ,753.2	921.5	<u>353.2</u> ,449.0
[M-H] ⁻	871.5	<u>229.0</u> ,835.4	873.6	<u>229.0</u> ,837.3	897.5	<u>591.0</u> ,861.0

ESI(+)MNH₄⁺的离子化模式下，将标准品配成浓度为500 ug/L 的乙腈-水溶液(1:1)，选择ESI(+), 分别对电离电压、锥孔电压、离子源温度、去脱溶剂气温度、Rflens、碰撞能量等条件进行了优化。通过全扫描方式观察总离子流图，得到母离子峰，通过碰撞反应进行子离子扫描确定各物质分别的定量和辅助定性离子，进而进行MRM测定。反复调整仪器参数，直至仪器检测达到最佳状态。

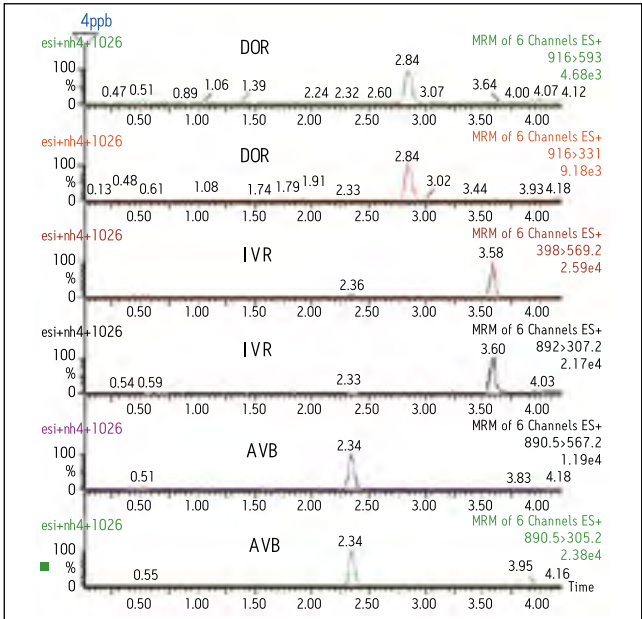


图1 混合样标的色谱图 (4 µg/kg)。

2.4 阿维菌素类农药的色谱分离

加标样品按“1.3”节处理，按上述色谱条件,进行测定，阿维菌素(2.3min)、多拉菌素(2.8min)、依维菌素(3.6min)的离子色谱图见图1。

2.5 标准曲线和检出限

在空白样品分别添加适量标准混合液，使样品加标浓度分别为2μg/kg、4μg/kg、6μg/kg、8μg/kg、10μg/kg，与样品同步处理。以质量浓度(μg/kg)为横坐标x，峰面积为纵坐标y进行线性回归；测定0.5μg/kg加标空白样品三个农药定量离子信噪比，并外推法计算检出限和定量限，结果见表4。结果表明，三种阿维菌素类药物残留在2~10μg/kg的浓度范围内呈较好的线性关系，而本方法的最低定量限远低于国际通行最高限量规定(10μg/kg)，可以满足实际工作的需要。

表4 标准曲线的线性方程和相关系数

组分	回归方程	r	LOD (μg/kg)	LOQ (μg/kg)
AVB	Y=355.102X-14.6194	0.9989	0.13	0.43
DOR	Y=167.109X	0.9986	0.15	0.48
IVR	Y=311.658 X	0.9910	0.10	0.32

LOD: limit of detection (S/N=3); LOQ: limit of quantification(S/N=10)

2.6 方法的准确度和精密度

取已捣碎的空白样品，添加混合标准溶液适量，相当于0.5、1.0和5.0 μg/kg3个浓度水平，每个浓度水平下做6个平行试验，按“1.3”节所述方法提取制备后进行回收率试验，结果见表5。

表5 水产品中阿维菌素类农药测定的精密度与准确性(n= 6)

加标 (μg/kg)	AVB		IVR		DOR	
	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)
0.5	85.9	7.2	87.9	7.8	89.6	6.8
1.0	90.2	6.3	86.0	7.2	94.4	5.7
5.0	88.3	5.4	89.3	4.9	88.5	5.1

结 论

本法主要采用UPLC-MS/MS 的检测手段来减少背景干扰，结果准确可靠、重复性好、灵敏度高。阿维菌素、依维菌素、多拉菌素定量限均为0.5μg/kg，适用于所有水产品对阿维菌素类农药的检测。

参考文献

[1] 王海，刘素英，单吉浩，吴银良，液相色谱法测定猪组织中阿维菌素类药物残留量中国兽药杂志 2005, 39 (9):12-15.

[2] Parinya Seelanan a, Monpichar Srisa-art a, Amorn Petsom b, Thumnoon Nhujaka, Determination of avermectins in commercial formulations using microemulsion electrokinetic chromatography Analytica Chimica Acta 570 (2006) 8–14.

[3] 张少华，王冬生，皇甫伟国，杨挺，何新华，阿维菌素荧光衍生反应影响因子的研究分析化学2006,6(12):2778—.

[4] Susana Grimalt, Óscar J. Pozo, Jose M. Marín, Juan V. Sancho, Evaluation of Different Quantitative Approaches for the Determination of Noneasily Ionizable Molecules by Different Atmospheric Pressure Interfaces Used in Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry: Abamectin as Case of Study J Am Soc Mass Spectrom 2005, 16, 1619–1630.

[5] David A. Durden Positive and negative electrospray LC–MS–MS methods for quantitation of the antiparasitic endectocide drugs, abamectin, doramectin, emamectin, eprinomectin, ivermectin, moxidectin and selamectin in milk Journal of Chromatography B, 850 (2007) 134–146.

[6] Xiaolin Hou, Xiaowei Li, Shuangyang Ding, Jihong He, Haiyang Jiang, Jianzhong Shen Simultaneous Analysis of Avermectins in Bovine Tissues by LC-MS-MS with Immunoaffinity Chromatography Cleanup chromatography 2006, 63, 543–550.

[7] Zengru Wu, Junsuo Lib, Lili Zhua, Hongpeng Luoa, Xiaojie Xua Multi-residue analysis of avermectins in swine liver by immunoaffinity extraction and liquid chromatography–mass spectrometry Journal of Chromatography B, 755 (2001) 361–366.

ACQUITY TQD 分析开心果、杏仁和腰果中霉菌毒素的污染

James Morphet¹, Peter Hancock¹, Andrede Kok², Peter Rensen², Jos Scholten², Martien Spanjer²

1. 沃特世公司, 曼彻斯特, 英国;

2. 食品和消费者产品安全局, 阿姆斯特丹, 荷兰

概 要: 本文将评价沃特世公司串联四极杆ACQUITY® TQ 检测器使用多反应监测(MRM)实验分析霉菌毒素的适用性。

前 言

许多农作物都很容易被霉菌和真菌侵蚀。植物生长长期的胁迫或收获后恶劣的储藏条件都可能使真菌类感染大量日常用品, 经常造成无法忍受的味道, 气味或外观。也有可能在一些真菌生长过程产生有毒的二级代谢产物, 潜在地污染动物饲料和人群消费的食品。这些二级代谢产物一般来说就是霉菌毒素。联合国食品和农业组织估计每年由于霉菌毒素而损失的食物在十亿吨的水平。

黄曲霉素是霉菌毒素家族的一部分, 与急性肝损伤, 肝硬化, 肿瘤诱发, 畸形和遗传有关。

从制定法规的角度出发, 黄曲霉素被认为是食物中无法避免的污染物, 因为使用现在的农业手段无法防止或消除。四种主要的天然黄曲霉素是B1, B2, G1和G2(‘B’和‘G’表示这些化合物在薄层紫外光照射下所产生的蓝色和绿色荧光)。该组化合物被欧盟立法“法规委员会(编号1881/2006)”管理规定这四种黄曲霉素的浓度总合在可食用果仁中不可超过四微克/千克。黄曲霉素B1的含量不得超过两微克/千克。

