

采用大体积进样提高水样中农药检测的灵敏度

Lauren Mullin、Gareth Cleland 和 Kendon Graham

目的

验证使用沃特世UNIFI®的农残筛查平台，通过大体积进样，可提高检测灵敏度。

背景

质谱技术的进步，使得分析方法的检测限不断降低，推动了许多有关环境和食品中痕量污染物的研究。通常情况下，亚ppb级的污染物水平分析，首选串联四极杆质谱，但这只使用与目标物的分析方法。使用Waters® Xevo® G2-S QTof可轻松实现对ppb级已知和未知化合物的筛查。然而，如果我们增大样品进样体积，还可进一步提高灵敏度。结合Xevo G2-S QTof的高精确质量数准确度 (<3 ppm) 在低浓度水平下进行筛查实验，对许多环境分析具有较高的实用性。而仅依靠MS/MS，是无法得到未知物或大量污染物的分析结果的。

解决方案

在ACQUITY UPLC® I-Class系统上安装100 μL扩充定量环，可增大样品体积。本研究中使用两种不同水样，即瓶装饮用水和本地自来水。

使用100 μL大体积进样，可使水基质农药加标检测的LOD和LOQ达到亚ppb级。

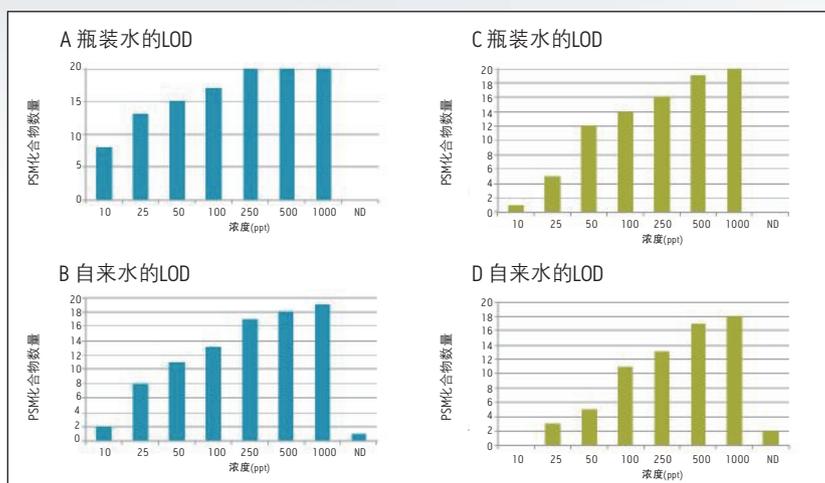


图1. 在瓶装水 (A和C) 和本地自来水源 (B和D) 中在指定浓度下具有LOD (A和B) 和LOQ (C和D) 的农药筛查混合物 (PSM) 数量。

校准曲线由10至1000 ppt范围内的7个点构成，通过添加沃特世农药筛查混合物(PSM)而制得。这种经认证的标准混合物包含20种农药，它们具有不同的极性，分属不同的化学类别。在进样之前，用0.45 μm PTFE过滤器过滤自来水样品。由于之前观察到瓶装饮用水是洁净的并且对此处所研究的农药没有基质效应，因此瓶装水未经纯化而直接进样。在此处未展示的先前实验中，通过比较过滤前和过滤后基质中农药的加标响应，对过滤器上保留性能进行评估的结果表明PTFE过滤器适用于这些化合物。在图1中，根据各自的峰间信噪比 (S/N) (LOD的S/N为3，LOQ的S/N为10)，计算出20种农药的检测限 (LOD) 和定量限 (LOQ)。如图1所示，在瓶装水中检测20种农药时的灵敏度比在自来水中高，极

有可能是因为自来水基质的复杂度较高。图2显示了用UNIFI计算农药氯麦隆S/N的结果。本实验还研究了这些化合物的线性，在这些化合物的校准系列中至少有5个点超过了LOQ。结果显示于表1中。

总结

使用沃特世基于UNIFI的农残筛查平台，在较大进样体积下进行检测时，可有效分析水样中痕量污染物。

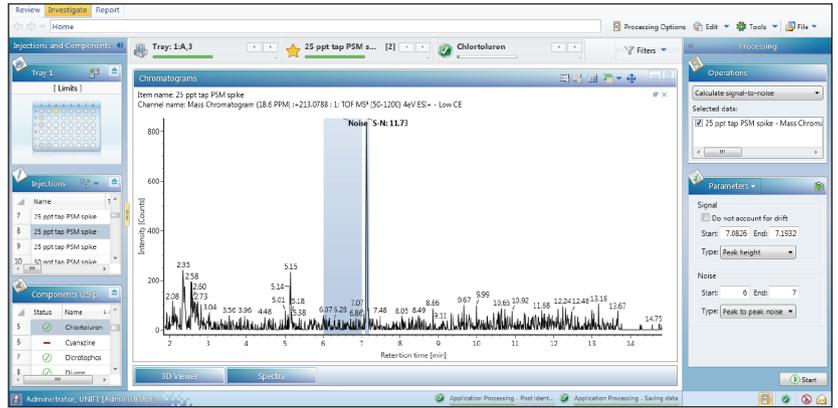


图2. 使用UNIFI测定自来水中浓度为25 ppt的氯麦隆的S/N; S/N > 10时, 可通过实验确定自来水中氯麦隆的LOQ。

	瓶装水			本地自来水		
	R ₂	LOD (ppt)	LOQ (ppt)	R ²	LOD (ppt)	LOQ (ppt)
高灭磷	NA	250	500	NA	250	500
阿特拉嗪	NA	25	100	NA	25	100
脱乙基阿特拉津	0.994	25	50	NA	50	100
噻嗪酮	0.996	25	50	NA	1000	ND
氯麦隆	0.998	10	25	0.995	10	25
草净津	NA	50	100	NA	500	1000
百治磷	0.999	10	10	NA	250	500
敌草隆	0.998	10	25	0.998	25	25
丁苯吗啉	NA	250	1000	NA	ND	ND
环嗪酮	0.997	10	25	NA	25	100
利谷隆	0.999	25	50	NA	50	100
甲胺磷	NA	100	250	NA	250	500
灭多威	NA	100	500	NA	250	500
秀谷隆	0.998	10	50	0.991	25	50
异丙甲草胺	0.999	10	50	0.986	25	50
甲氧隆	0.999	10	25	0.999	10	25
绿谷隆	NA	50	250	NA	50	250
另丁津	0.998	10	50	NA	25	100
西玛津	NA	250	500	NA	100	250
特丁津	0.998	25	50	NA	100	100

表1. 瓶装水和自来水中20种农药的分析结果。此处列出了PSM化合物的R²值, 据观察, 在两种水中均至少有5个点超过了LOQ。通常, 即便是由于基质效应而导致在自来水中观察到仅较少农药有5个数据点超过LOQ, 其仍表现出良好的线性(R²>0.99)。

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

沃特世中国有限公司
沃特世科技(上海)有限公司

Waters、ACQUITY UPLC、Xevo、UNIFI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。

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

©2013年 沃特世公司。印制于中国。
2013年9月 720004790ZH TC-PDF

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

