

对污水污泥中的环境污染物同时进行 靶向定量和疑似物筛查

Agilent 6546 LC/Q-TOF

作者

James S. Pyke
安捷伦科技有限公司
Santa Clara CA USA

Gabrielle Black
美国加州大学戴维斯分校

Kai Chen
安捷伦科技有限公司
Santa Clara, CA, USA

Tarun Anumol
安捷伦科技有限公司
Santa Clara, CA USA

Thomas M. Young
美国加州大学戴维斯分校

摘要

环境污染物列表内容不断增加，法规也日益严格。各种环境监管机构都需要快速、准确且高灵敏度的分析工具。环境实验室经常遇到需要进行一系列分析的样品：从高毒性污染物的痕量分析（以保护生态系统），到筛查庞大的新型污染物（常规生产并超出预期使用期限持久存在）库。目前已经针对数据采集、定量分析和报告结果制定了相应的技术和程序，通常使用靶向 LC-TQ 技术。但监测日益增加的新型环境毒物列表仍在不断向环境科学家们发起挑战。

本应用简报使用 Agilent 6546 LC/Q-TOF MS 系统评估定量分析和筛查的综合工作流程。6546 同时具有扩展动态范围和高质量分辨率功能，还具有无与伦比的采集速率。该工作流程结合安捷伦个人化合物数据库和谱库 (PCDL) 中经过高度优化的 MS/MS 谱图和保留时间，以及更新的 MassHunter 定量分析软件，可同时进行无缝靶向定量与疑似物筛查。软件增强功能和硬件功能可快速简化受监管化合物的定量分析，同时根据一次进样即可筛查数千种新型污染物。

前言

污水污泥是一种由许多化合物浓缩而成的复杂混合物，大多数情况下将其处理后用于农田应用。对农田应用的污水污泥而言，对来源于消费品的持久性有毒化学物质所进行的监管监测有限。然而，许多上述化合物的毒性值仍属未知，这表明需要研究并减轻排放下游生态系统影响的风险。问题在于随着可用的产品越来越多，毒物及其转化产物的列表也在不断增加。对上述化合物进行广泛筛查可以更全面地了解来源于消费品的高度持久性化学物质，以及使用稳定的废物处理技术无法去除这些化学物质时对下游的影响。

内分泌干扰物是对生物系统（受激素控制）具有干扰作用的化学物质，因此在污水处理厂的工艺流程中进行监测。目前更新了规定污水污泥中内分泌活性有机环境污染物分析的分析方法^[1]，以充分利用 6546 四极杆飞行时间 (Q-TOF) 系统。6546 LC/Q-TOF 同时具有扩展动态范围和高质量分辨率功能，且采集速率不受影响。与 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱 (LC) 系统联用可通过快速 LC 梯度提高色谱分离度，同时确保运行时间适合高通量运行。

这些功能的组合能够快速定量已知毒物，同时监测许多其他可疑毒物是否存在，从而提升已完成工作的价值。数据非依赖型采集 (DIA) 功能还允许在发现新毒物时对数据进行回顾性分析。

我们将精心挑选的化合物加标至污水污泥基质中，以此评估 6546 LC/Q-TOF 系统的定量分析能力：将之前在污水污泥中检测到疑似具有内分泌活性特征的化合物汇编为约 50 种化合物的列表。在这些化合物中，选择 12 个替代物用于方法验证，其代表列表中大部分化合物的理化性质。由于加标的替代物化学性质各不相同，足以涵盖整个色谱洗脱过程，因此，我们将替代化合物的保留时间 (RT) 与已发表用于测量相同化合物的分析方法相关联。然后使用模型预计同一数据文件中各种毒物的 RT。此外，还监测了不存在 RT 相关性的化合物。

除加标的替代物外，总共监测了 4856 种具有高度优化的 MS/MS 谱图的化合物。数据分析工作流程极为简单，根据高质量分辨率数据从高度优化的化合物库中提取化合物的已知母离子和碎片离子质量数，然后：

- 测量质量数准确度和提取质量数的共洗脱
- 将已知的理论同位素模式与准确测量的同位素模式进行比较
- 将已知或预计的 RT 与测量的 RT 进行比较

SANTE 指南^[3] 建议，推断鉴定应遵循基本的鉴定标准，同时软件应侧重于审查过程并减少可能的假阳性结果。通过传统定量分析流程（与 LC/TQ 工作流程相似）发现和定量加标的替代物来验证工作流程之后，我们将通过进一步向经高度优化的化合物数据库中扩充新毒物，回顾性地不断发现可疑污染物。

实验部分

在可能的情况下，污水污泥样品的样品前处理步骤应特意设置为不具备化学选择性，从而检测各种环境污染物。使用高质量溶剂和消耗品，减少引入可能导致错误结果的化合物。

试剂与化学品

使用安捷伦 LC/MS 级乙腈 (部件号 G2453-85050)、甲酸 (Merck, 5330020050) 和氟化铵 (Sigma-Aldrich, 338869) 配制溶剂。将 100 μ L Agilent HP-0921 和 200 μ L 嘌呤 (部件号 G1969-85001) 加入 100 mL 5% 水的乙腈溶液中，配制参比质量溶液。按照仪器手册中的规定配制 ESI-L 校准溶液。用 20% 甲醇水溶液在加州大学戴维斯分校配制标样。

标样和样品前处理

表 1 列出了目标化合物。为了评估 6546 Q-TOF LC/MS 系统的动态范围和灵敏度，用 20% 甲醇水溶液配制标样，校准浓度为 1000、750、500、250、100、50、25、10、5、2.5、1、0.5、0.25 和 0.1 ppb。未使用内标对数据进行归一化。样品来自美国加利福尼亚州的污水处理厂，如前所述进行前处理^[1]，在样品前处理前后加标 200 ppb 的目标化合物，评估回收率和样品基质抑制效应。

仪器

将包含表 2 中所述模块的 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱系统与 6546 Q-TOF LC/MS 系统 (G6546A) 联用。