由于在提取步骤中存在十六倍稀释因素, 为达到欧盟立法标准, ACQUITY TQD的检测浓度水平必须在0.0625纳克/毫升或以下。类似的法规也在日本和美国实施, 这四种黄曲霉素的浓度总合分别为十微克/千克和二十微克/千克。

黄曲霉素、赭曲霉素、A伏马霉素和镰刀霉素, 如脱氧雪腐镰刀菌稀醇在很多国家都被法规立法。使用免疫亲和测试试剂盒可以快速, 灵敏和精确地分析这些化合物。当需要最高灵敏度和选择性时, 免疫亲和法的样品制备也适合基于色谱的分析方法。此外, 如果一种分析方法可以检测各种农产品中的一系列霉菌毒素, 对于获得人类食品中污染物的更多更综合信息是很期待的。像这样的多种霉菌毒素检测方法对于欧盟消费食品测试实验室是很适合的, 因为欧盟对污染物的法规是世界上最广泛的。

ACQUITY TQD检测器的引入使得科学家在利用这台仪器带给实验室的所有优越性的同时, 从事霉菌毒素的分析。这台仪器的最新IntelliStart技术, 减少了复杂操作, 耗时故障排除和待机的负担。它占地面积小, 为任何实验室提供便利, 而无需引进大型设备。

本文描述了一种多种霉菌毒素的分析方法。三种果仁中的二十五种污染物, 该方法可以满足法规限制的化合物的分析要求并且包括其它关心的化合物。

实验方法

样品提取方法以前曾经报道, 并保持不变。开心果, 杏仁和腰果中的霉菌毒素以及化合物的溶剂标准样品由荷兰阿姆斯特丹食品和消费者产品安全局提供。提取物在ACQUITY TQD上分析。

超高效液相色谱分析条件

液相色谱系统: 沃特世ACQUITY UPLC® 系统
 色谱柱: ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱,
 2.1 × 100毫米, 1.7微米
 柱温: 40°C
 流速: 400微升/分钟
 流动相A: 水 + 0.1%甲酸
 流动相B: 乙腈 + 0.1% 甲酸
 梯度:
 时间 0 分钟 90% A
 时间 3 分钟 90% A
 时间 10 分钟 30% A
 时间 10.1 分钟 10% A
 时间 12 分钟 10% A
 时间 12.1 分钟 90% A
 总分析时间: 15 分钟
 注射体积: 50微升

质谱条件

质谱系统：沃特世ACQUITY TQD检测器
 离子化模式：ESI 正离子
 毛细管电压：4 千伏
 锥孔电压：多级
 去溶剂气体：氮气，800升/小时，450℃
 锥孔气体：氮气，5升/小时
 离子源温度：120℃
 数据采集：多反应监测(MRM)
 碰撞气体：氩气 3.5×10^{-3} 毫巴

调节ACQUITY TQD使得母离子和子离子在半峰宽的分辨率为0.7道尔顿以内。本实验的霉菌毒素残留物、多反应监测(MRM)范围、驻留时间、锥孔电压和碰撞能量列表详见附件1。

数据采集和处理方法

沃特世MassLynx™ 操作软件版本4.1 用于数据采集，TargetLynx应用管理软件用于数据处理。

结果与讨论

所有二十五种化合物被成功分离。图1 显示所有化合物的总离子流图。改变驻留时间的时间段可获得每个峰平均十二个数据点，第一个峰雪腐镰刀菌稀醇在1.16分钟流出，最后一个峰环匹阿尼酸在9.52分钟流出。

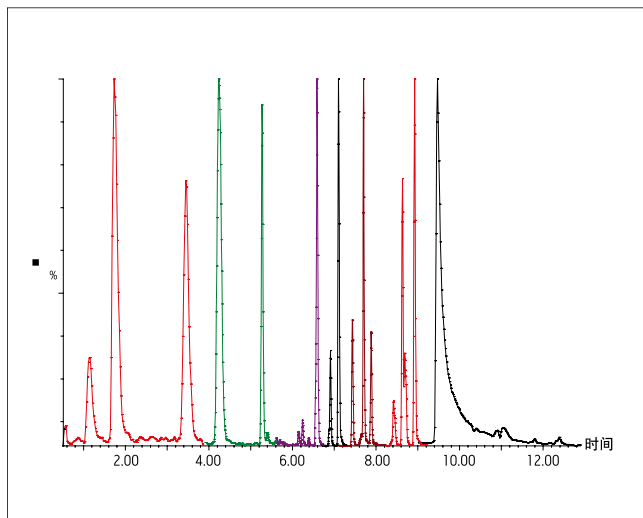


图1 总离子流图显示杏仁中二十五种霉菌毒素。进样浓度范围在1到50 纳克/毫升之间，相当于16到800 微克/千克。

图2 表示开心果中四种主要的黄曲霉素。当必须达到更低的浓度(如婴儿食品)时，可试用SPE柱制备样品，减少介质干扰，浓缩样品，提高灵敏度。

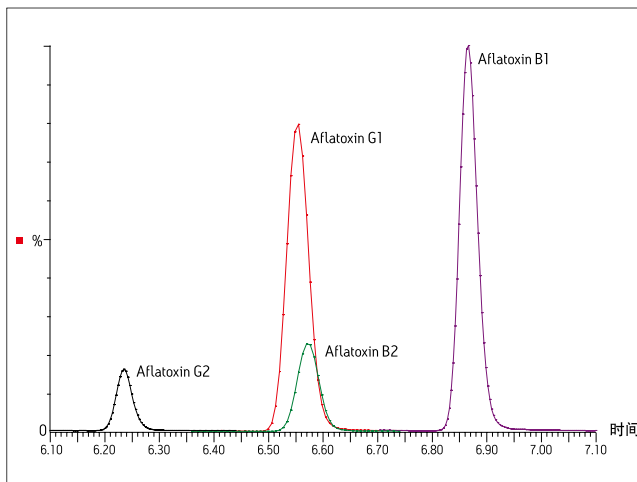


图2 色谱图显示开心果中四种主要的黄曲霉素，浓度1纳克/毫升，相当于16微克/千克样品浓度。

色谱图3 显示四种黄曲霉素标准样品，在溶剂中的浓度是0.0625纳克/毫升，相当于1微克/千克样品浓度。比欧盟法规1881/2006规定的黄曲霉素B1低两倍。

最小的峰，黄曲霉素G2的信噪比是5:1(峰与峰)。因此，TQD可以在欧盟规定的浓度水平检测所有四种黄曲霉素。

为本分析工作提供的黄曲霉素溶剂标准样品浓度范围在0.0625–1.0 纳克/毫升。由于样品提取方法采用十六倍稀释因子，这些数值相当于样品浓度范围1-16 微克/千克可食用果仁部分。

