

건조 대마 식물 재료의 캘리포니아 규제 농약에 대한 고감도 및 강력한 검출

저자

Anastasia A. Andrianova &
Jessica L. Westland
Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE, USA

Melissa Churley
Agilent Technologies, Inc.
Santa Clara, CA, USA

개요

현재, 대마초에 대한 수 많은 미국 주(州) 규제 농약 목록은 LC/MS/MS로만 분석할 수 있습니다. 눈에 띄는 예외로, 캘리포니아, 플로리다 및 네바다에서는 GC/MS/MS 또한 요구하고 있습니다. 보다 많은 화합물과 낮은 검출한계가 요구됨에 따라, GC/MS를 요구하는 주(州)의 수는 점차 증가할 것으로 예상됩니다.

Agilent 8890 GC 시스템 및 7010B QQQ 질량 분석기의 결합과 애질런트 표준 대마 시료 전처리 절차로 대마의 저농도 농약을 정량할 수 있습니다. Agilent MassHunter 농약 및 환경 오염물질 MRM 데이터베이스는 캘리포니아 표적 목록의 농약 정보를 포함하며, 머무름 시간 고정으로 간단하고 빠른 시스템 설정이 가능합니다. 동시에, 중간 컬럼 백플러시로 보다 긴 컬럼 수명과 낮은 빈도의 이온화원 세척을 가능하게 합니다.

이 접근법을 사용하여, 캘리포니아 대마초 통제국이 규제하는 43종 GC 분석 농약은 36종 농약은 LOQ ≤ 0.08 ppb 바이알 내 (건조 대마 식물 재료의 ≤ 10 ppb, 100% 농약 회수율 가정) 와 모든 43종 농약은 LOQ ≤ 0.8 ppb 바이알 내(대마 식물 재료의 ≤ 100 pp)로 규정한 정량 한계(LOQ)를 충족했습니다.

서론

2018년 말까지, 대마의 기본 전환을 위한 사용은 미국의 9개 주와 워싱턴 DC, 캐나다의 모든 주에서 합법적이었습니다. 세계적인 대마 합법화 움직임으로 잔류 농약 검출에 대한 대마 분석 시험방법에 대한 요구가 높아지고 있습니다. 면허를 소지한 소매점은 규제 준수 시험을 위해 대마 제품을 분석해야 합니다. 미국의 대마 규제는 주(州)마다 다르며, 캘리포니아는 현재, 기본 전환용 대마의 농약 시험에 대한 가장 많은 표적 목록을 보유하고 있습니다¹. 캐나다 보건부가 지정한 캐나다 표적 목록은 일반적으로 미국의 모든 주(州)보다 더 낮은 LOQ를 요구합니다². 기술한 대마 잔류 농약 분석법은 정의한 시료 전처리 절차와 최첨단 GC 및 LC TQ 질량 분석기를 이용하여 분석 과정을 해결합니다³.

대마 농약 분석은 MS/MS 과정조차 방해하는 cannabinoid와 terpene과 같은 고농도(중량%) 내인성 화학물질로 인해 매우 어렵습니다. 분석물질 뒤에 용리하는 고비점 매질로 인한 다음 분석에서의 캐리오버 및 고스트 피크를 방지하기 위해 연장된 베이카아웃 시간이 필요합니다. 가장 높은 비점의 오염물질은 컬럼 헤드에 침적할 수 있어, 더 자주 컬럼 끝단을 잘라내고 머무름 시간 이동으로 MRM 및 데이터 분석 시간 범위를 조정해야 합니다. 애질런트 권장 시료 전처리 절차에 따라, 중간 컬럼 백플러시 및 머무름 시간 고정(RTL)을 사용하여 주(州) 규제 한계에서 농약을 쉽게 정량할 수 있습니다.

본 응용 자료는 캘리포니아 대마초 통제국이 규제하는 GC 분석 농약의 TQ GC/MS 분석과 LC/MS 분석이 어려운 일반적인 농약을 주로 다룹니다. 예, captan, chlordane 및 pentachloronitrobenzene.

캘리포니아 LOQ는 43종 농약에 대해 성공적으로 충족하였습니다. 나머지 캘리포니아의 규제 농약은 다른 보고서에서 LC/MS를 이용하여 한계 수준으로 분석하였습니다³.

실험

최고 감도 실험과 고매질 대마 시료의 농약 분석으로 인한 잠재적 문제를 최소화하기 위해 애질런트 시스템을 구성하였습니다. 주요 사항:

- **고효율 이온화원(HES)**은 최대 20배 이상의 이온 생성으로 초극미량 수준 응용에 대한 확실한 극미량 분석을 제공합니다.
- **중간 컬럼 백플러시**는 MS 데이터 수집 후 사용하며, 오븐은 분석 후 실험 모드에서 최종 온도를 유지하고 첫 번째 컬럼을 통과하는 운반 가스 흐름을 역전합니다. 이 역전된 흐름은 데이터 수집이 끝날 때 컬럼에 있는 모든 고비점 물질을 컬럼 헤드에서 분할 배출 트랩으로 운반합니다. 흐름 역전 기능은 Agilent Purged Ultimate Union(PUU)으로 수행합니다. 이 경우, PUU는 두 개의 동일한 15m 컬럼 사이에 삽입된 티(tee)입니다. 분석 동안에는 Agilent 8890 GC 기체역학 스위칭 장치(PSD) 모듈로 소량의 운반 가스 보충 유속을 사용하여 연결을 쓸어(sweep)냅니다. 백플러시 동안에는 PSD의 보충 흐름은 훨씬 더 높은 값으로 상승하여, 고비점 물질을 첫 번째 컬럼의 역방향으로 쓸어내고 두 번째 컬럼은 정방향으로 쓸어냅니다. 이 구성의 백플러시 시간은 1.3분이었습니다.