表 1. 目标化合物

名称	CAS	分子式	中性质量数
AHTN/吐纳麝香	1506-02-1	C ₁₈ H ₂₆ O	258.19837
卡马西平	298-46-4	C ₁₅ H ₁₂ N ₂ O	236.09496
DEET/避蚊胺	134-62-3	C ₁₂ H ₁₇ NO	191.13101
双氯芬酸	15307-86-5	C ₁₄ H ₁₁ Cl ₂ NO ₂	295.01668
二氢茉莉酸甲酯	24851-98-7	C ₁₃ H ₂₂ O ₃	226.15690
依法韦仑	154635-17-3	C ₁₄ H ₆ ClF ₃ NO ₂	315.02739
氟尼辛	38677-85-9	C ₁₄ H ₁₁ F ₃ N ₂ O ₂	296.07726
氟西汀	54910-89-3	C ₁₇ H ₁₈ F ₃ NO	309.13405
氟伏沙明	54739-18-3	C ₁₅ H ₂₁ F ₃ N ₂ O ₂	318.15551
拉莫三嗪	84057-84-1	C ₉ H ₇ Cl ₂ N ₅	255.00785
甲芬那酸	61-68-7	C ₁₅ H ₁₅ NO ₂	241.11028
美托洛尔	37350-58-6	C ₁₈ H ₂₅ NO ₃	267.18344
咪康唑	22916-47-8	C ₁₈ H ₁₄ Cl ₄ N ₂ O	413.98602
甲基炔诺酮	797-63-7	C ₂₁ H ₂₈ O ₂	312.20893
磺胺甲恶唑	723-46-6	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	253.05211
三氯卡班	101-20-2	C ₁₃ H ₉ Cl ₃ N ₂ O	313.97805
甲氧苄啶	738-70-5	C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₃	290.13789
雌酮 (E1)	53-16-7	C ₁₈ H ₂₂ O ₂	270.16198
炔雌醇 (EE2)	57-63-6	C ₂₀ H ₂₄ O ₂	296.17763
2-苯基苯酚 (邻苯基苯酚)	90-43-7	C ₁₂ H ₁₀ O	170.07316
吉非罗齐	25812-30-0	C ₁₅ H ₂₂ O ₃	250.15689
雌三醇	50-27-1	C ₁₈ H ₂₄ O ₃	288.17254
4-叔-辛基酚 (4-(1,1,3,3-四甲基丁基)-苯酚)	140-66-9	C ₁₄ H ₂₂ O	206.16707

表 2. Agilent 1290 Infinity II UHPLC 条件

模块	正离子参数	负离子参数
高速泵 (G7120A)	溶剂 A1) 0.1% 甲酸水溶液 溶剂 B1) 0.1% 甲酸乙腈溶液	溶剂 A2) 1 mmol/L 氟化铵水溶液 溶剂 B2) 乙腈
	流速: 0.4 mL/min 最大压力限值: 1300 bar (操作压力低于 450 bar)	
	梯度: 时间 (min) %B 0.00 2.00 0.50 2.00 15.50 100.00 19.50 100.00 20.00 2.00 停止时间: 20.00 分钟 后运行时间: 1.00 min	
Multisampler (G7167B)	进样量: 1 µL 多重清洗: 先后采用 100% 异丙醇、100% 乙腈、100% 水反冲针座和清洗针头各 5 秒	
大容量柱温箱 (G7116B)	柱温: 30 °C 色谱柱: Agilent InfinityLab Poroshell EC -C18 2.1 × 100 mm, 1.9 µm (部件号 685775-924)	

表 2 中所列参数产生的液相色谱梯度如图 1A 所示。160 次进样污水污泥、空白和校准品得到的泵压力曲线重叠 (图 1B)。图 1C 所示为正离子模式 (红色) 和负离子模式 (黑色) 下得到的代表性总离子流 (TIC) 色谱图。

