

针对大麻干花及浓缩物中农药和真菌毒素的快速、稳定的测量方法

结合三重四极杆 LC/MS 和 GC/MS 分析受美国和加拿大监管的多达 97 种农药和 5 种真菌毒素



最近及即将在北美各个地区走向合法化的大麻产品亟需接受严格的监管安全检测。这些残留农药和真菌毒素检测需要能够满足适当且有效的法规要求的分析系统。

多平台方法的优势

- 运行更多样品，提高实验室盈利能力
- 缩短停机时间，降低维护成本
- 通过交叉验证减少出错的可能性
- 满足所有司法管辖区（尤其是加州和加拿大）的现行法规要求
- 快速适应不断变化的监管环境

成功分析大麻产品中农药残留的关键是要了解并控制背景基质。通过固相萃取 (SPE) 和样品稀释，减少最终提取物中的基质载入量，可提高 GC/MS/MS 和 LC/MS/MS 方法的灵敏度，减少潜在的干扰物质，同时还能减少仪器维护需求。这些因素相结合，可获得更高的样品通量并缩短维护导致的停机时间，进而实现更高效的实验室分析。

结合包括 GC/MS/MS 和 LC/MS/MS 的多平台方法，您的实验室可以使用最出色、最灵敏的仪器来定量分析各种残留农药，并满足北美任何司法管辖区的现行法规要求。方便的是，两个质谱平台都使用 Agilent MassHunter 软件。此外，这两种仪器平台使实验室能够正交确认并定量分析适用于这两种平台的分析物。与在一台仪器上连续采用独立的方法相比，将样品分至两台独立的分析仪器，能够使样品通量提高至少 2 倍。最后，多个分析平台可确保实验室为适应快速变化的监管环境做好准备。

消除方法开发所需的时间

根据北美不同地区的规定，大麻基质中大量农药和真菌毒素的定量评估是一项具有挑战性的应用。安捷伦开发了完整的农药和真菌毒素分析工作流程，能够助您提高日常分析效率和稳定性，满足美国和加拿大的法规要求。

我们的工作流程包括：

- 用于 GC/MS 和 LC/MS 平台的干燥大麻基质和浓缩物的样品前处理方案
- 经验证的 LC/MS/MS 方法参数，可兼容 Agilent 1260 和 1290 Infinity II UHPLC 系统与 Agilent 6470 和 Agilent Ultivo 四极杆质谱系统的联用系统。**样品间的分析周期：12 分钟**
- 经验证的 GC/MS/MS 方法参数，包括柱中反吹和 JetClean 智氢洁离子源功能，可兼容 Agilent 7890B 气相色谱系统与 Agilent 7010 四极杆质谱系统的联用系统。**扩展的分析物列表（例如，加拿大所要求的分析物）的样品间分析周期：22 分钟**

对于运行分析物较少的 GC/MS/MS 分析物列表的实验室（例如在美国的许多司法管辖区），分析周期可缩短约 50%，从而实现更高的样品通量。

- 实验室信息系统支持自定义报告模板或输出格式
- 可选择咨询受过全面培训的化学家，以便快速、成功地进行系统设置

样品前处理

- 简化的萃取技术可提高通量
- 较高的稀释倍数可减少基质干扰
- 更高的定量分析特异性和方法稳定性

样品前处理和净化是我们工作流程的主要关注点。这使您的实验室能够在灵敏度、分析效率和稳定性之间取得恰当的平衡。最近，我们简化了样品前处理程序并由此提高了通量。简而言之，样品前处理包括使用 Agilent SampliQ C18 EC 6 mL 500 mg SPE 柱（部件号 5982-1365）对来自干燥花朵或浓缩物的乙腈提取物进行 SPE 净化，然后在分析之前用溶剂进行稀释。

农药和真菌毒素提取物的 LC/MS 分析

LC/MS/MS 分析可在 1260 或 1290 Infinity II HPLC 系统与 6470 或 Ultivo 四极杆质谱系统的联用系统上执行。使用 9 分钟梯度和 2 分钟的重新平衡，将样品（总稀释倍数 250 倍）上样至 Agilent InfinityLab Poroshell 120 Phenyl-Hexyl 色谱柱 (100 × 3 mm, 2.7 μm)，整个分析过程中实现了分析物与基质的出色分离。样品间的分析周期为 12 分钟。通过在进样过程中使用进样器程序来保持峰形，其中在进样样品的任意一侧加入水相流动相并混合均匀，将有机物含量有效稀释至约 25%。农药和真菌毒素检测限可满足目前所有北美地区的行动水平。