- **펄스 비분할 주입**은 주입구에서 GC 컬럼으로의 분석물질 이송을 극대화합니다. 50psi의 펄스 압력은 ACN 3μL를 주입할 수 있어, 대마 시료의 검출 한계(LOD)를 보다 낮출 수 있습니다.
- **PSD**는 백플러싱 응용 분석에 최적화된 Agilent 8890 GC 기체역학 모듈입니다. 백플러시 동안의 고압에서 고정 저항체에서 버려지는 유속이 수백 mL/분이 될 수 있습니다. PSD는 고압에서도 사용자 정의 설정값(기본 3mL/분)을 유지하여, 필요한 가스 유속을 크게 감소시킵니다. 또한, PSD가 중간 컬럼 백플러시 구성일 때 펄스 동안에 컬럼 1과 2의 컬럼 유속이 각각 상승하여 펄스 비분할 모드 설정이 단순해집니다.
- **Agilent MassHunter 농약 및 환경 오염물질 MRM 데이터베이스**는 분석물질 당 최대 8개의 MRM 전이를 포함하여, 사용자는 농약 분석 수집 분석법 구축을 간소화할 수 있습니다. 데이터베이스는 머무름 시간 고정 분석법을 위한 머무름 시간을 포함합니다.
- **다이내믹 MRM 모드**는 대규모 다중 분석물질 분석 수행과 가장 효율적인 자동 머무름 시간 분포로 좁은 피크를 정확하게 정량하는 기능을 제공합니다.
- **머무름 시간 고정**은 새로운 컬럼 또는 기기가 MRM 데이터베이스 또는 기존 분석법과 일치하는 머무름 시간을 가질 수 있도록 합니다. 이는 분석법 유지보수와 시스템 설정을 간소화합니다.

- GC/TQ의 Agilent MassHunter Optimizer**는 전구 및 생성 이온 선택과 충돌 에너지 최적화를 비롯한 MRM 전이의 자동 최적화를 가능하게 합니다. Optimizer는 캐나다 표적 목록 농약인 kinoprene의 MRM 전이를 최적화하는데 사용하였습니다.

그림 1은 이 응용에 사용한 시스템 구성입니다.

표 1 과 2는 기기 운용 파라미터입니다. Kinoprene 및 중수소화 내부 표준물질을 제외한 모든 농약의 MRM 전이는 MassHunter 농약 및 환경 오염물질 MRM 데이터베이스로 제공되었습니다.

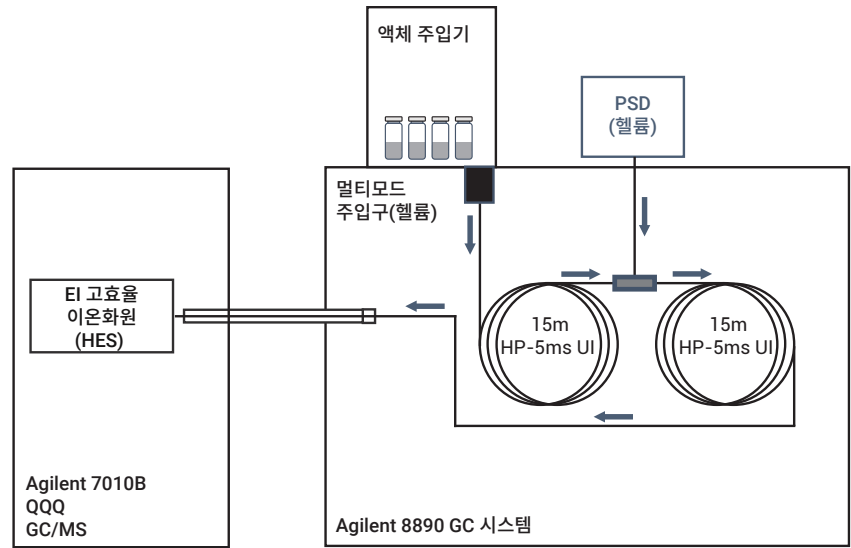


그림 1. 시스템 구성

표 1. 농약 분석을 위한 GC 및 MS 조건

빠른 오븐, 자동 시료 주입기 및 트레이를 갖춘 Agilent 8890 GC 시스템	
주입구	멀티모드 주입구(MMI)
모드	펄스 비분할
주입 펄스 압력	0.75분 동안 50psi
분할 배출 퍼지 유속	0.7분에 50mL/분
셋업 퍼지 유속 모드	전환됨
주입 부피	3.0µL
주입 유형	역방향 2단 샌드위치
L1 에어 갭	0.2µL
L2 주입 부피	0.4µL
L2 에어 갭	0.2µL
주입구 온도	280°C
운반 가스	헬륨
주입구 라이너	Agilent 4 mm single taper, with glass wool (p/n 5190-2293)
오븐	
초기 오븐 온도	60°C
초기 오븐 유지 시간	1분
승온 속도 1	40°C/분
최종 온도 1	170°C
최종 유지 시간 1	0분
승온 속도 2	10°C/분
최종 온도 2	310°C
최종 유지 시간 2	3분
총 분석 시간	20.75분
분석 후 실행 시간	1.3분
평형 시간	0.5분