表 3 列出了在 6546 LC/Q-TOF 系统上以 DIA 模式测量化合物所用的条件。

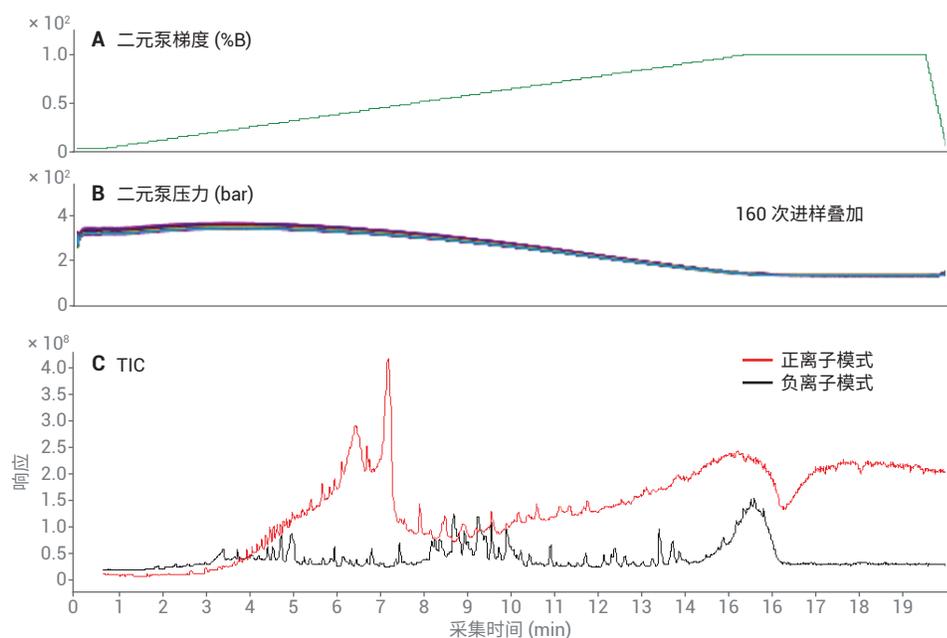


图 1. 污水污泥进样至 1290 Infinity II 液相色谱系统得到的色谱结果

表 3. 6546 LC/Q-TOF LC/MS 系统 (G6546A) 条件

参数	正离子参数	负离子参数
安捷伦喷射流离子源		
干燥气温度	225	
干燥气流速	12	
雾化器	30	
鞘气温度	350	
鞘气流速	350	
毛细管电压	3500	
喷嘴电压	500	
碎裂电压	110	
调谐模式		
离子极性	正离子	负离子
质量数范围	低 (1700 m/z)	
限幅器模式	高分辨率	
采集模式		
	50 - 1050 m/z	
速率	8 张谱图/秒	
碰撞能量	0、10、20、40 V	
参比质量校正	采用样品瓶 A 启用	
参比质量	121.050873 (M+H) ⁺ 嘌呤加合物 922.009798 (M+H) ⁺ HP-0921 加合物	119.03632 (M-H) ⁻ 嘌呤加合物 940.001473 (M+F) ⁻ HP-0921 加合物

图 2 所示为目标化合物的提取离子色谱图 (EIC)。

数据分析工作流程

自动化常规工作流程使用 Agilent MassHunter 采集软件 (10.0.111 版) 在正负离子模式下采集全离子 MS/MS 数据, 该软件使用 Agilent SureMass 技术^[3] 进行自动处理, 以便快速准确地定量分析目标化合物, 同时通过 MassHunter 定量分析 (适用于 TOF, 10.1 版原型) 检测可疑化合物。

通过从安捷伦高度优化的个人化合物数据库和谱库 (PCDL) 中导入化合物设置 MassHunter 定量方法。文献中概述了安捷伦 PCDL 中数据的质量数检查以及添加未来新型污染物的推荐步骤^[4]。将定量离子设置为母离子, 且每种化合物至少设置两个 MS/MS 碎片离子为定性离子。

如之前的分析方法^[5] 所述, 安捷伦高度优化的环境水质筛查 PCDL 具有经优化的 RT。图 4 中的文氏图总结了相关内容。

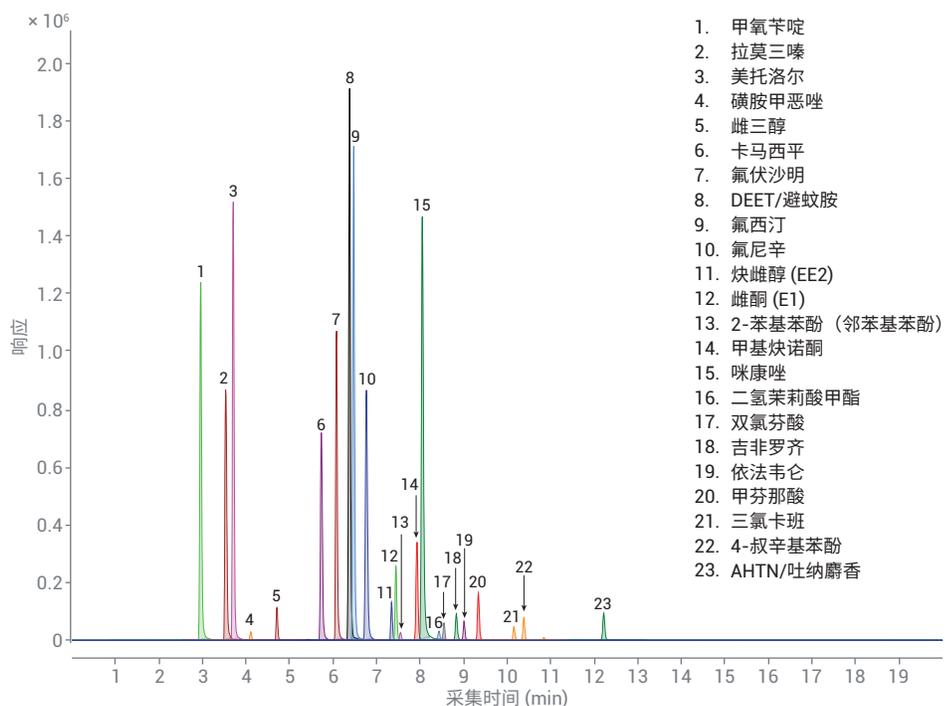


图 2. 表 1 中定义的目标化合物的提取离子色谱图

带 Study Manager 的 MassHunter 采集软件



图 3. 靶向定量分析和疑似物筛查工作流程

水质筛查分析仪 PCDL 目录

总化合物 = 1451 种

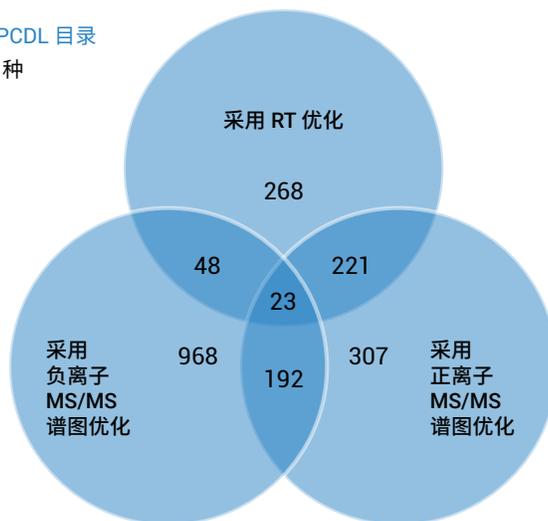


图 4. 水质筛查个人化合物数据库和谱库内容

由于本应用中使用的液相色谱方法与环境水质筛查 PCDL 中优化 RT 使用的方法不同，因此使用两种分析中的常见目标化合物对本分析中可疑化合物的 RT 进行建模。图 5 显示了 RT 在两种方法中皆已知的 9 种化合物（以黑色圆圈表示）、曲线强制性拟合到原点的能力，以及采用本应用简报中所述液相色谱方法分析时环境水质筛查 PCDL 中化合物的可疑 RT。图中预计的 RT 以蓝色圆圈表示，并用误差线表示搜索到的可疑化合物的 RT 窗口。