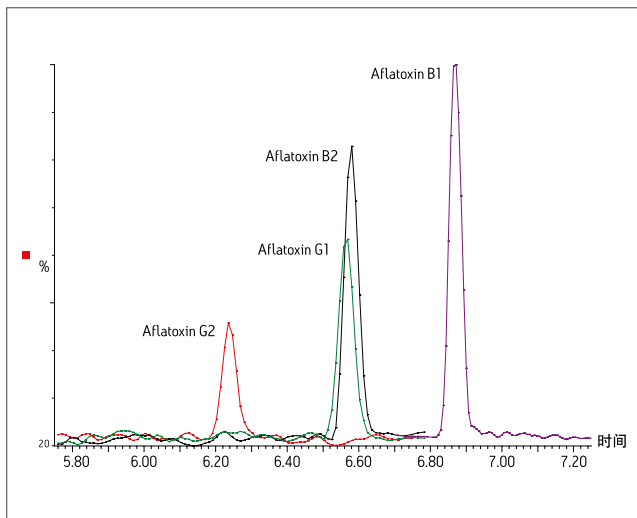


图3 色谱图显示四种黄曲霉素标准样品，在溶剂中的浓度是0.0625纳克/毫升，相当于1微克/千克样品浓度。

图4 是TargetLynx™ 应用管理软件界面，表示所有标准样品在正常值15%以内的浓度范围是如何获得线性关系的。

图中上部色谱图，一级MRM变换，用于定性，二级MRM变换(下部色谱图)通过离子比值确认。对于确认的判断，样品提取物的离子比值必须在相应校准进样20%域值之内。

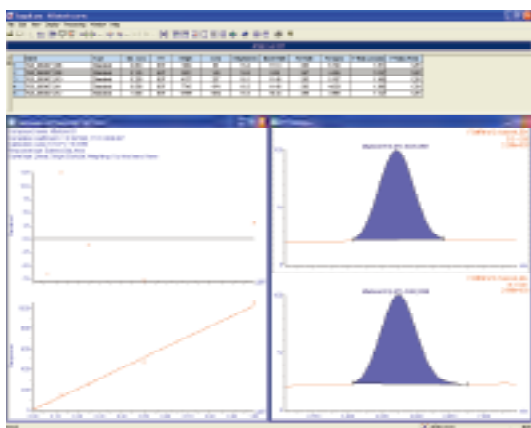


图4 TargetLynx 界面显示黄曲霉素B1校正曲线。黄曲霉素B1的提取离子流色谱图在相当于样品浓度2微克/千克条件下获得。

由于有限的样品提取体积，腰果样品重复进样十五次，用来评价确认的离子比值可靠性。图5显示整个分析过程离子比值的变化。所有进样都在20%域值之内，每种化合物的平均差异标注在图中页眉处。

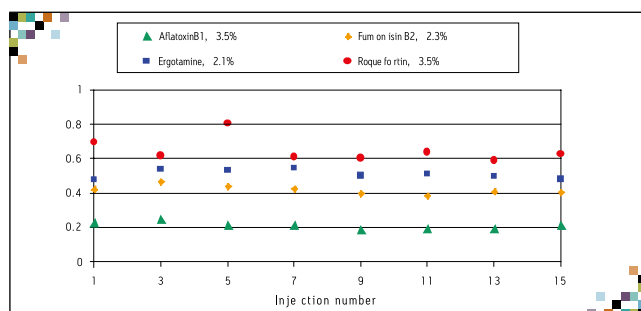


图5 图中显示腰果样品提取物重复进样十五次的四种霉菌毒素的确认离子比值。提取物进样浓度：黄曲霉素B1 0.125 纳克/毫升，麦角胺5 纳克/毫升，伏马毒素B2 和酪青霉毒素2.5 纳克/毫升(样品间交替空白进样)。

图6 显示峰面积在15次注射的稳定性，RSD对全部化合物都低于9%。

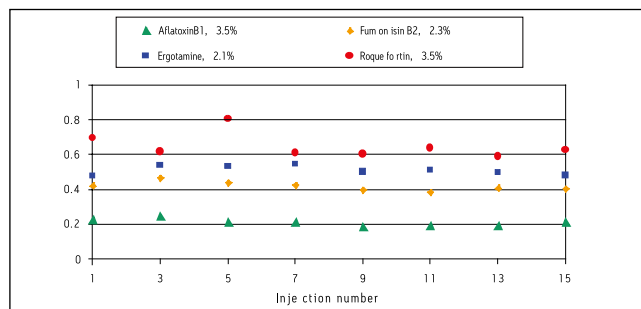


图6 本图显示腰果样品提取物重复进样十五次后，三种霉菌毒素的峰面积。提取物进样浓度为：青霉毒素2.5 纳克/毫升，三乙酰基脱氧雪腐镰刀菌稀醇 6.25纳克/毫升。

附录 1 ACQUITY TQD MRM参数

	MRM变换区间	典型离子比值	驻留时间(秒)	锥孔电压(伏特 V)	碰撞能量(电子伏特 eV)
黄曲霉素B1	313>285 313>241	0.21	0.03	50	23 37
黄曲霉素B2	315>287 315>259	0.45	0.03	50	26 30
黄曲霉素G1	329>243 329>283	0.51	0.03	40	25 25
黄曲霉素G2	331>245 331>257	1.0	0.03	50	30 30
赭曲毒素 A	404>239 404>358	0.9	0.03	31	19 14
脱氧雪腐镰刀菌稀醇(DON)	297>249 297>231	0.41	0.2	20	10 13
伏马毒素B1	722>334 722>352	0.87	0.03	50	40 38
伏马毒素B2	706>336 706>318	0.41	0.03	50	40 40
雪腐镰刀菌稀醇	313>295 313>175	0.09	0.2	13	8 20
蛇形菌素	367>307 367>289	0.19	0.03	15	10 10
H2毒素	467>305 467>245	0.23	0.03	10	9 9
HT2毒素	425>263 425>245	0.70	0.03	15	12 9

附录 1 ACQUITY TQD MRM参数(续)

	MRM变换区间	典型离子比值	驻留时间(秒)	锥孔电压(伏特V)	碰撞能量(电子伏特 eV)
3-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌稀醇	339>231 339>137	0.72	0.075	20	12 15
15-乙酰基脱氧雪腐镰刀菌稀醇	339>279 339>261	0.57	0.075	15	10 12
玉米烯酮	319>187 319>185	0.6	0.03	20	19 23
青霉酸	171>153 171>125	0.92	0.075	18	7 12
镰刀菌酮X	355>247 355>229	0.71	0.2	15	13 15
麦角胺	582>208 582>268	0.51	0.03	58	42 30
酪青霉毒素	390>193 390>322	0.64	0.03	30	28 19
贝塔玉米赤霉醇	323>305 323>277	0.07	0.03	15	7 15
阿尔发-玉米赤霉醇	323>305 323>277	0.07	0.03	15	7 15
桔霉毒素	251>205 251>2191	0.02	0.03	40	25 25
玉米赤霉烯酮	321>303 321>285	0.11	0.03	18	13 13
环匹阿尼酸	337>182 337>196	0.93	0.5	45	20 26
柄曲霉素	325>281 325>253	0.10	0.03	50	36 39

