



安捷伦液相 / 离子阱质谱联用仪 检测食品中低浓度的西维因

液相 / 离子阱质谱
应用简报 5980-0332CHCN



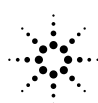
前言

食品和饮料中的农药可以影响人类的健康。食品萃取物中的组份有很多种，某些可能与目标化合物的保留时间相同而带来干扰。本文利用液相 / 离子阱质谱分析检测食品中的农药及除草剂。

对于食品萃取物中的氨基甲酸酯类化合物，如西维因，用液相 / 离子阱质谱仪来检测，而以前是用荧光(检测)来分析的¹⁻³。但是荧光分析方法有以下几个不足，(1)

需要耗时的柱后衍生化；(2)由于缺乏特定性，而可能产生假阳性；(3)样品制备时间长；(4)检测限有限；(5)由于只能保留时间，因此结果缺乏定性信息。

本实验的目的是建立检测食品中低至ng/g水平的西维因的方法。由于液相 / 离子阱质谱联用仪的高灵敏度，高质谱 / 质谱选择性的特点，因此可以对食品中低含量的西维因进行定性和定量分析。



Agilent Technologies

Innovating the HP Way

实验条件

食品和饮料中的农药对人有着重要的作用。为了更好地评估来自规定食品摄入量作用，采集 24 小时的食物样品，均质，然后分析。一定体积的均质样用以下九个步骤来完成：(1)用醋酸锌进行酸性沉淀；(2)用草酸钾干燥；(3)硫酸钠；(4)索氏抽提；(5)溶剂交换；(6)液-液萃取；(7)凝胶过滤色谱；(8)最后溶剂交换及(9)浓缩到乙腈。

表 1. 分析方法

色谱柱:	Zorbax XDB-C ₈ , 250 x 4.6 mm,
流动相:	A = 95% 水: 5% 乙腈, 0.1M 醋酸铵, 0.1% 醋酸 B = 40% 水: 60% 乙腈, 0.1M 醋酸铵, 0.1% 醋酸
梯度:	梯度 20% B 10 分钟, 在 30 分钟内至 100%B, 保持 11 分钟
流速:	1 mL/min

LC/MS/MS 是在 1100 液相 / 离子阱质谱(LC/MSD Trap)上进行的。使用正离子电喷雾电离源(ESI)的模式分析西维因，MS/MS 提供了特征碎片信息，为确定是否存在西维因提供了依据。

结果与讨论

复合食品样品的萃取物中含有许多化合物(如图 1 所示)，可能会有在与目标化合物相同保留时间的干扰物。液相 / 质谱 / 质谱(正离子电喷雾电离源)在全扫描模式下，对于西维因的检测灵敏度比其它的质谱仪，如单级

四极杆高 20 至 30 倍，同时还可以检测食品样品萃取物中的非目标化合物。利用 MS/MS 的高选择性可以先选择母离子， $[M+H]^+$ ，然后得到其子离子， m/z 145 (如图 2 所示)。下面的分析将以 m/z 145 为定量离子。

在这类食品中西维因的检测限是 1 ng/g，而定量限(LOQ)是 10 ng/g，其信噪比为 40:1(如图 3 所示)。以 m/z 145 为定量离子，浓度范围从 1–1000 ng/g，其校正曲线的线性相关性为 0.994。LC/MS/MS 对于西维因的定量限比液相 / 荧光检测器方法低 12 倍以上。LC/MS/MS 对于西维因的定量限是 1–10 ng/g，而液相 / 荧光检测器方法的定量限是 120 ng/g。