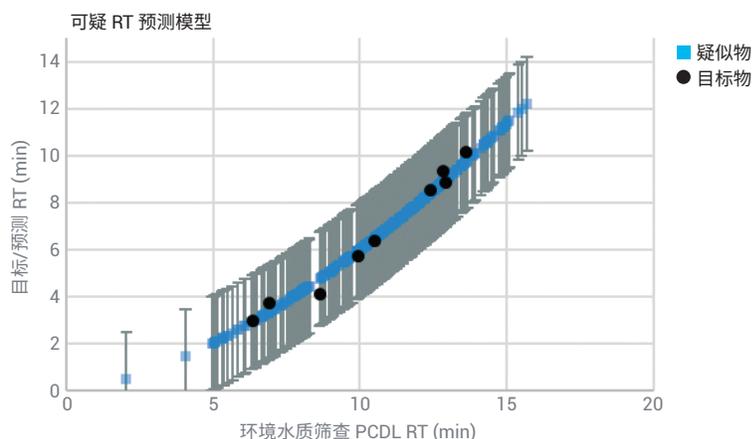


图 5. 不同分析方法之间相同的替代物保留时间相关性

结果与讨论

靶向定量分析能力

通过监测污水污泥中加标的替代物，我们评估了采用 6546 LC/Q-TOF 系统的分析方法的定量分析能力。利用 0.1 - 1000 ppb 范围内校准标样的线性回归结果评估表 4 中所列化合物的线性动态范围。表 4 中报告了将信噪比 (S/N) 低于 3 的校准浓度排除后得到的检测下限 (LLOD)，其中最低校准浓度的 S/N ≥ 3 。表 4 中报告的饱和极限 (LOS) 为线性动态范围上限；除去高浓度校准点，直至决定系数 (R^2) > 0.99，当线性曲线拟合 $1/x$ 加权（其中 x 为浓度）时，每个校准品的定量准确度 $< \pm 20\%$ 。

表 4. 6546 LC/Q-TOF 的定量分析能力

名称	定量离子	R^2	LLOD (ppb)	LOS (ppb)
AHTN/吐纳麝香	(M+H) ⁺	> 0.99	5.0	1000
卡马西平	(M+H) ⁺	> 0.99	1.0	250
DEET/避蚊胺	(M+H) ⁺	> 0.99	0.50	500
双氯芬酸	(M+H) ⁺	> 0.99	25	> 1000
二氢茉莉酸甲酯	(M+H) ⁺	> 0.99	50	> 1000
依法韦仑	(M+H) ⁺	> 0.99	5.0	> 1000
氟尼辛	(M+H) ⁺	> 0.99	0.50	2500
氟西汀	(M+H) ⁺	> 0.99	0.50	> 1000
氟伏沙明	(M+H) ⁺	> 0.99	1.0	> 1000
拉莫三嗪	(M+H) ⁺	> 0.99	0.10	100
甲芬那酸	(M+H) ⁺	> 0.99	5.0	> 1000
美托洛尔	(M+H) ⁺	> 0.99	0.50	> 1000
咪康唑	(M+H) ⁺	> 0.99	0.50	500
甲基炔诺酮	(M+H) ⁺	> 0.99	2.5	750
磺胺甲恶唑	(M+H) ⁺	> 0.99	50	> 1000
三氯卡班	(M+H) ⁺	> 0.99	50	> 1000
甲氧苄啶	(M+H) ⁺	> 0.99	0.10	100
雌酮 (E1)	(M-H) ⁻	> 0.99	2.5	> 1000
炔雌醇 (EE2)	(M-H) ⁻	> 0.99	5.0	> 1000
2-苯基苯酚 (邻苯基苯酚)	(M-H) ⁻	> 0.99	25	> 1000
吉非罗齐	(M-H) ⁻	> 0.99	5.0	> 1000
雌三醇	(M-H) ⁻	> 0.99	5.0	> 1000
4-叔-辛基酚 (4-(1,1,3,3-四甲基丁基)-苯酚)	(M-H) ⁻	> 0.99	5.0	> 1000

在大多数情况下，当拟合的线性曲线包含 权 $1/x$ ，其中 x 为浓度）时，除了拉莫 可包含更高的校准点以准确定量浓度高达 1000 ppb 校准样品时，未观察到 LOS。 三嗪（一种基本有效电离的化合物）之 1000 ppb 的化合物。图 6 所示为本分析 但是，当化合物拟合非线性曲线回归（加 外，进样 0.5 μL 时，其他所有化合物均 中目标化合物的校准曲线。