컬럼 1	HP-5MS UI, 15m × 0.25mm, 0.25µm (p/n 19091S-431UI)
제어 모드	일정 유속
유속	1.091mL/분
주입구 연결	MMI
배출구 연결	PSD(PUU)
분석 후 실행 유속 (백플러시)	-12.906mL/분
컬럼 2	HP-5MS UI, 15m × 0.25mm, 0.25µm (p/n 19091S-431UI)
제어 모드	일정 유속
유속	1.291mL/분
주입구 연결	PSD(PUU)
배출구 연결	MSD
분석 후 실행 유속 (백플러시)	13.429mL/분
MS	
모델	Agilent 7010B QQQ GC/MS
이온화원	고효율 이온화원
진공 펌프	고성능 터보
튠 파일	Atunes.eihs.tune.xml
모드	dMRM
용매 지연 시간	3분
EM 전압 게인 모드	10
사중극자 온도 (MS1 및 MS2)	150°C
이온화원 온도	280°C
이송 라인 온도	280°C
He 퀀치 가스	2.25mL/분
N ₂ 충돌 가스	1.5mL/분

표 2. 정량자 및 정성자에 사용되는 MRM 전이.

화합물 명	RT(분)	정량자	정성자 1	정성자 2	정성자 3
Dichlorvos-d6	4.646	115.0 → 83.0	151.0 → 115.0	193.0 → 99.0	82.9 → 47.0
Dichlorvos	4.673	185.0 → 93.1	144.9 → 109.0	109.0 → 79.0	
Mevinphos	5.598	127.0 → 94.9	127.0 → 109.0	109.0 → 78.9	
Acephate	5.650	94.0 → 47.0	94.0 → 64.0	136.0 → 94.0	
Oxamyl	6.297	115.0 → 72.0	98.0 → 69.0	98.0 → 58.0	162.0 → 114.9
Propoxur	6.833	110.0 → 63.0	110.0 → 64.0	152.0 → 110.0	
Ethoprophos	7.019	157.9 → 97.0	157.9 → 114.0	138.9 → 97.0	
Naled	7.248	145.0 → 109.0	109.0 → 79.0	185.0 → 93.0	
Dimethoate	7.776	125.0 → 47.0	125.0 → 79.0	87.0 → 46.0	
Carbofuran	7.847	164.2 → 149.1	149.1 → 121.1	149.1 → 77.1	
Pentachloronitrobenzene	8.227	248.8 → 213.8	141.9 → 106.9	176.9 → 141.9	
Diazinon	8.285	137.1 → 84.0	137.1 → 54.0	199.1 → 93.0	
Spiroxamine	9.084	100.0 → 58.1	101.0 → 59.0	126.0 → 84.0	
Parathion-methyl	9.160	263.0 → 109.0	109.0 → 79.0	125.0 → 79.0	125.0 → 47.0
Carbaryl	9.237	144.1 → 116.1	144.1 → 89.0	115.1 → 89.0	
Metalaxyl	9.337	234.0 → 146.1	234.0 → 174.1	220.0 → 192.1	
Methiocarb	9.580	168.0 → 109.1	168.0 → 153.1	153.0 → 109.1	
Malathion	9.734	126.9 → 99.0	157.8 → 125.0	173.0 → 99.0	
Kinoprene	9.740	149.0 → 77.0	149.0 → 91.0	221.0 → 109.2	
Chlorpyrifos	9.959	313.8 → 257.8	198.9 → 171.0	196.9 → 169.0	
MGK-264	10.441	164.0 → 98.1	164.0 → 80.1	111.0 → 82.0	
Fipronil	10.648	366.8 → 212.8	254.9 → 228.0	350.8 → 254.8	367.0 → 213.0
Captan-d6	10.705	84.0 → 81.0	84.0 → 53.0	112.1 → 84.0	154.0 → 84.1
Captan	10.755	149.0 → 70.0	149.0 → 79.1	151.0 → 79.0	151.0 → 80.0
Chlordane-trans	11.045	375.0 → 266.0	271.7 → 236.9	372.8 → 265.8	
Paclobutrazol	11.099	236.0 → 125.0	236.0 → 167.1	125.1 → 89.0	
Chlordane-cis	11.318	375.0 → 266.0	271.7 → 236.9	372.8 → 265.8	
Fludioxonil	11.557	248.0 → 127.1	248.0 → 182.0	248.0 → 154.1	
Myclobutanil	11.711	179.0 → 125.1	179.0 → 90.0	150.0 → 123.0	
Kresoxim-methyl	11.829	116.0 → 89.0	116.0 → 63.0	131.0 → 89.0	
Chlorfenapyr	12.055	247.0 → 227.0	249.0 → 112.0	328.0 → 247.0	
Trifloxystrobin	12.920	116.0 → 89.0	116.0 → 63.0	131.0 → 89.0	172.0 → 95.0
Propiconazole I	13.108	172.9 → 109.0	172.9 → 145.0	172.9 → 74.0	
Propiconazole II	13.247	172.9 → 109.0	172.9 → 145.0	172.9 → 74.0	
Tebuconazole	13.279	250.0 → 125.0	125.0 → 99.0	125.0 → 89.0	
Spiromesifen	13.711	272.0 → 254.2	272.0 → 209.2	273.0 → 255.1	
Bifenthrin-d5	13.954	181.0 → 165.2	187.1 → 171.1	141.0 → 91.0	170.1 → 119.1
Bifenthrin	13.977	181.0 → 165.2	181.0 → 166.2	166.2 → 165.2	
Permethrin	15.719	163.0 → 127.0	182.9 → 155.1	183.1 → 153.1	183.1 → 168.1