结 论

对人体产生严重危害的污染物，如黄曲霉素，赭曲霉毒素A和镰刀霉素可在ACQUITY TQD仪器上按照欧盟法规规定的水平和本方法进行定量。

通过两种MRM变换，用于确认的离子比值在本分析中结果稳定，这对于定量和确认工作非常重要。

本方法也适用于监测各种新出现的霉菌毒素。

本方法可以测定样品中多种污染物，对人类饮食中接触的危险化合物可以得到完整的画面。

多种霉菌毒素的测定方法终止了多次测定各种单一霉菌毒素方法的方式，无需重复分析。

对于考虑回报的实验室来说，超高效液相色谱UPLC显示出提高的分析速度，同时减少溶剂用量，因而减少了溶剂成本和废液处置。

致 谢

本文作者感谢荷兰阿姆斯特丹食品和消费者产品安全局提供所有标准样品溶液，特别是Elma Bobeldijk，提供了制备所有样品提取物供本项目分析。

参考文献

1. A de Kok, M. Spanjer, J Scholten, P Rensen, and G Kearney, Rapid Multi-Mycotoxin Analysis using ACQUITY UPLC and Quattro Premier XE, Waters application note no. 720001996EN.
2. Food And Agriculture Organization of the United Nations web site: <http://www.fao.org/>
3. Central Science Laboratory web site : <http://mycotoxins.csl.gov.uk>
4. US Food and Drug Administration (FDA) web site: <http://www.cfsan.fda.gov/>
5. VICAM web site: <http://www.vicam.com/products/mycotoxin.html>
6. ACQUITY UPLC/MS/MS for Multi-Mycotoxin analysis, Waters application posterno. 720002137EN.
7. M Spanjer, P Rensen, and J Scholten, Multimycotoxin analysis: The LC-MS approach, in: The Mycotoxin Factbook, Food & Feed Topics. Edited by D Barug, D Bhatnagar, H van Egmond, J van der Kamp, W van Osenbruggen, and A Visconti, Wageningen Academic Publishers, ISBN 90-8686-006-0, p. 249-269, 2006. http://www.wageningenacademic.com/books/factbook_contents.pdf
8. M Spanjer, P Rensen and J Scholten, LC-MS/MS Multimethod for Determination of 33 Mycotoxins After a Single Extraction and Validation Data for Peanut, Wheat, Corn flakes, Raisin and Fig, accepted for publication in Food Additives and Contaminants, 2007.
9. M Ventura et al: Ultra-performance Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry for the Simultaneous Analysis of Aflatoxins B1, G1, B2, G2 and Ochratoxin A in Beer. Mass Spectrom. 20: 3199-3204, 2006.



沃特世(Waters®) ACQUITY TQD

使用ACQUITY TQD分析婴儿食品中的农药残留

James Morphet 和 Peter Hancock
沃特世公司, 曼彻斯特, 英国

概要: 本文将评价沃特世公司串联四极杆ACQUITY® TQD 检测器分析婴儿食品中农药残留的适用性。极性转换, 不同驻留时间和离子比值稳定性也将被考察。

前言

欧盟2005-2007年残留物监测项目, 设置了涵盖各种食品, 包括婴儿食品中五十五种杀虫剂分析的需求。这些杀虫剂中的二十种适合多残留液相/质谱LC/MS分析; 只有一种在电喷雾模式有负极性, 一般来说需要两次进样(每个极性模式一次)。因此, 有负极性的化合物经常被监测项目排除。理想的情况是, 这些化合物应该在有极性转换的一次实验中完成鉴定。

分析杀虫剂残留的化学师面临越来越大的在一次分析中增加杀虫剂的监测范围的压力, 例如: 提高检测限, 测试精度和定量分析; 增加残留数据确认的可靠性; 提供更快的分析方法, 已及在保持或降低成本的同时减少有害溶剂的使用。为了满足这些要求, 多残留分析方法的化合物范围, 分析灵敏度, 分析效率和分析速度必须改进。

ACQUITY TQD检测器的引入使得科学家能从事超高效液相色谱UPLC对杀虫剂的分析, 增加了在利用这台串联四极杆仪器带给实验室的所有优越性。由于IntelliStart技术的引进, 减少了操作仪器的复杂性, 已及耗时故障排除和待机的负担。它占地面积小, 做为一种有效的分析工具取代了引进大型设备的需要, 为任何实验室都提供了绝对的优势。

实验方法

样品提取方法以前曾经报道。空白婴儿食品乙腈提取物和化合物的混合样乙腈溶液由英国约克中心科学实验室(CSL)提供。注射的样品是用加有标准样的婴儿食品。上清液按体积比1:9水稀释后在ACQUITY TQD上分析。

超高效液相色谱分析条件

液相色谱系统: 沃特世公司ACQUITY UPLC 系统

色谱柱: ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱,
2.1 × 50毫米, 1.7微米
柱温: 40°C
流速: 600微升/分钟
流动相A: 水

流动相甲醇

梯度: 时间 0 分钟 90% A
时间 4 分钟 100% B
时间 5 分钟 100% B
总分析时间: 7 分钟
注射体积: 20微升

质谱条件

质谱系统: 沃特世公司TQ检测器
离子化模式: ESI 正和负离子
转换时间: 0.02秒
毛细管电压: 2500伏
锥孔电压: 35伏
去溶剂气体: 氮气, 800升/小时, 400°C
锥孔气体: 氮气, 50升/小时
离子源温度: 140°C
数据采集: 多反应监测(MRM)
碰撞气体: 氩气 4.0 × 10⁻³ 毫巴

调节ACQUITY TQD使得母离子和子离子在半峰宽的分辨率为0.7道尔顿以内。本实验的杀虫剂残留物、多反应监测(MRM)、驻留时间、锥孔电压和碰撞能量列表参见附件1。标出红色的杀虫剂残留数据是在负离子模式下采集获得。

数据采集和处理方法

沃特世公司MassLynx™ 操作软件版本4.1 用于数据采集，TargetLynx™应用管理软件用于数据处理。

结果与讨论

所有化合物被成功分离。图1 显示所有化合物的总离子流图。

ACQUITY TQD的极性转换能力在比较两个共流化合物，环草定(负离子化合物)和甲拌磷砷(正离子化合物)时显示出来。图2所示每个峰十二个数据点的色谱图。两种化合物表现出良好的线性和相关系数(r平方)，如图3所示，扫描间极性转换使用时间为二十毫秒。

ACQUITY TQD的动态范围大于0.0005 到0.5 微克/毫升，这是一个相当于三个数量级的良好的定量实用工作范围，如图4所示。本实验中，动态范围扩展至从0.0005微克/毫升到2.5微克/毫升，相当于4.5个数量级。这样更宽的范围表示该仪器可在超越通常定量的范围工作。