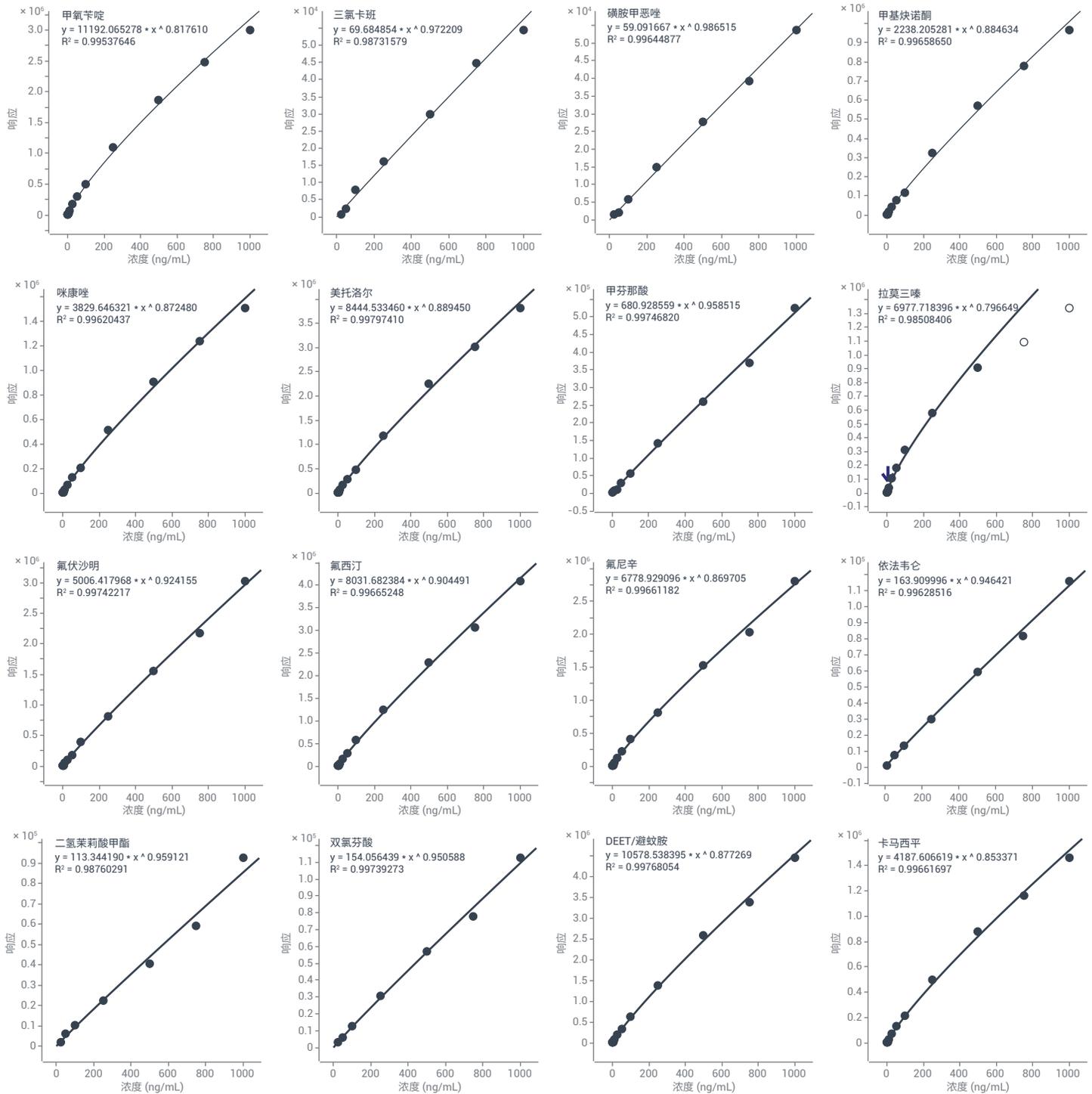


图 6. 目标化合物的校准曲线

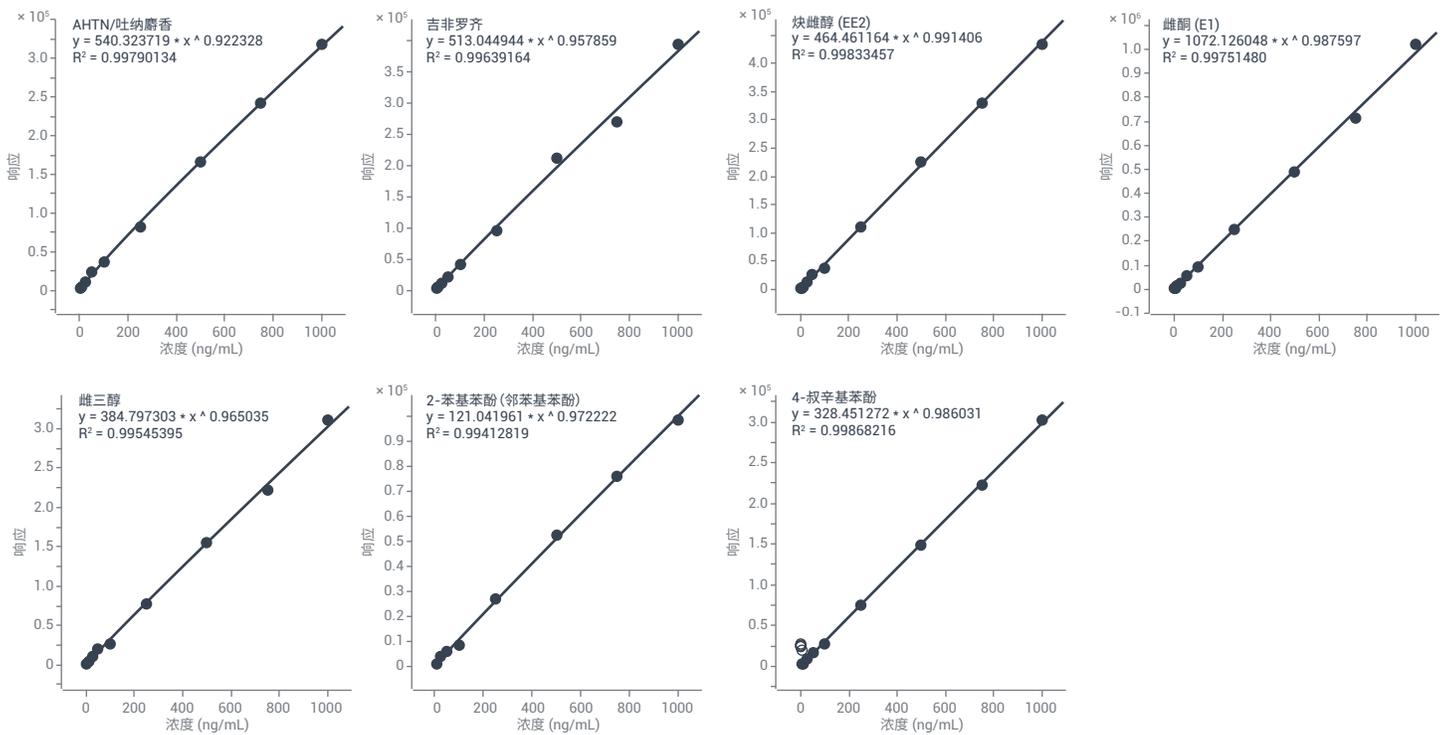


图 6. 目标化合物的校准曲线 (续)