Pyridaben	15.761	147.2 → 117.1	147.2 → 132.2	147.2 → 105.1	
Coumaphos	15.840	361.9 → 109.0	210.0 → 154.1	225.9 → 198.1	225.9 → 163.1
Cyfluthrin	16.244	163.0 → 127.0	162.9 → 90.9	206.0 → 150.0	
Boscalid	16.561	140.0 → 76.0	140.0 → 112.0	111.9 → 76.0	
Cypermethrin	16.563	163.0 → 127.0	163.0 → 91.0	181.0 → 152.1	
Ethofenprox	16.770	163.0 → 107.1	163.0 → 135.1	135.0 → 107.0	
Azoxystrobin-d4	18.426	348.2 → 333.1	348.2 → 183.1	348.2 → 172.0	348.2 → 156.0
Azoxystrobin	18.445	344.1 → 171.9	344.1 → 182.9	344.1 → 329.0	
Dimethomorph	18.433	300.9 → 165.0	302.9 → 164.9	386.8 → 300.9	

매질 매치 검량 표준물질은 건조한 무농약 대마꽃 추출물로 제조했습니다. 그림 2는 애질런트 권장 시료 전처리 절차입니다.

결과 및 토의

43종, GC 분석 농약의 캘리포니아 규정 LOQ 충족

43종 농약에 대한 캘리포니아 규정 LOQ를 성공적으로 충족하였습니다. 42종은 LOQ ≤0.8ppb 바이알 내(건조 대마 식물 재료의 ≤100ppb)이며, 42종 농약 중 36종은 LOQ ≤0.08ppb 바이알 내(건조 대마 식물 재료의 ≤10ppb, 여기서 식물 물질의 ppb는 ng/g과 상응)를 나타냅니다. Captan, cis- 및 trans-chlordane, pentachloronitrobenzene(표 3에 강조)은 일반적으로 LC/MS분석은 어렵지만, 이 분석법에서 규정한 LOQ는 충족했습니다.