样品前处理 分离 分析 结果 服务

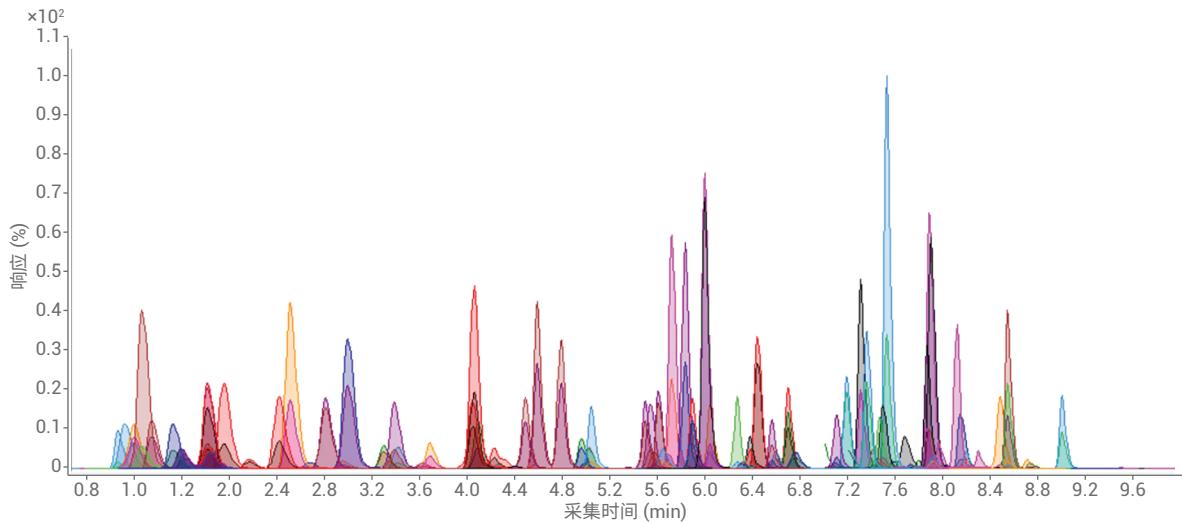


图1. 在干燥的大麻花朵提取基质中分析 89 种农药和 5 种真菌毒素得到的 LC/MS/MS 色谱图。94 种分析物为（按洗脱顺序列出）：丁酰肼、高灭磷、呋虫胺、杀线威、灭多威、氟啶虫酰胺、噻虫嗪、噻虫胺、速灭磷、吡虫啉、乐果、啶虫脒、涕灭威、噻虫啉、敌敌畏、抗蚜威、残杀威、克百威、黄曲霉毒素 G2、甲萘威、甲基托布津、抑霉唑、黄曲霉毒素 G1、吗菌灵、黄曲霉毒素 B2、甲霜灵、溴氰虫酰胺、印楝素、黄曲霉毒素 B1、螺环菌胺、二溴磷、丰索磷、咯菌腈、氯虫苯甲酰胺、灭虫威、多效唑、氟吡菌酰胺、啶酰菌胺、灭线磷、腈菌唑、马拉硫磷、嘧菌酯、亚胺硫磷、甲基对硫磷、嘧菌环胺、联苯肼酯、氟虫腈、虫酰肼、螺虫乙酯、戊唑醇、苯氧威、丙环唑、赭曲霉毒素、二嗪农、苯并烯氟菌唑、杀虫畏、醚菌酯、MGK-264、多杀菌素、溴虫腈、肟菌酯、噻嗪酮、乙基多杀菌素、丙烯菊酯、蝇毒磷、增效醚、螺甲螨酯、乙螨唑、阿维菌素、氟苯脲、胺菊酯、除虫菊酯、毒死蜱、烯虫酯、螺螨酯、唑螨酯、噻螨酮、异菌脲、苄呋菊酯、哒螨灵、氯菊酯、氯氰菊酯、苯醚菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯、联苯菊酯、醚菊酯、氟氯氰菊酯和灭螨酮。