对于拉莫三嗪, 未观察到检测限 (LOD), 因为当进样最低浓度校准品 (0.1 ppb) 时, 该峰的 $S/N > 3$ 。分析方法中使用的进样体积为 1.0 μL , 因此 100 ppb 的浓度相当于柱上进样 100 μg 。

使用与 LC-TQ 数据相同的方式显示目标化合物结果 (如图 7)。LC/TQ 和 LC/Q-TOF 采集方法之间的定量离子积分和预期 RT (图 7A) 以及定性离子的共洗脱 (图 7B, 根据由校准品确定的预期比例进行缩放) 相同。在已知化学式和天然同位素丰度的

情况下, 精确质量数测量额外增加的小数位以及比较预期同位素模式 (图 7C, 红色框) 与实测同位素模式 (图 7C, 黑色光谱) 的能力可大幅提高化合物鉴定的结果可信度。

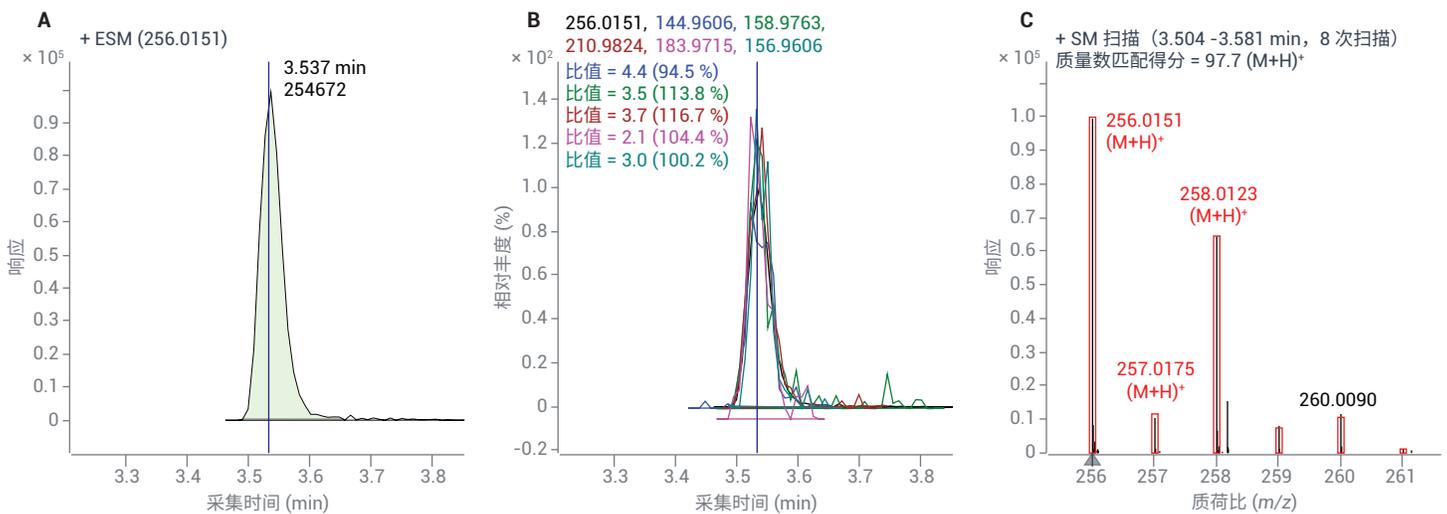


图 7. 500 ppb 加标污水污泥中的拉莫三嗪结果

疑似物筛查

MassHunter 定量分析软件内置的 LC Screener 工具可根据代表 SANTE 指南^[2] 的标准对推断鉴定进行颜色编码。在图 8 中,绿色表示有两种以上的离子(母离子和/

或碎片离子)经测量符合预期的质量数准确度,发生共洗脱且在预期 RT 范围内(已知时)。此外,还验证了母离子的同位素模式。如图 8 所示,验证了预计在负离子模式下测量的所有六种目标化合