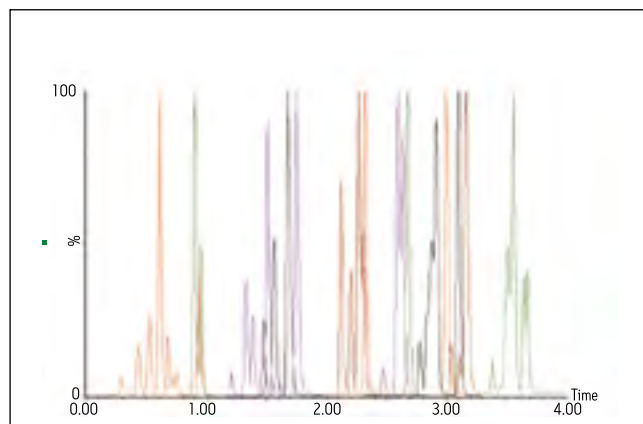


图1 所有杀虫剂正，负离子转换的总离子流图。

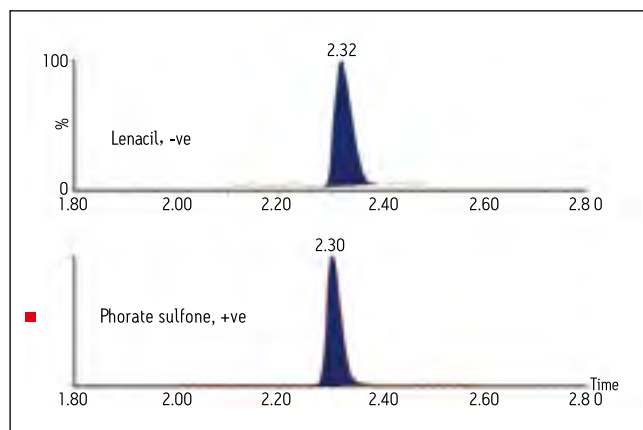


图2 两种同时流出化合物极性变换所获得的色谱图。

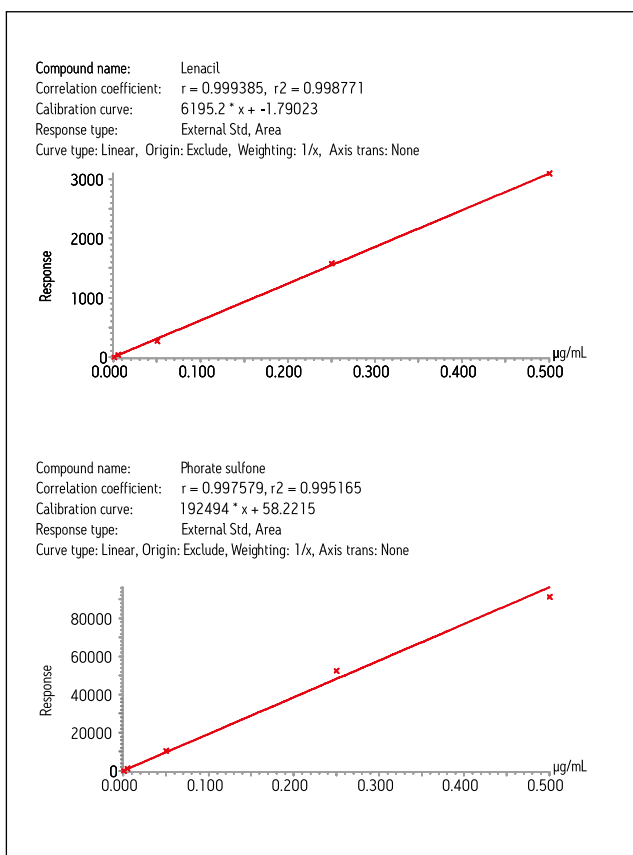


图3 水果型婴儿食品中环草定和甲拌磷砷极性转换时的校准曲线。

应用文集

ACQUITY TQD经连续一百次进样测试，以评价其对基质的耐用性。这项十二小时同批分析包括系列五个匹配标样，浓度从0.005微克/毫升到0.25微克/毫升，传递约200毫克基质。三种化合物的结果如图5所示，峰面积/浓度的比值与进样次数相关性。

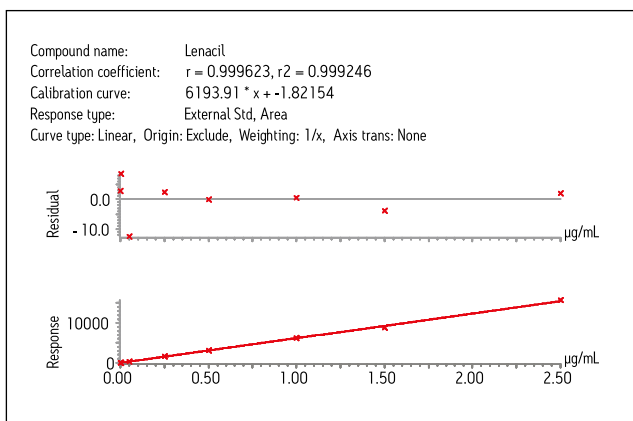


图4 水果型婴儿食品中环草定，浓度范围0.0005到2.5微克/毫升的校准曲线。

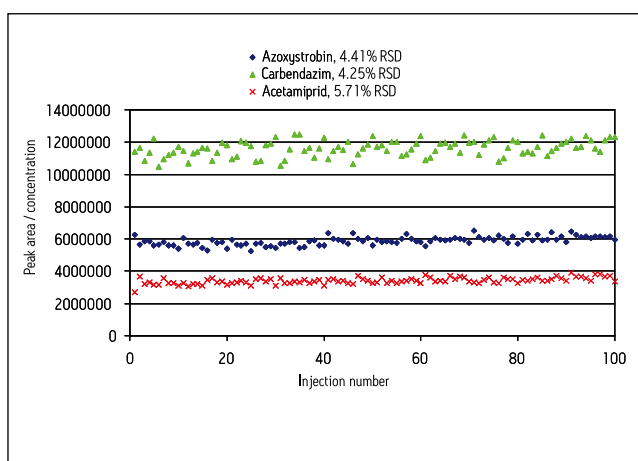


图5 ACQUITY TQD对水果型婴儿食品中三种化合物一百次进样的耐用性。

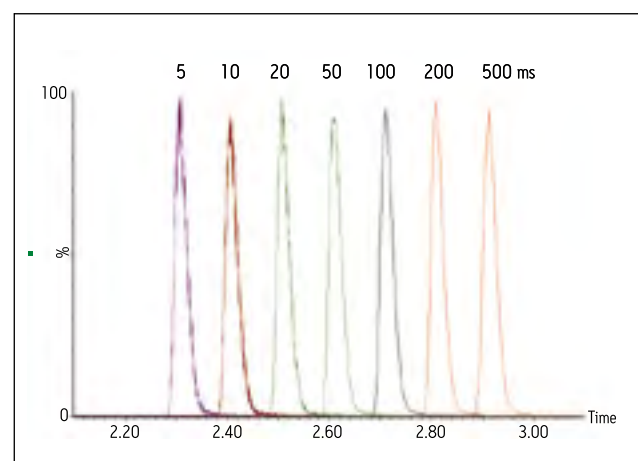


图6 ACQUITY TQD分析灭虫威0.05微克/毫升，表明驻留时间不影响信号强度。

在连续进样过程中，所有三种化合物表现优秀的相对百分比标准偏差(%RSD)，显示良好的仪器耐用性。

在多残留分析方法中，ACQUITY TQD的T-WAVE碰撞室由短的驻留时间测试。图6显示水果型婴儿食品中灭虫威的结果，浓度0.05微克/毫升。该样品连续进样七次，使用相同的多反应监测(MRM)变换区间，不同的驻留时间从5到500毫秒。数据显示信号强度在驻留时间范围内保持不变。随着驻留时间的减少，每个色谱峰的数据点从500毫秒的8个点增加到最短的5毫秒的二百二十个点。

TargetLynx被用来为每一种残留物提供自动定量和确认的MRM变换。图7是TargetLynx应用管理软件界面，显示添加浓度为0.01微克/毫升涕必灵至水果型婴儿食品后的分析结果。

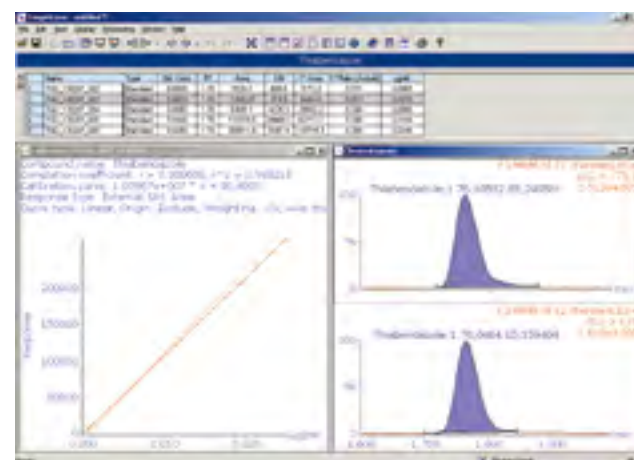


图7 TargetLynx浏览界面，水果型婴儿食品中灭虫威(0.01微克/毫升)的分析结果。

所有残留物在浓度为0.01微克/毫升时可以被筛查和确认。

每种化合物监测两个MRM变换。一级变换用于定量，二级变换用于确认目的。本方法中，对于确认的判断，所有其它注射样品的比值必须在相应标样20%限值之内。图8显示一百次进样中，三种化合物食品中浓度范围在0.005和0.25微克/毫升的离子比值。所有进样要求在 $\pm 20\%$ 界限之内，获得确证，平均差异在图上方表示。