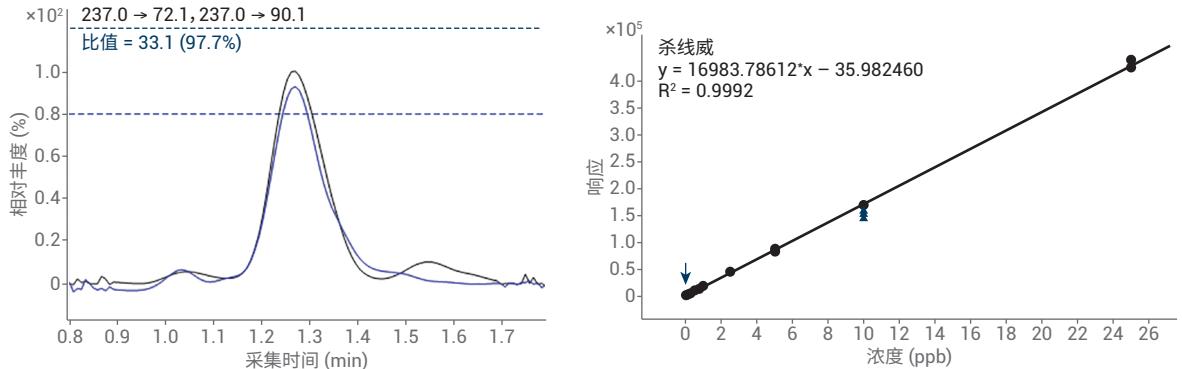


图2. 典型校准曲线，示出了线性和灵敏度。杀线威 LC/MS/MS 校准曲线的最低浓度为 0.01 ppb，相当于原植物基质中浓度为 2.5 ppb

农药提取物的 GC/MS 分析

虽然 LC/MS/MS 是定量分析大麻中残留农药的最常用分析平台，但许多农药通常使用配备电子电离的 GC/MS/MS 进行分析，并且成功率更高。

使用 GC/MS/MS 分析农药：

- 通过采用更高的样品稀释倍数，缩短 LC/MS/MS 系统的维护停机时间
- 与在一台仪器上连续采用独立的方法相比，实验室分析效率提高了至少 2 倍
- 有利于对许多农药进行重要的交叉验证，确保分析物得到可靠的鉴定和报告
- 使检测实验室能够迅速适应快速变化的监管环境

GC/MS/MS 分析可在 7890 气相色谱系统与配备高效离子源 (HES) 的 7010 四极杆质谱系统的联用系统上执行。气相色谱系统配备多模式进样口 (MMI)，并使用安捷伦吹扫 Ultimate 接头 (PUU) 微板流路控制技术实现色谱柱反吹。MMI 能够实现快速升温，支持冷进样口进样。将冷进样口条件与不分流进样相结合，有助于减少气相色谱进样口中热不稳定化合物的降解。为改善极性较高的分析物的峰形，PUU 位于两个具有不同固定相的安捷伦分析柱的中间位置（色谱柱 1：DB-35ms 色谱柱，15 m × 0.25 mm, 0.25 μm 膜厚；色谱柱 2：HP-5ms 超高惰性色谱柱，15 m × 0.25 mm, 0.25 μm 膜厚）。反吹被配置为根据流出 PUU 的最后一种化合物的保留时间来启动后运行，旨在从进样口吹扫出非挥发性化合物。在该 GC/MS/MS 系统上进样总稀释倍数为 125 倍的样品，样品间的分析周期为 22 分钟，整个分析过程中实现了分析物与基质的出色分离。对于运行分析物较少的 GC/MS/MS 分析物列表的实验室（例如美国许多司法管辖区中的实验室），分析周期可缩短约 50%，从而实现更高的样品通量。农药分析物检测限可满足目前所有北美地区的行动水平。