物。还在负离子模式下验证了其他两种化合物。橙色表示该化合物需要审查,红色表示该化合物未在所选样品中检测到。

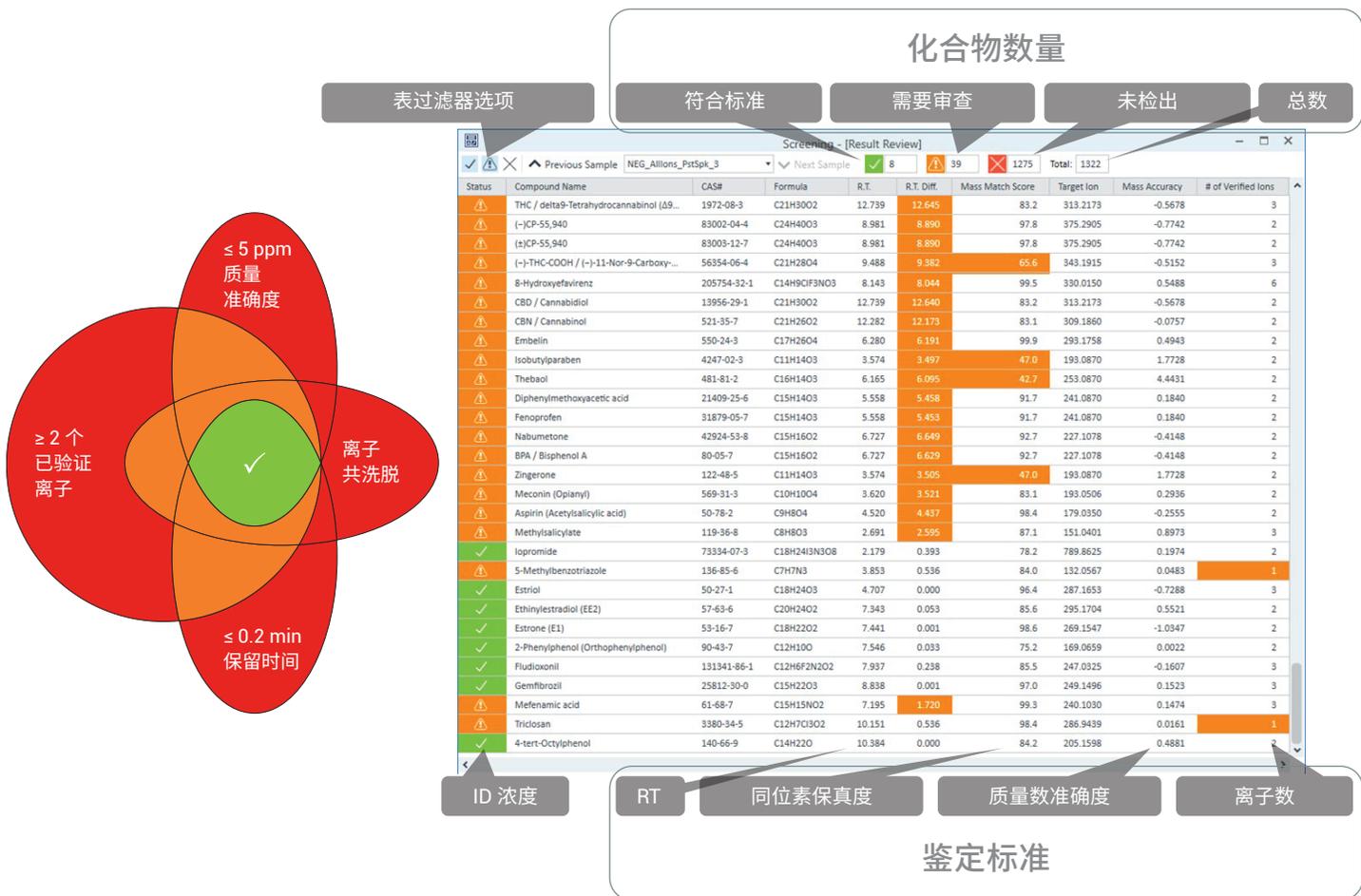


图 8. 显示推断鉴定可疑化合物所用标准的 LC Screener 工具

通过在污水污泥中检测加标的替代物来验证数据分析工作流程后，报告了加标化合物和其他推断鉴定的负离子化合物，截取部分如图 9 所示。表 4 总结了负离子和正离子化合物的完整报告。