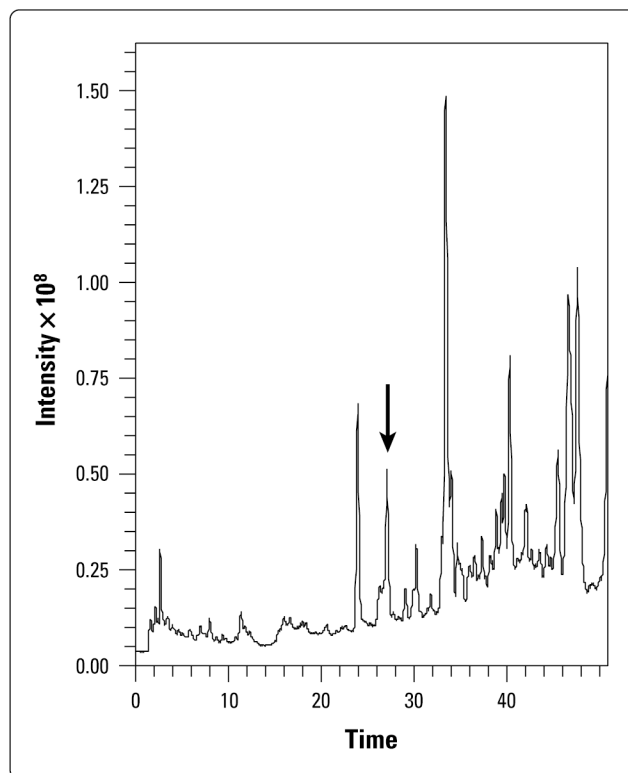


图 1. 液相 / 离子阱质谱联用仪分析食品中的西维因

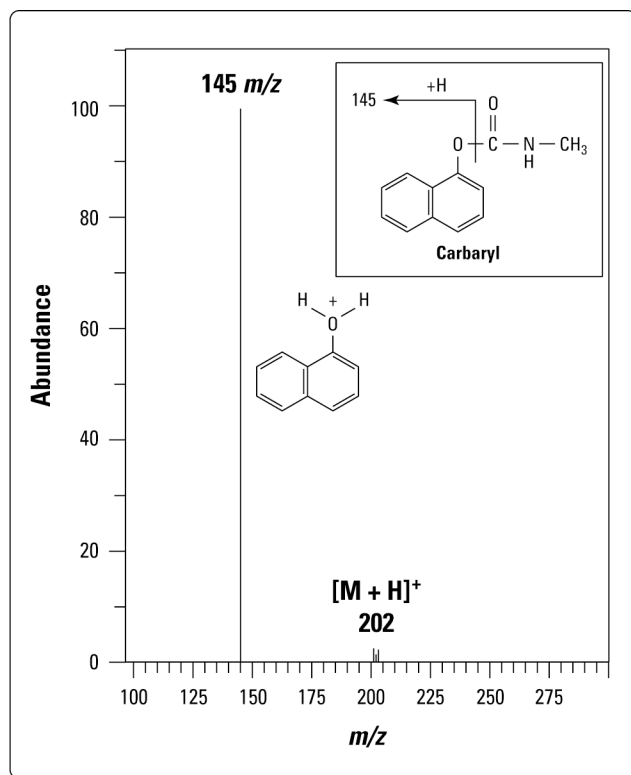


图2. 液相 / 质谱 / 质谱分析食品中的西维因, 选择 $[M+H]^+$, m/z 202 为母离子, 进行质谱 / 质谱分析得到的子离子谱图, 碰撞电压是 20 V, 20 ms