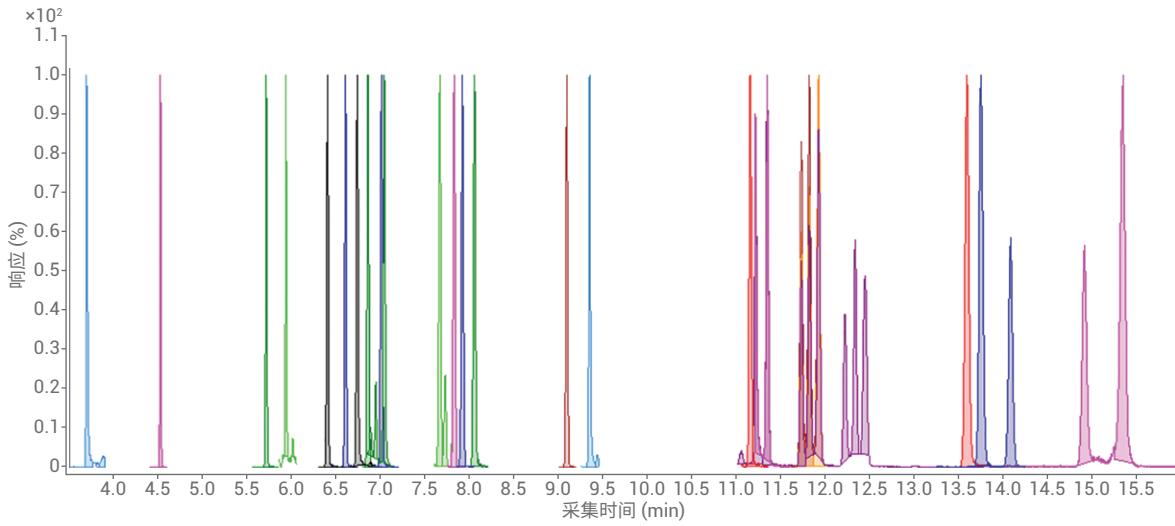


图 3. 在干燥的大麻花朵提取基质中分析 21 种农药得到的 GC/MS/MS 色谱图。21 种分析物为（其中某些分析物具有多种分离的异构体，按洗脱顺序列出）：双苯氟脲、土菌灵、五氯硝基苯 (PCNB)、烯虫炔酯、甲基对硫磷、毒死蜱、MGK-264 I、倍硫磷、MGK-264 II、除虫菊酯、顺式氯丹、反式氯丹、 α -硫丹、克菌丹、 β -硫丹、联苯菊酯、氟氯氰菊酯、氯氰菊酯、啶酰菌胺、氰戊菊酯和溴氰菊酯

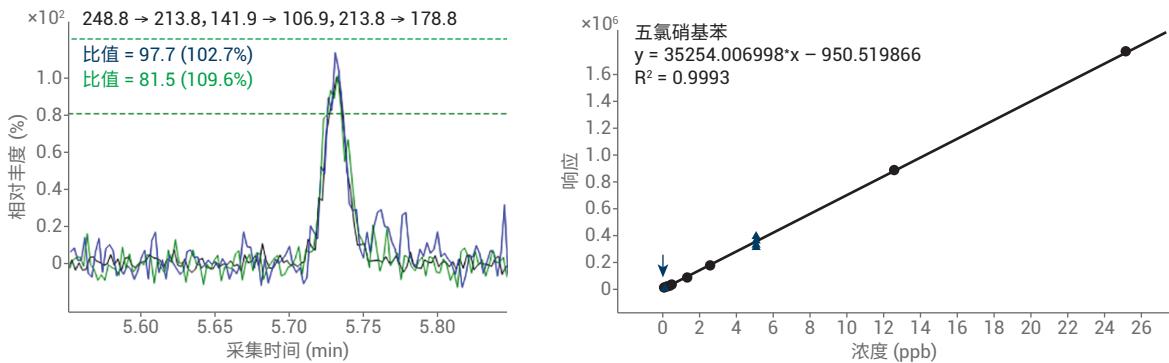


图 4. 此图显示了典型的校准曲线，其中示出了线性和灵敏度。五氯硝基苯 (PCNB, quintozone) GC/MS/MS 校准曲线的最低浓度为 0.05 ppb，相当于基质中浓度为 6.25 ppb

审查和报告

安捷伦 LC/MS/MS 和 GC/MS/MS 仪器使用相同的 MassHunter 定量分析软件进行数据审查和报告，从而优化了实验室分析效率和操作人员易用性。为实现异常值审查，MassHunter 定量分析软件允许对每种分析物进行异常值设置，从而实现快速高效的批量处理。此方法可对所有样品或单个分析物进行自动标记，使审查人员能够快速注意到任何可能不在指定限值内的值。图 5 显示了这些标记；红色表示值高于可接受的异常限值。