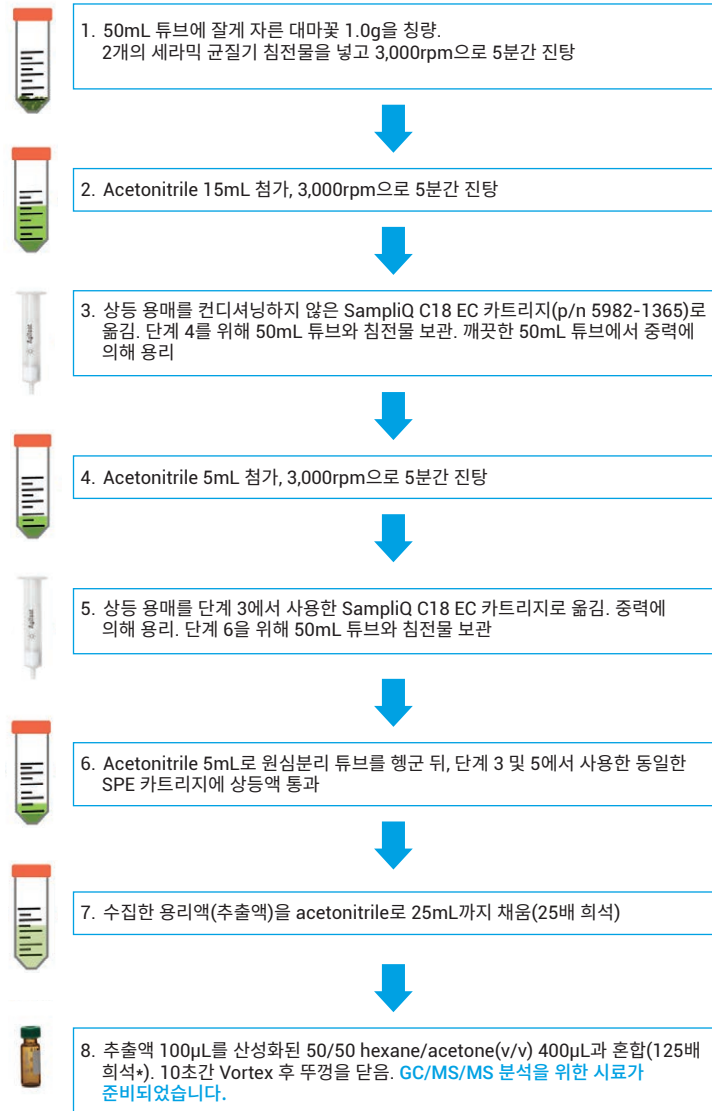


그림 2. GC/MS/MS 분석을 위한 시료 전처리 절차 개요도. * 희석 용매는 0.1% 포름산으로 산성화

표 3. 캘리포니아 규정 LOQ를 충족하는 선택된 GC 분석 농약

화합물	RT (분)	캘리포니아 보고 한계 (건조 대마 식물 재료의 ppb)	캐나다 보고 한계 (건조 대마 식물 재료의 ppb)	LOQ*(8890/7010) (건조 대마 식물 재료의 ppb)	LOQ (ppb 바이알 내)	검량 상한 (ppb 바이알 내)	R ²
Acephate	5.650	100	20	100	0.8	10	0.9978
Azoxystrobin	18.445	100	20	10	0.08	5	0.9945
Bifenthrin	13.977	3,000	개발 중(100)	100	0.8	50	0.9971
Boscalid	16.561	100	20	6.25	0.05	5	0.9960
Captan	10.755	700	N/A	100	0.8	25	0.9997
Carbaryl	9.237	500	50	10	0.08	25	0.9986
Carbofuran	7.847	100	20	10	0.08	5	0.9947
Chlordane-cis	11.318	100	N/A	6.25	0.05	5	0.9996
Chlordane-trans	11.045	100	N/A	6.25	0.05	5	0.9995
Chlorfenapyr	12.055	100	개발 중(100)	6.25	0.05	5	0.9948
Chlorpyrifos	9.959	100	개발 중(10)	6.25	0.05	5	0.9982
Coumaphos	15.840	100	20	6.25	0.05	5	0.9985
Cyfluthrin	16.244	2,000	개발 중(3,750)	6.25	0.05	5	0.9976
Cypermethrin	16.563	1,000	개발 중(3,750)	10	0.08	25	0.9981
Diazinon	8.285	100	개발 중(10)	6.25	0.05	5	0.9985
Dichlorvos	4.673	100	100	6.25	0.05	5	0.9933
Dimethoate	7.776	100	20	6.25	0.05	5	0.9940
Dimethomorph	18.433	2,000	N/A	6.25	0.05	25	0.9992
Ethoprophos	7.019	100	20	6.25	0.05	5	0.9977
Etofenprox	16.770	100	개발 중	10	0.08	5	0.9997
Fipronil	10.648	100	60	6.25	0.05	5	0.9907
Fludioxonil	11.557	100	20	6.25	0.05	5	0.9933
Kinoprene	9.740	N/A	개발 중	100	0.8	25	0.9998
Kresoxim-methyl	11.829	100	개발 중(10)	6.25	0.05	5	0.9980
Malathion	9.734	500	20	6.25	0.05	25	0.9998
Metalaxyl	9.337	2,000	20	6.25	0.05	25	0.9997
Methiocarb	9.580	100	20	6.25	0.05	5	0.9965
Methyl-parathion	9.160	100	개발 중	6.25	0.05	5	0.9924
Mevinphos	5.598	100	50	6.25	0.05	5	0.9927
MGK-264	10.441	100	개발 중	6.25	0.05	5	0.9982
Myclobutanil	11.711	100	20	100	0.8	10	0.9964
Naled	7.248	100	개발 중	18.75	0.15	5	0.9935
Oxamyl	6.297	500	3,000	312.5	2.5	50	0.9995
Paclobutrazol	11.099	100	20	6.25	0.05	5	0.9932
Pentachloronitrobenzene	8.227	100	N/A	6.25	0.05	5	0.9994
Permethrin	15.719	500	개발 중(500)	6.25	0.05	25	0.9993
Propiconazole I	13.108	100	개발 중(10)	6.25	0.05	5	0.9920
Propiconazole II	13.247	100	개발 중(10)	6.25	0.05	5	0.9937
Propoxur	6.833	100	20	6.25	0.05	5	0.9955
Pyridaben	15.761	100	50	6.25	0.05	5	0.9992
Spiromesifen	13.711	100	3000	6.25	0.05	5	0.9953
Spiroxamine	9.084	100	개발 중	6.25	0.05	5	0.9987

Tebuconazole	13.279	100	개발 중(10)	6.25	0.05	5	0.9963
Trifloxystrobin	12.920	100	20	100	0.8	10	0.9968

* 건조 대마 식물 재료의 LOQ는 100% 농약 회수율을 가정하여 측정하였습니다. 내부 표준물질(ISTD) 매질 매치 검량은 dichlorovo, captan, bifenthrin, azoxystrobin에 대해 수행하였습니다. ISTD는 샌드위치 주입으로 첨가하였습니다. 외부 표준물질(ESTD) 매질 매치 검량은 나머지 분석 농약에 대해 수행하였습니다. 검량 범위 상한은 농약의 요구 LOQ에 기반하여 선택하였습니다.

LC/MS로 분석이 어려운 농약의 성공적인 GC/MSD 분석

그림 3은 pentachloronitrobenzene, chlordane-trans, chlordane-cis 및 captan에 대한 LOQ 수준의 GC/MS MRM 크로마토그램입니다. 이들 농약은 일반적으로 LC/MS 분석에 어려움이 있습니다. 여기에서 설명하는 GC/MS 분석법으로 이들 농약은 캘리포니아 규정보다 낮은 LOQ를 가집니다.