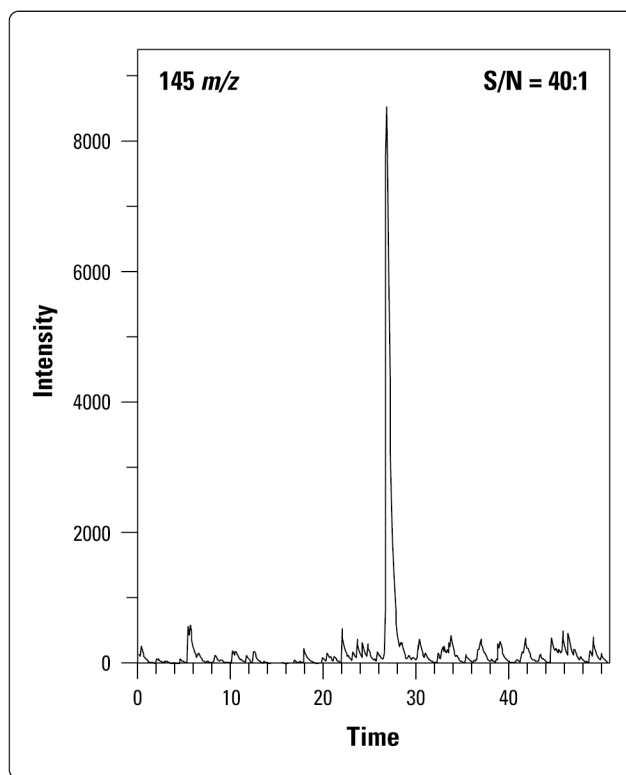


图3. 真实样品定量检测限水平上(LOQ, 10 ng/g), 子离子, m/z 145 的萃取离子流图

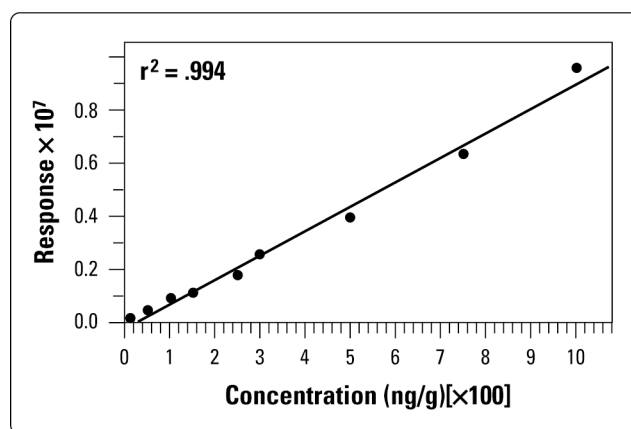


图4. 以 m/z 145 为定量离子, 浓度范围从 1 - 1000 ng/g 的校正曲线

液相 / 质谱 / 质谱(离子阱)分析方法发现, 在液相 / 荧光检测器方法有假阳性(5 $\mu\text{g/g}$ 西维因)。液相共流出化合物也进行了柱后衍生化反应, 但是其分子量不同 (m/z 213, 不是西维因的 m/z 201), 干扰物的子离子质谱图如图5所示。根据干扰物的质谱 / 质谱图, 可以推断出它的结构, 如图5所示。

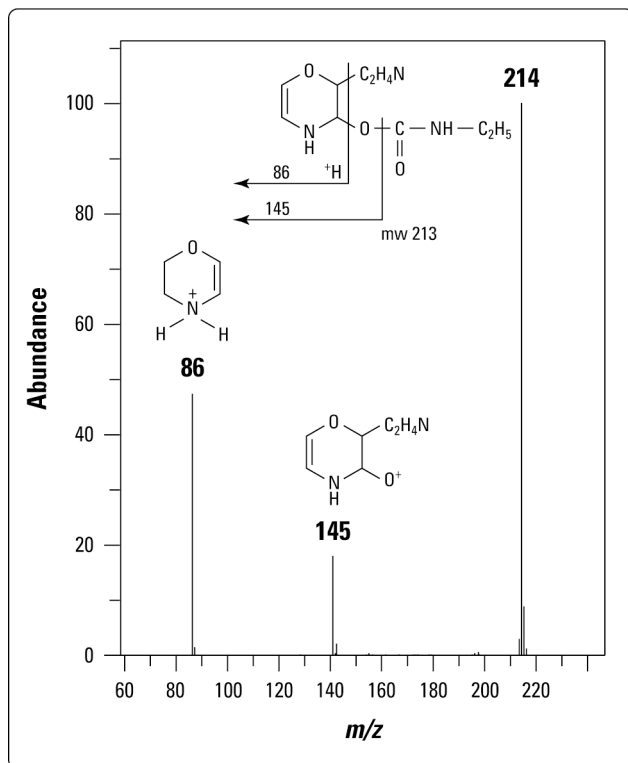


图 5. 共流出干扰物的 HPLC/MS/MS 质谱图，若用液相 / 荧光检测器方法会出现假阳性结果

结论

安捷伦 1100 LC/MSD Trap 可以有效地检测食品中的农药及除草剂等残留化合物。本方法可以对食品样品萃取物中的西维因进行定性和定量分析，其检测灵敏度可达 1 ng/g 水平。

参考文献

1. Forest, D.L., U. S. Environmental Protection Agency, Method 531.1. *Measurement of N-Methylcarbamoyloximes and N-Methylcarbamates in Water by Direct Aqueous Injection HPLC with Post Column Derivatization*, Revision 1.0 (1985).
2. Engels, T., National Pesticide Survey Method 5, Revision 2.0 (1987).
3. Graves, R. L., Method 531.1, Revision 3.0 (1989).

致谢

This work was supported by EPA contract No. 68-C5-0011.

作者

Dr. Jeff Kever is a research associate at Research Triangle Institute, Research Triangle Park, NC.

Ken Imatani is a product manager and **Paul Goodley** is a senior applications chemist at Agilent Technologies, Palo Alto, CA.

www.agilent.com/chem

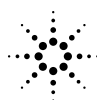
安捷伦科技公司对本材料可能存在的错误或装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。

本资料中的信息，如有改变，恕不另行通知。

安捷伦科技公司版权所有 ©, 2001

2001 年 11 月 28 日中国印刷

出版号: 5980-0332CHCN



Agilent Technologies

Innovating the HP Way