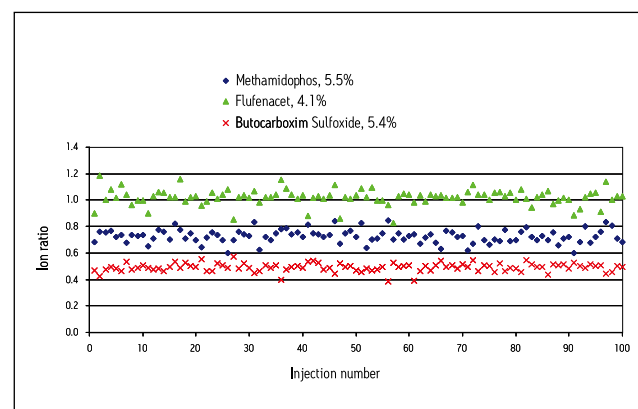


图8 图中显示100次进样的确认离子比值。

结 论

为测定五十二种杀虫剂，一种带有MRM极性转换的快速简单的超高效液相色谱UPLC方法被成功转换到ACQUITY TQD仪器上。其中，二十一种杀虫剂和七种代谢物被包括在欧盟2005-2007 残留监测项目中。

ACQUITY TQD仪器可进行非常快速的极性转换，允许正负，负离子化合物的分析在一次进样中完成。

使用很短的驻留时间五毫秒对信号强度没有影响，表明随着残留物数量的增加，灵敏度可维持不变。

ACQUITY TQD的耐用性，在仪器中传输约两百毫克食品后，经过一百次连续进样得到证明。

使用一百次连续进样的二级MRM变换得到确证，其变化范围在所有情况下小于20%。

致 谢

本文作者感谢英国约克中心科学实验室 (CSL)理查德福赛尔 Richard Fussell和迈克尔迪克森，提供样品提取物供本项目分析。

参考文献

- 1.1. AGROW Magazine 468(2005)9.
- 2.2. C.C. Leandro, P. Hancock, R. J. Fussell, B. J. Keely, J. Chromatogr. A 1144(2007)161-169. doi: 10.1016/j. chroma.2007.01.030/
- 3.3. Determination of Pesticides in Food using UPLC with Polarity Switching Tandem Quadrupole LC/MS/MS, Waters Application Note 720001995EN.

沃特世公司 ACQUITY TQD，带有TQ检测器



附录 1 ACQUITY TQD MRM参数

杀虫剂	保留时间	MRM 变换区间	驻留时间 (秒s)	锥孔电压 (伏特V)	碰撞能量 (电子伏特eV)
甲胺磷	0.43	142>94	0.015	28	14
		142>125			13
乙酰甲胺磷	0.53	184>143	0.015	22	8
		184>125			18
欧灭松(氧乐果)	0.6	214>183	0.015	26	12
		214>155			15
丁酮威砒	0.62	207>75	0.015	23	12
		207>132			6
涕灭威亚砒	0.68	207>89	0.015	22	14
		207>132			10
丁酮氧威	0.74	223>106	0.015	23	10
		223>166			7
丁醛肟威	0.76	223>86	0.015	29	12
		223>76			7
灭多威	0.88	163>88	0.01	21	8
		163>106			10
甲基异内吸磷亚砒	0.9	247>169	0.015	26	14
		247>109			28
派灭净	0.93	218>105	0.01	31	17
		218>79			36
磺吸磷	0.95	263>169	0.01	32	17
		263>121			17
吡虫啉(咪蚜胶)	1.2	256>209	0.01	28	16
		256>175			20
贝芬替	1.5	192>160	0.01	27	18
		192>132			30
甲硫威亚砒	1.32	242>185	0.01	28	13
		242>168			24
0,0-二甲基-S-(N-甲基氨基甲酰甲基)二硫代磷酸酯(乐果)	1.33	230>125	0.01	23	20
		230>171			15

杀虫剂	保留时间	MRM 变换区间	驻留时间 (秒)	锥孔电压 (伏特V)	碰撞能量 (电子伏特eV)
E-N' -[(6-氯-3-吡啶基)甲基]-N' -甲基乙酰胺(啉虫脒)	1.38	223>126	0.01	33	20
		223>56			15
1-氰基-N[(乙胺基)羰基]-2-(甲氧基亚氨基)乙酰胺(霜脍氰)	1.47	199>128	0.01	23	8
		199>111			18
甲硫威砒	1.47	258>122	0.01	28	20
		258>107			37
噻虫啉	1.55	253>126	0.01	34	20
		253>90			37
丁酮威	1.66	213>75	0.01	30	15
		213>156			10
涕灭威	1.69	208>116	0.01	13	7
		208>89			7
噻苯咪唑(涕必灵)	1.74	202>175	0.01	46	25
		202>131			32
加保利	2.1	202>145	0.01	24	10
		202>127			28
硫双灭多威	2.19	355>88	0.01	21	16
		355>108			16
甲拌磷亚砒	2.24	277>97	0.01	24	32
		277>143			20
甲拌磷砒	2.28	293>97	0.01	24	30
		293>115			24
环草定(负离子)	2.31	233>151	0.03	50	24
		233>107			32
谷速松	2.45	318>160	0.01	20	8
		318>261			8
利谷隆	2.56	249>160	0.01	34	16
		249>182			15
嘧菌酯	2.58	404>372	0.01	28	15
		404>329			30
灭赐克	2.61	226>169	0.01	22	28
		226>121			35
咯菌腈(负离子)	2.65	247>180	0.03	51	28
		247>126			35

杀虫剂	保留时间	MRM 变换区间	驻留时间 (秒s)	锥孔电压 (伏特V)	碰撞能量 (电子伏特eV)
异丙菌胺	2.84	321>119	0.01	21	18
		321>203			8
三唑醇	2.85	296>70	0.01	14	10
		296>99			16
益发灵	2.86	333>123	0.01	22	24
		333>224			10
环酰菌胺	2.87	302>97	0.01	35	25
		302>55			35
威—(— 化学名称24苯氧)基苯氧基乙基氨基甲酸乙酯(苯氧威)	2.87	302>88	0.01	21	20
		302>116			12
氟噻草胺	2.89	364>152	0.01	17	20
		364>194			10
二福隆(负离子)	2.98	309>156	0.03	20	11
		309>289			9
啉菌环胺	3.08	226>93	0.01	45	33
		226>108			25
甲基益发灵	3.09	347>137	0.01	19	28
		347>238			10
苯酰菌胺	3.13	336>187	0.01	25	24
		336>159			41
硫酸抑霉唑	3.15	297>159	0.01	36	20
		297>69			20
甲拌磷	3.19	261>75	0.01	11	12
		261>97			32
氟铃脲(盖虫散, 1-【3, 5-二氯-4-(1, 1, 2, 2-四氟乙氧基)苯基】-3-(2, 6-二氟苯甲酰基)脲)(负离子)	3.37	459>276	0.02	22	22
		459>175			39
3-氯-N(3-氯-5-三氟甲基-2-吡啶基)- α, α, α -三氟-2,6-二硝基-对-甲苯胺(氟啶胺)(负离子)	3.5	463>416	0.02	26	21
		463>398			17
伏虫隆;农梦特;1-(3,5-二氯-2,4-二氟苯基)-3-(2,6-二氟苯甲酰基)脲(负离子)	3.54	379>196	0.02	18	25
		379>339			15
氯芬奴隆(负离子)	3.56	509>175	0.02	22	40
		509>326			22
1-(α -(4-氯- α -环丙基亚苄基氨基氧)-对-甲苯基)-3-(2-二氟苯甲酰基)脲(氟环脲)(负离子)	3.64	482>156	0.02	34	14
		482>462			13
氟芬隆(负离子)	3.67	487>156	0.02	27	16
		487>487			22