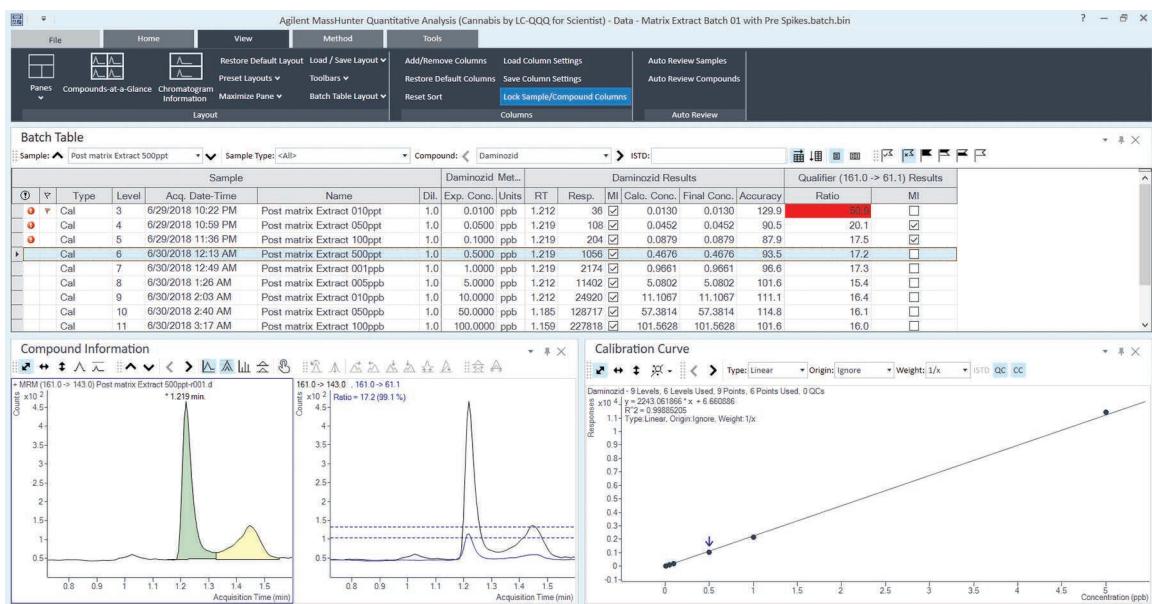


图 5. 用于 LC/MS/MS 数据分析的大麻 Scientist (GUI) 示例

为解决仪器操作人员在方法开发或法规认证权限和经验方面的问题，还提供了 MassHunter 定量分析图形用户界面 (GUI) 选项。有两种主要的 LC/MS 或 GC/MS 大麻 GUI 可供选择。Scientist GUI 具有完整的方法设置、批量审查和报告功能。Analyst GUI 的界面简单而整洁，适用于日常生产环境，只允许采用预定义的数据审查标准、方法和模板进行批量审查和报告生成。通过使用这些不同的 GUI，实验室能够更轻松地控制数据的处理和报告方式。MassHunter 定量分析软件还提供专门针对各个地区的大麻分析要求而设计的自定义报告模板。