보고된 LOQ는 %RSD<20의 주어진 농도 수준에서 10회 반복 연속 주입에 기반합니다. 각 농약에 대한 fg 온컬럼의 기기 검출 한계(IDL)는 그림 3과 같이 LOQ 수준에서 매질 매치 검량 표준물질의 10회 반복 연속 주입으로 측정하였습니다. IDL은 공식 1에 따라 계산하였습니다. 99% 신뢰 구간(t_{α})에서 10회 측정에 대한 t-test 통계 값은 2.821이었습니다. 표 3은 측정된 IDL입니다.

$IDL = (t_{\alpha})(RSD)(\text{온컬럼 표준물질 양})/100\%$
공식 1.

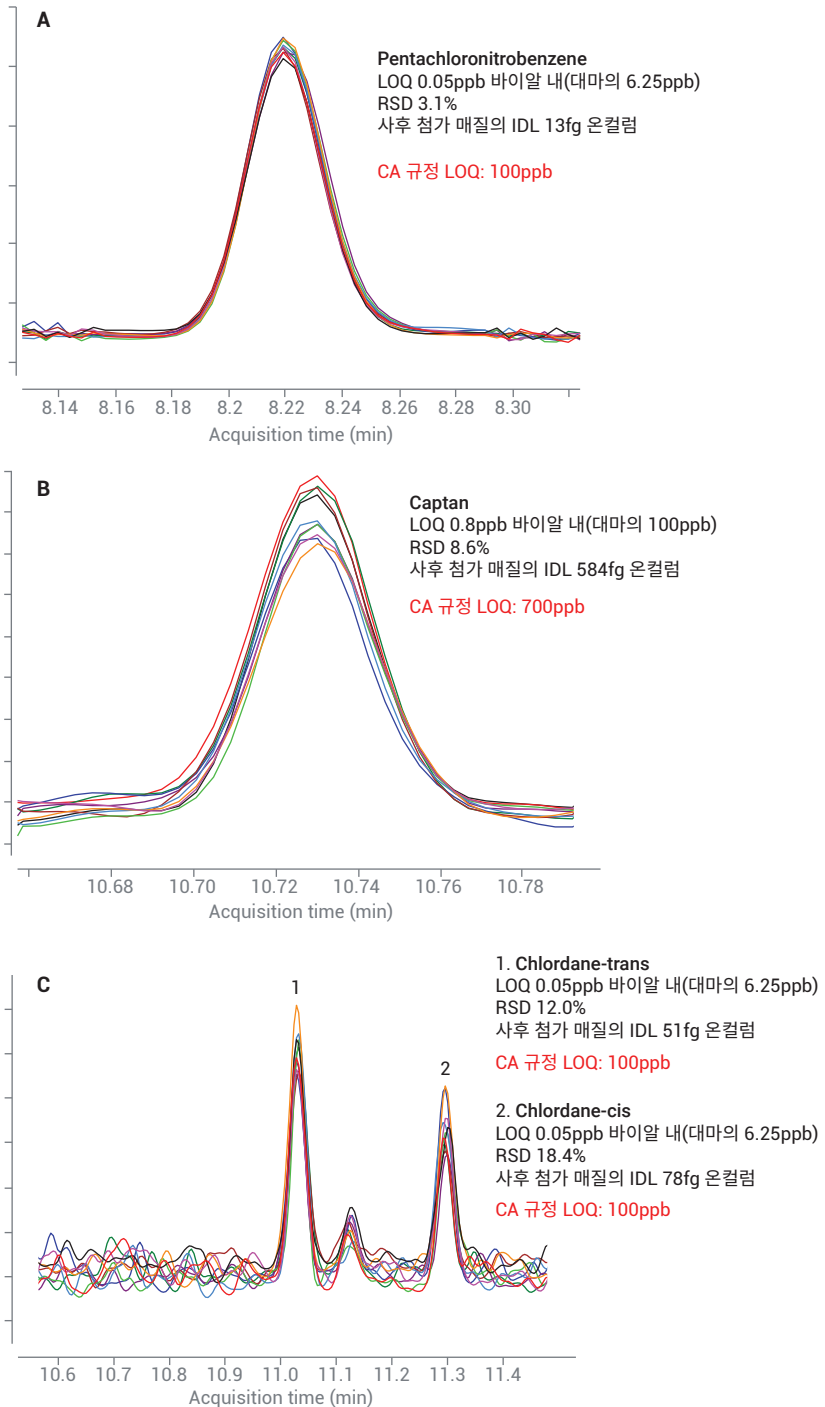


그림 3. LOQ 수준에서 pentachloronitrobenzene(quintozene), captan, chlordane-trans, chlordane-cis의 10회 연속 주입 MRM 크로마토그램

캘리포니아 규정 LOQ를 충족하는 43종 농약 모두는 검량 범위에서 우수한 직선성을 나타냈습니다. 표 3은 R² 값을 나타내며, 그림 4는 선택한 검량선입니다.