表 4. 经过验证、需要审查以及在加标的污水污泥样品中未检出的化合物汇总

电离模式	经过验证	需要审查	未检出
正离子	18	159	3998
负离子	8	47	1267

Screening Summary Report



Sample name:		NEG_AllIons_PstSpk_3		Good	Warning	Error			
				8	47	1267			
Status	Screening Summary Report	Formula	R.T.	R.T. Diff.	Match Score	Target Ion	Mass Accuracy	# of Qualified Ions	Final Conc.
!	Xanthohumol	C21H22O5	9.411	9.310		353.1394	-0.61 PPM	3	
!	Lauryl hydrogen sulfate	C12H26O4S	8.249	8.144		265.1479	0.11 PPM	2	
!	Harmine	C13H12N2O	4.923	4.825		211.0877	-1.28 PPM	3	
!	THC / delta9-Tetrahydrocannabinol (Δ9-THC)	C21H30O2	12.739	12.645		313.2173	-0.57 PPM	3	
!	(-)CP-55,940	C24H40O3	8.981	8.890		375.2905	-0.77 PPM	2	
!	(±)CP-55,940	C24H40O3	8.981	8.890		375.2905	-0.77 PPM	2	
!	(-)-THC-COOH / (-)-11-Nor-9-Carboxy-tetrahydrocannabinol	C21H28O4	9.488	9.382		343.1915	-0.52 PPM	3	
!	4-Methylphenol (p-Cresol)	C7H8O	7.370	7.290		107.0502	7.94 PPM	2	
!	Fenofibric acid	C17H15ClO4	5.606	5.498		317.0586	-1.73 PPM	2	
!	Bisphenol E	C14H14O2	4.634	4.532		213.0921	0.19 PPM	2	
!	BPS / Bisphenol S	C12H10O4S	4.522	4.415		249.0227	0.02 PPM	4	
!	Silibinin	C25H22O10	5.707	5.610		481.1140	-1.58 PPM	3	
!	Losartan	C22H23ClN6O	5.482	5.379		421.1549	-0.12 PPM	2	
!	Veratramine	C27H39NO2	14.185	14.087		408.2908	-0.96 PPM	2	
!	BKF (Cyanox 2246) (2,2'-methylene-bis(6-tert-butyl-4-methylphenol))	C23H32O2	12.898	12.796		339.2330	0.43 PPM	2	
!	Curcumin	C21H20O6	8.113	8.011		367.1187	0.45 PPM	2	
!	Iloprost	C22H32O4	6.119	6.037		359.2228	-0.23 PPM	2	
!	Phenylpyruvic acid	C9H8O3	1.530	1.424		163.0401	1.24 PPM	3	
!	THC-COOH / 11-Nor-9-Carboxy-tetrahydrocannabinol	C21H28O4	9.488	9.382		343.1915	-0.52 PPM	3	
!	8-Hydroxyefavirenz	C14H9ClF3NO3	8.143	8.044		330.0150	0.55 PPM	6	
!	CBD / Cannabidiol	C21H30O2	12.739	12.640		313.2173	-0.57 PPM	2	
!	CBN / Cannabinol	C21H26O2	12.282	12.173		309.1860	-0.08 PPM	2	
!	Embelin	C17H26O4	6.280	6.191		293.1758	0.49 PPM	2	
!	Isobutylparaben	C11H14O3	3.574	3.497		193.0870	1.77 PPM	2	
!	Thebaol	C16H14O3	6.165	6.095		253.0870	4.44 PPM	2	
!	Diphenylmethoxyacetic acid	C15H14O3	5.558	5.458		241.0870	0.18 PPM	2	
!	Fenoprofen	C15H14O3	5.558	5.453		241.0870	0.18 PPM	2	
!	Nabumetone	C15H16O2	6.727	6.649		227.1078	-0.41 PPM	2	
!	BPA / Bisphenol A	C15H16O2	6.727	6.629		227.1078	-0.41 PPM	2	
!	Zingerone	C11H14O3	3.574	3.505		193.0870	1.77 PPM	2	
!	Meconin (Opianyl)	C10H10O4	3.620	3.521		193.0506	0.29 PPM	2	
!	Aspirin (Acetylsalicylic acid)	C9H8O4	4.520	4.437		179.0350	-0.26 PPM	2	
!	Caffeic acid	C9H8O4	4.520	4.425		179.0350	-0.26 PPM	2	
!	Phenacemide	C9H10N2O2	3.982	3.906		177.0670	0.79 PPM	2	
!	2-Phenylphenol	C12H10O	7.546	7.478		169.0659	0.00 PPM	2	
!	Homogentisic acid	C8H8O4	3.471	3.348		167.0350	-0.37 PPM	2	
!	Methylsalicylate	C8H8O3	2.691	2.595		151.0401	0.90 PPM	3	
+	Iopromide	C18H24I3N3O8	2.179	0.393		789.8625	0.20 PPM	2	
!	Primidone	C12H14N2O2	4.406	0.717		217.0983	4.33 PPM	1	
!	5-Methylbenzotriazole	C7H7N3	3.853	0.536		132.0567	0.05 PPM	1	
+	Estriol	C18H24O3	4.707	0.000		287.1653	-0.73 PPM	3	225.9218
!	Oxazepam	C15H11ClN2O2	6.267	0.261		285.0436	-1.38 PPM	1	
!	Isoprotruron	C12H18N2O	6.942	0.186		205.1346	-0.42 PPM	1	
!	Diuron	C9H10Cl2N2O	6.517	0.250		231.0097	1.20 PPM	1	
!	Naproxen	C14H14O3	6.835	0.390		229.0870	0.92 PPM	1	
!	Butyl 4-hydroxybenzoate (Butylparaben)	C11H14O3	6.913	0.463		193.0870	1.19 PPM	1	
+	Ethinylestradiol (EE2)	C20H24O2	7.343	0.053		295.1704	0.55 PPM	2	166.2993
+	Estrone (E1)	C18H22O2	7.441	0.001		269.1547	-1.03 PPM	2	163.2462
+	2-Phenylphenol (Orthophenylphenol)	C12H10O	7.546	0.033		169.0659	0.00 PPM	2	215.1786
+	Fludioxonil	C12H6F2N2O2	7.937	0.238		247.0325	-0.16 PPM	3	
+	Gemfibrozil	C15H22O3	8.838	0.001		249.1496	0.15 PPM	3	382.1097
!	Mefenamic acid	C15H15NO2	7.195	1.720		240.1030	0.15 PPM	3	
!	Triclosan	C12H7Cl3O2	10.151	0.536		286.9439	0.02 PPM	1	
!	Fipronil	C12H4Cl2F6N4OS	9.522	0.102		434.9314	-2.36 PPM	1	
+	4-tert-Octylphenol	C14H22O	10.384	0.000		205.1598	0.49 PPM	2	413.4864

图 9. 在负离子模式下检测加标目标化合物的污水污泥进行推断鉴定的化合物

结论

本工作流程能够定量分析加标至污水样品中的目标化合物。由于 6546 LC/Q-TOF 系统的分辨率和动态范围提升，在 PCDL 的 4856 种筛查化合物中，8 种化合物经验证在负离子模式下具有高可信度，18 种化合物在正离子模式下具有高可信度。159 种正离子化合物和 47 种负离子化合物需要验证 RT 或审查谱图。许多需要验证的化

合物与使用大麻有关，这在采样地点是合法的。有些化合物（如黄腐酚）在正负离子模式下均具有优化的谱图，因此在正负离子模式下均能检测到，进一步提高了其鉴定可信度。还检测到保留时间与预期一致的化合物，如噻菌灵。通过使用保留时间预测和新毒物进一步优化我们的 PCDL，用户可以回顾性地不断发现可疑污染物。预测或预计更多 RT 可能会进一步减少需

要审查的化合物数量，但该工作流程确实排除了大量不太可能符合 SANTE 可疑物鉴定标准的化合物，从而减少了审查工作量。

随着环境毒物列表不断增加，非靶向分析提高了传统 LC-TQ 技术的价值，提供了监测新化合物的能力（甚至进行回顾性监测），同时对定量分析能力基本没有影响。

参考文献

1. Black, G. P.; Anumol, T.; Young, T. M.;
Analyzing a broader spectrum
of endocrine active organic
contaminants in sewage sludge
with High Resolution LC-QTOF-MS
suspect screening and QSAR toxicity
prediction (In preparation)
2. European Commission, Directorate
General for Health and Food
Safety. SANTE/11813/2017.21–22
November **2017** rev.0
3. Agilent SureMass 技术概述,
安捷伦科技公司技术概述, 出版号
5991-8048CHCN, **2017**
4. Rennie, E. E. 等人, 安捷伦科技公司,
出版号 5991-8580ZHCN, **2017**
5. Berset, J. D.; Rennie, E. E.; Glauner, T.
安捷伦科技公司, 出版号
5991-6627CHCN, **2016**

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2019
2019 年 3 月 26 日, 中国出版
5994-0750ZHCN