沃特世超高效食品安全系统

从未有过的采集、分析、报告更多的结果，比以往更加有效
——专业的解决方案将革新您的实验室

为了满足日益严格增加的法规标准，食品测试实验室承担着各种食物基质中极低浓度水平的不同化合物的分析。为保证高效和严格法规遵从的实验室操作，大量数据必须被有效地管理并与政府的标准保持一致。

沃特世超高效食品安全系统特别为食品安全应用用户的技术挑战而设计，将创新的液相色谱/质谱/质谱仪(LC/MS/MS)、色谱柱消耗品、数据分析、信息管理软件和应用方法融合成完整的全面解决方案，以供广泛的食物污染物的鉴定。从样品制备到出报告一个系统可满足您实验室的多种要求。

沃特世提供实验方法、分离、检测、分析和数据管理的一整套完整解决方案。

终端对终端的解决方案可用来鉴定

- 杀虫剂
- 包括氯霉素在内的兽药残留检测
- 霉菌毒素
- 海产生物毒素
- 苏丹红

实验证明的应用方法可用于各种污染物的分析

方法CD光盘包括沃特世公司MassLynx™软件，带有操作参数的质谱文件分析诸如生物毒素、霉菌毒素、硝基呋喃和杀虫剂等污染物。此外，CD光盘还提供应用文集，详细介绍从样品制备到数据解析的完整污染物分析方法。

更快的分离和更多的信息

为保证更有效的分离，超高效食品安全系统采用ACQUITY®超高效液相色谱(UPLC®)技术。超高效液相色谱(UPLC)使用小于两个微米的耐压色谱柱颗粒和高压流路模块，非常容易和高灵敏度的光电二极管阵列检测器相联。相比传统的高效液相色谱HPLC，超高效液相色谱UPLC分析获得两倍的色谱峰分离度、高至三倍的灵敏度和九倍的速度的提高 – 最终拥有样品高通量，从而使得分析成本显著地降低。

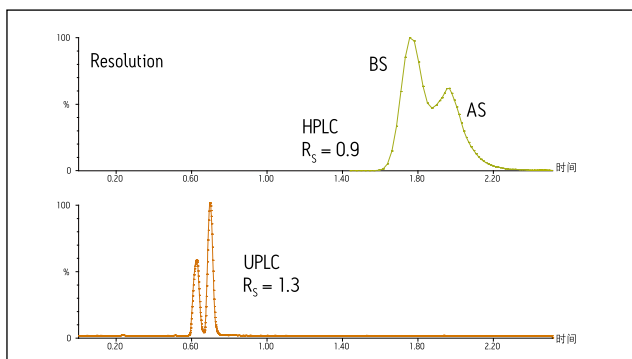


图1 用加快高效液相速度的方法会导致分离度的降低。分离度对分析结构异构体非常关键，如丁酮威亚砷(BS)和涕灭威亚砷(AS)。即使分析时间缩短，超高效液相色谱UPLC仍可提高分离度。

在定量分析中无可比拟的灵敏度

为了获得更精确和更可靠的分析结果，超高效食品安全系统用沃特世公司Qutro Premier™ XE串联四极杆质谱做为检测器来检测化合物。Qutro Premier XE为您带来微量污染物监测的最高灵敏度以及分析复杂基质时的更大选择性。利用快速数据采集速率和二十毫秒内同时分析正负离子化合物的能力，您可以在更短的时间完成分析实验并覆盖更大范围的化合物。在分析杀虫剂上使用超高效液相色谱/质谱/质谱(UPLC/MS/MS)，比高效液相色谱/质谱/质谱(HPLC/MS/MS)减少75%的分析时间。

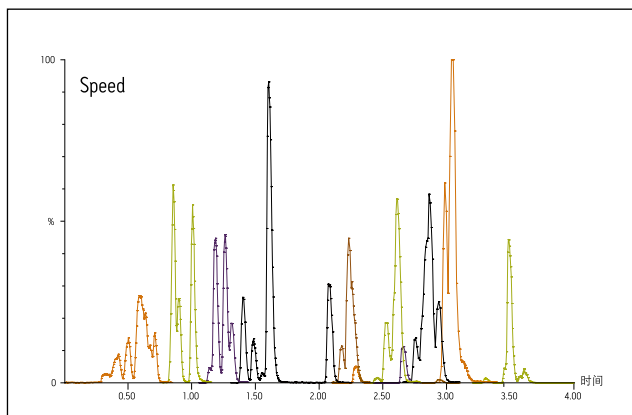


图2 使用超高效液相色谱/质谱/质谱(UPLC/MS/MS)，五十二种杀虫剂残留(真实样品)在四分钟之内被定量和确认。相比较，传统的HPLC分析时间需要20多分钟。

自动化的质量认证数据分析

沃特世的MassLynx™ 和TargetLynx™ 软件通过自动实现数据采集、处理和报告定量质谱数据功能，提供超高效食品安全系统高级控制软件。一系列确认检查可以鉴定用户定义范围或法规限制以外的样品，实现法规遵从。上千次计算和比较自动完成改善实验室流程。

自动归档、查找、备份关键信息

沃特世的NuGenesis® 科学数据管理系统(SDMS)从超高效食品安全系统和您实验室的任何其它仪器上自动捕集和报告原始数据 - 这些信息被储存和检索在数据库中。SDMS可以减少质量认证数据的人工抄写，无需打印大量纸上报告 - 减少误差和大量纸张文件的成本。

此外，SDMS将自动连接任何计算机上网，备份增加有价值的文件。数据文件可被检索并自动移动到网络中安全的储存位置，如果需要可立即恢复。设定后，无需用户干涉，SDMS就可被定时地在不繁忙的网络时段内工作。

储存容量可多至两百五十万液相色谱/质谱/质谱LC/MS/MS文件。

成功案例

沃特世公司超高效食品安全系统为高通量食品检测实验室带来真正的影响。英国的农业食品和生物科学研究院(AFBI)，测试动物来源食品的残留，在使用了该套系统后，意识到系统的显著优势，包括：

- 分离时间减少五倍——相比传统的高效液相色谱HPLC方法提高通量
- 减少溶剂使用量
- 显著缩短方法开发时间
- 自动质量认证计算保证法规遵从
- 减少上千页纸张报告的消耗

订单信息

- ACQUITY UPLC 核心系统
- ACQUITY UPLC 色谱柱，三个包装，C₁₈，2.1 × 50 毫米
- ACQUITY UPLC 色谱柱，三个包装，C₁₈，2.1 × 100 毫米
- ACQUITY UPLC光电二极管检测器PDA
- 合并包装(100)液相色谱/质谱认证样品瓶
- Quattro Premier XE 质谱仪
- SCROLL PUMP XDS35i BROADBAND 泵
- MassLynx 版本 4.1 M55 和XP Quattro Premier XE
- 二十英寸液晶显示器
- TargetLynx版本4.1
- SDMS版本7.1 应用服务器(五个用户)包*
- 方法CD光盘

*包括IMS服务器，SDMS版本7.1数据库服务器，五个用户使用授权和三天验证，使用户可以安装、连接和熟悉带有MassLynx的SDMS，和一年软件维护证书。

超高效食品安全系统



沃特世公司推出新一代可升级的SYNAPT平台， 扩大质谱仪界限

新一代SYNAPT MS质谱系统是唯一的HDMS-ready的质谱仪， 以满足现在和未来的需求

2008年1月21日，马萨诸塞州米尔福德——沃特世公司(股票代码NYSE: WAT)于今日发布沃特世公司SYNAPT™ MS 质谱系统，新一代四极杆正交加速(oa)飞行时间(Tof)质谱(MS)系统。SYNAPT MS质谱是沃特世公司提高生命科学和药物发现与发展研发流程决策的关键部分。