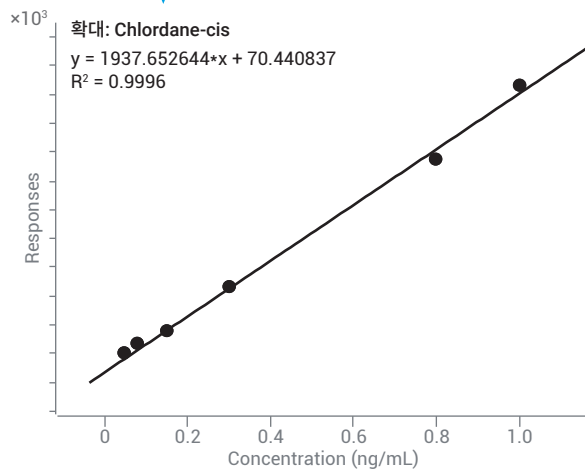
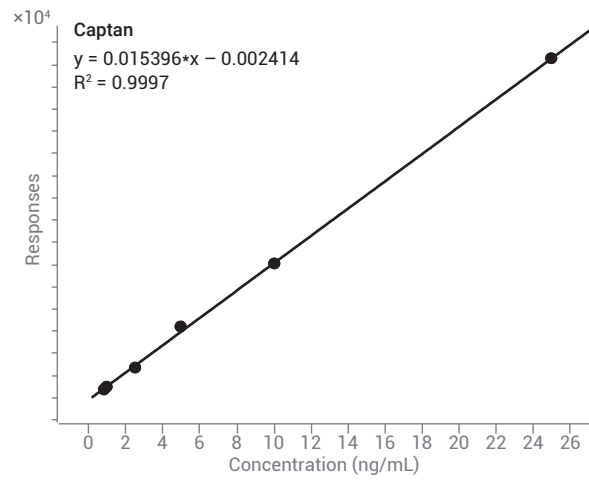
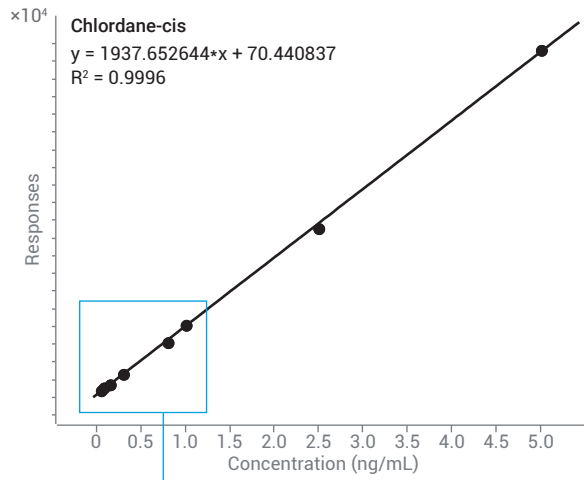
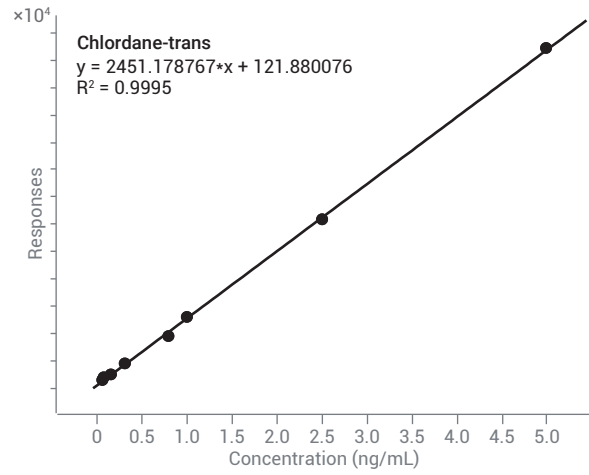
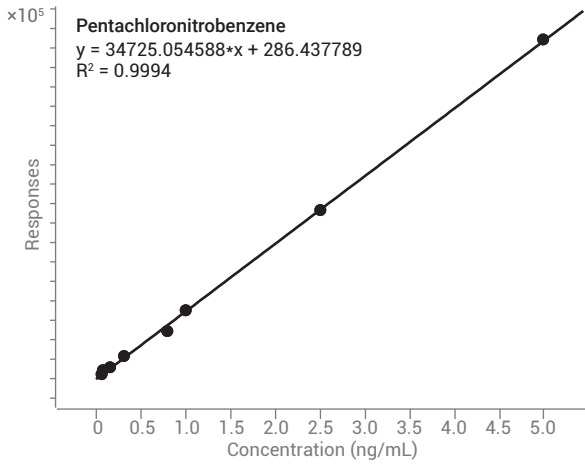


그림 4. Pentachloronitrobenzene(quintozene), chlordane-trans, chlordane-cis, captan의 선형 검량선 선택

30종, GC 분석 농약의 현재 캐나다 규정 LOQ 충족

캐나다 규정 대마 농약의 요구 LOQ는² 일반적으로 미국의 규정보다 낮습니다. 표 3은 캐나다의 규정 및 제안 LOQ를 충족하는 30종 농약입니다. 이들 중 24종 농약의 경우, 캐나다 요구 LOQ는 캘리포니아 요구 LOQ 보다 낮았습니다. 예를 들어, 캐나다 보건부가 규정한 metalaxyl의 LOQ는 2ppm 보다 100배 낮은 20ppb입니다. Agilent 8890 GC 시스템 및 7010B TQ GC/MS의 결합과 본 연구에서 기술한 분석법으로 규정 LOQ를 성공적으로 충족하였습니다.

Kinoprene의 정량: 캐나다에서 규제하는 까다로운 농약

Captan, chlordane, pentachloronitrobenzene과 유사하게 kinoprene은 LC/MS 분석이 어려운 것으로 알려져 있습니다. 또한, GC/MS 분석에 있어서도 까다로운 화합물 중 하나입니다. 현재, kinoprene은 캐나다에서 신선한 대마 및 식물, 대마 오일에서만 규제하고 있습니다; 그러나, USEPA 환경 평가는 kinoprene을 고독성으로 분류합니다⁴.