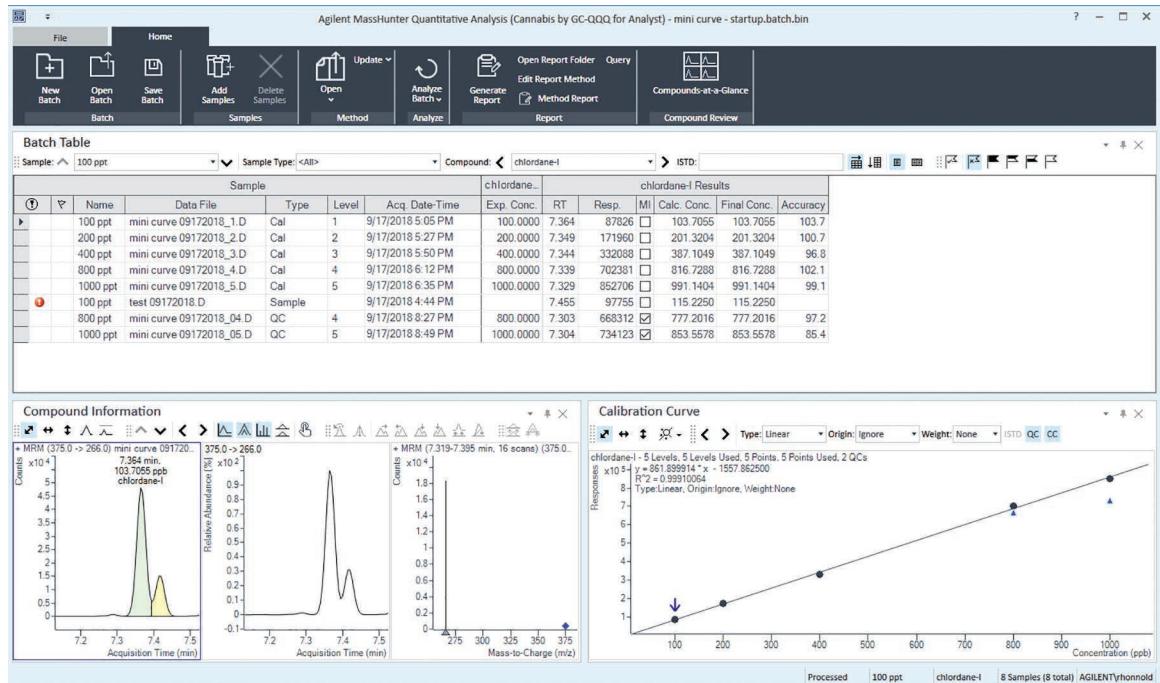


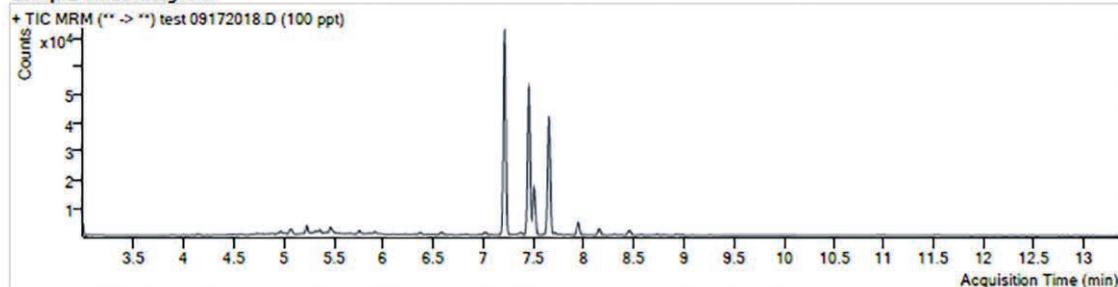
图 6. 用于 GC/MS/MS 数据分析的大麻 Analyst (GUI) 示例

Cannabis Quant Analysis Sample Report

Batch Data Path C:\Users\rhonnold\Desktop\mini curve\QuantResults\startup.batch.bin
Analysis Time 9/21/2018 8:40:26 AM
Report Generation Time 9/24/2018 12:59:18 PM
Calibration Last Update 9/21/2018 8:40:26 AM

Instrument Name	Instrument Name	Sample Name	100 ppt
Acq. Date-Time	9/17/2018 4:44:59 PM	Data File	test 09172018.D
Type	Sample	Dil.	1
Acq. Method File	3 compound run.M		

Sample Chromatogram



Name	Test Outcome	Measured Result	Reporting Limit	RT	Resp.
PCNB		ND ppb	100.00		
Captan		92.9181 ppb	100.00	7.214	127513
chlordan-I	Out of Specification	115.2250 ppb	100.00	7.455	97755
chlordan-II	Out of Specification	109.3953 ppb	100.00	7.652	77061

图 7. 用于 GC/MS/MS 数据的大麻样品报告示例

如需了解更多具体细节和北美各地区的代表性科学方法，请联系当地的安捷伦客户服务中心。

安捷伦产品和解决方案旨在帮助实验室进行大麻质量控制和安全检测（在国家/地区法律允许的情况下使用）。

如需了解有关大麻检测的更多信息，请访问：

www.agilent.com/en/promotions/cannabis

结合 CrossLab 服务

CrossLab 代表了安捷伦集服务、消耗品和实验室资源管理于一体的独特解决方案，能帮助实验室提高效率、优化操作、延长仪器正常运行时间，并提升用户技能等。



洞察敏锐，成就超群

Agilent CrossLab 为安捷伦和特定的非安捷伦仪器提供支持，并为实验室提供工作流程搭建、实验室业务咨询和合规性、库存管理和资产管理（包括移机服务）等咨询服务。

如需了解有关 Agilent CrossLab 的更多信息，请访问：

https://www.agilent.com/en/products/crosslab-instrument-services

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

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, 2018

2018年11月26日, 中国出版

5994-0431ZHCN