此外，SYNAPT MS 质谱系统是唯—可升级成SYNAPT High Definition MS™(HDMS™)质谱系统的平台，因而也是唯—可以使得研究人员在分析基于质量分离的样品的同时，还可分析基于尺寸，形状和电荷数分离的样品，最终提供新的能力帮助他们达到和超过预期目标。

“自信的样品鉴定，详细解析并增加生产力是基于智能化质谱解决方案的生物医学应用领域的主要要求，这些领域包括蛋白组学、代谢组学、生物标记物发现/认证和药物研发等”沃特世公司质谱运营副总裁Brian W. Smith布莱恩W史密斯说。“通过设计特殊应用系统解决方案，帮助客户加速和改善实验室分析质量，达到推进研究水平减少上市时间，新型SYNAPT MS质谱满足这些要求。”

SYNAPT MS 质谱是沃特世公司系统水平解决方案的核心组成——融合超高效液相色谱ACQUITY UltraPerformance LC®(UPLC®)分离，精确质量MSE 数据采集和“化学智能”MassLynx™ Informatics信息学的设计——从复杂生物样品中生成高质量，完整的数据，对结果有最大的自信心，使科学家做出基于更多数据下的决定。

SYNAPT MS 质谱系统同时提供无可比拟的适用性和灵活性。例如，装有基质辅助激光解析离子源MALDI的SYNAPT MS 质谱系统让研究人员从事MALDI 成像研究，主要以高特异性和高灵敏度测定生物组织中药物，代谢物和肽的空间定位。这就使得在药物发现阶段有更多的候选物经过评价，为下一步的开发，更严格地选择化合物。

“SYNAPT MS 质谱系统一个独特的方面是‘HDMS-ready’。我们用户将可以在为达到今后目标需要更强大解决方案时，升级该系统，使用High Definition MS 离子淌度功能，有效地证明了他们实验室的持久能力。”史密斯补充道。

沃特世公司SYNAPT HDMS质谱仪

为勇于挑战常规质谱能力的研究人员而设计，进一步解

析和定义样品——SYNAPT High Definition 质谱系统，提供独一无二的性能。

采用沃特世专利TriWave™ 技术，SYNAPT HDMS 质谱系统将高效，基于离子淌度的测量和分离与高性能四极杆，飞行时间质谱相结合。SYNAPT HDMS 质谱系统，可按质量，尺寸，形状和携带电荷数区分样品，为研究人员提供常规质谱力所不能及的特异性信息。

最近，总部在瑞典的生物技术公司Medivir A.B公司 选择了沃特世SYNAPT HDMS 系统加强其蛋白酶抑制剂领域的药物发现研究能力，最终有助于疱疹病人，丙型肝炎病人，艾滋病病毒携带者，骨质疏松症，关节炎和高血压患者。“该仪器的灵敏度显著高于平均四极杆Q-TOF的水平，为我们带来更完全的代谢物分析数据，”分析化学部高级研究科学家Kurt Benkestock谈到。他参与Medivir公司的许多研究项目。“有一段时间，我们依赖外部资源为我们提供所需信息。现在拥有SYNAPT HDMS 系统，我们能够在自己的实验室内采集数据，更快地使候选物进入开发阶段。”

另外，利兹大学爱斯布理结构分子生物学中心使用最近购买的沃特世公司SYNAPT High Definition MS(HDMS) System质谱系统，在美国质谱协会杂志上发表了蛋白研究的成果。利兹的研究人员描述了对几种蛋白，如细胞色素C和贝塔-2-微球蛋白，的成功分离和分析，Ashcroft实验室希望该成就可以通向对某些生物过程的完全了解，如淀粉纤维形成，细菌纤毛集结以及病毒衣壳的装配，这些过程都与衰老症有关，包括老年痴呆症，疯牛病和帕金森氏综合症。

最后，加利福尼亚大学，戴维斯分校，最近宣布目前使用SYNAPT HDMS 质谱系统研究真核细胞翻译过程，其中在人40S核糖体上信使核糖核酸RNA 被翻译成蛋白质，为了更多理解传染性疾病，如丙肝，脊髓灰质炎，是如何传至人体的。

在2007年匹茨堡大会(PITTCON®)上，沃特世公司SYNAPT High Definition MS 离子淌度质谱系统荣获匹茨堡大会最佳新产品金奖，以及仪器商业展望通信的最佳新产品最高奖。如欲获取更多关于沃特世公司SYNAPT High Definition MS 质谱仪的详情，请浏览网站 www.waters.com/HDMS。

沃特世公司发布用于HPLC和ACQUITY UPLC系统的SystemsQT验证工具

用精确、自动和全局性的测试简化验证过程

2007年11月14日，马萨诸塞州米尔福德——沃特世公司(NYSE: WAT)于今日发布了一个新的系统验证工具——SystemsQT™，为在Empower® 软件环境中工作的沃特世 HPLC 和沃特世 ACQUITY 超高效LC® (UPLC®) 系统的验证提供支持。相比传统的、基于纸张的验证方法，这个SystemsQT验证工具大大减少了进行法规遵从性测试的时间，并为仪器、软件以及接口设备的运行提供了高度的保证，满足了数据在一致性和可追溯性方面的要求，完全能够满足监管部门和其他机构最严格的要求。

SystemsQT验证工具采用针对系统全局的测试方法，提供了更加准确、可以反映系统全局的指标，同时提供了安全的、在线的验证数据存贮，使得数据访问和追溯更加方便。通过缩短仪器验证时间，相比传统的方法，SystemsQT验证工具可以提供最大化的系统运行时间。这个工具去除了绝大多数的手工计算，减低了数据传递错误发生的机率，测试更快也更简单。与传统的、基于纸张的验证方法相比，SystemsQT工具平均可以将因为验证而造成的停机时间缩短40%。

“在受法规监管的领域里，将停机时间降到最低，以及提供可以经得起审计的数据以符合甚至超过法规要求，是客户要求自动化的、针对系统全局的验证工具的主要原因。”沃特世全球服务部门市场总监Bruce Ryan说，“SystemsQT工具为我们的客户提供了最佳的费用和时间效率，以及他们一直要求的数据追溯功能。”

采用全局系统测试的方法，SystemsQT工具对整个色谱系统的原始配置进行测试，避免了对单个系统模块的测试。这种方法提供了更加精确的、反映整个系统法规遵从性方面的指标，同时也缩短了停机时间，使验证过程更快，也更容易。

50年来，沃特世全球服务部门一直致力于通过提供更好的服务、支持和培训来优化沃特世的产品。沃特世的工程师和培训指导人员有着深厚的和最前沿的关于最新科技的知识——这些最新科技也是沃特世产品的基础，使得他们能够帮助您使系统运行时间最大化、提高实验室的效率、提高产出、加快产品上市的速度以及符合法规的要求。



沃特世科技（上海）有限公司

地址：上海市浦东新区张东路1387号
41栋01室

邮编：201203

电话：021 - 6879 5888

传真：021 - 6879 4588

北京分公司

地址：北京市朝阳区八里庄西里98号
住邦2000商务中心3号楼22层

邮编：100025

电话：010 - 8586 8899

传真：010 - 8586 7099

广州分公司

地址：广东省广州市流花路
中国大酒店商业大厦406 - 407室

邮编：510015

电话：020 - 8626 6678

传真：020 - 8668 6217

沃特斯中国有限公司

地址：香港九龙柯士甸道102号901室

电话：852 - 2964 1800

传真：852 - 2549 6802

免费售后服务热线：

800 (400) 820 2676

www.waters.com

www.waterschina.com

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™



©2008 沃特世公司。中国印刷

2008年3月 86GN00008CN

沃特世公司版权所有。