그림 5는 Agilent 8890 GC 시스템과 Agilent 7010B QQQ GC/MS의 결합으로 LOQ 0.8ppb 바이알 내(건조 대마 식물 물질의 100ppb)인 kinoprene의 정량이 가능한 것을 보여줍니다. Kinoprene의 MRM 전이는 GC/TQ의 MassHunter Optimizer로 대마 매질에 최적화되었습니다.

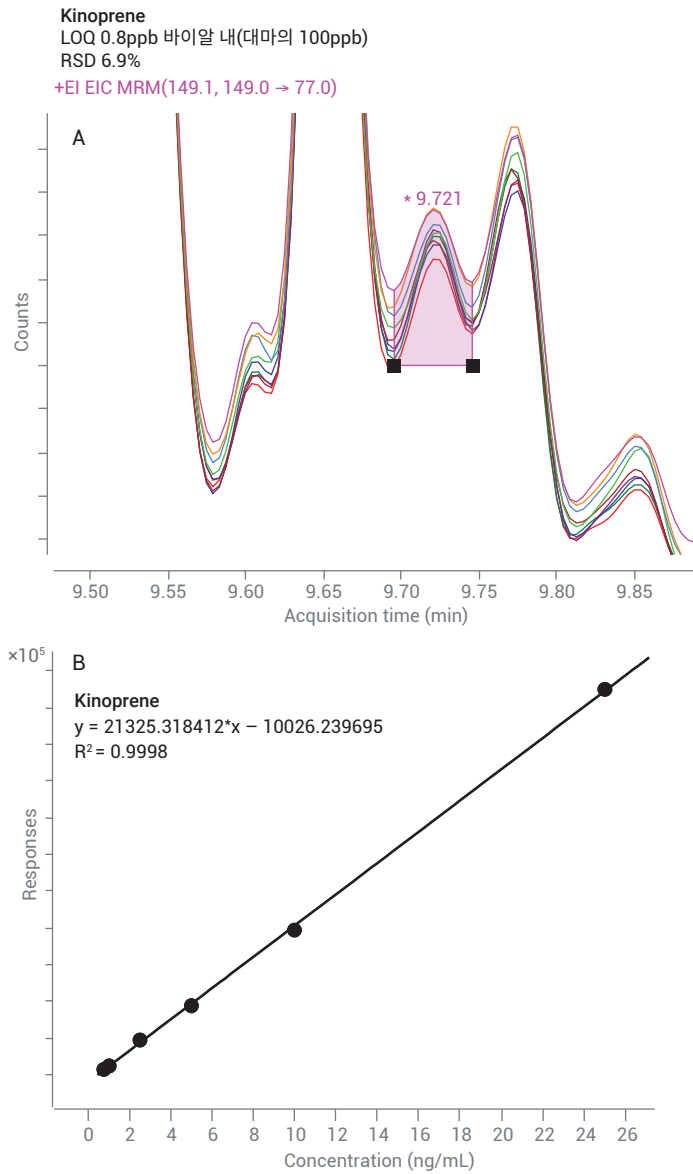


그림 5. LOQ에서 연속 kinoprene MRM 크로마토그램 10개 오버레이 및 선형 검량선

가장 낮은 LOQ를 지원하는 최적화된 시료 전처리

다른 식물 및 채소와 비교하여, 대마는 잠재적인 간섭이 많으며 terpene, cannabinoid, flavonoid, phenol 및 지방산의 농도가 특히 높습니다. 대마 매질의 복잡성은 극미량 수준 농약의 검출과 정확한 정량을 더욱 어렵게 만듭니다. 애질런트 권장 시료 전처리 접근법은 단순성, 빠른 처리 시간, 향상된 감도 및 시스템 가동 시간을 위한 충분한 cleanup을 동시에 제공하기 위해 개발하였습니다.

Acetonitrile로 대마 식물 재료에서 농약을 추출하고 그림 2와 같이 Agilent SampliQ C18 EC SPE 카트리지(p/n 5982-1365)로 cleanup하였습니다. 이것은 GC/MS/MS 및 LC/MS/MS를 이용한 대마 분석을 위한 애질런트 다중 플랫폼 접근법에 맞추어 조정된 애질런트 표준 시료 전처리 절차입니다³. 그 결과 얻은 대마 추출물을 GC/MS/MS 분석 전에 추가로 희석하였습니다. 125배 이하로 희석한 대마 식물 재료 추출물의 분석은 MS 이온화원과 EM 검출기 과부하의 원인이 될 수 있어 권장되지 않습니다(그림 6).

요구 LOQ가 대마의 $\geq 100\text{ppb}$ 라면, 대마의 더 많은 희석을 제안합니다. 500배 희석 대마 식물 재료의 100ppb LOQ는 Agilent 8890 GC 시스템과 HES를 갖춘 Agilent 7010B QQQ GC/MS의 결합을 이용하여 70종 표적 농약의 85%에서 가능했습니다. 자세한 정보는 다른 자료에서 보다 상세히 설명되어 있습니다^{5,6}. 희석 인자가 높을수록 시스템의 매질 로드는 감소하므로 유지보수 없는 오랜 운용을 가능하게 합니다(그림 6).

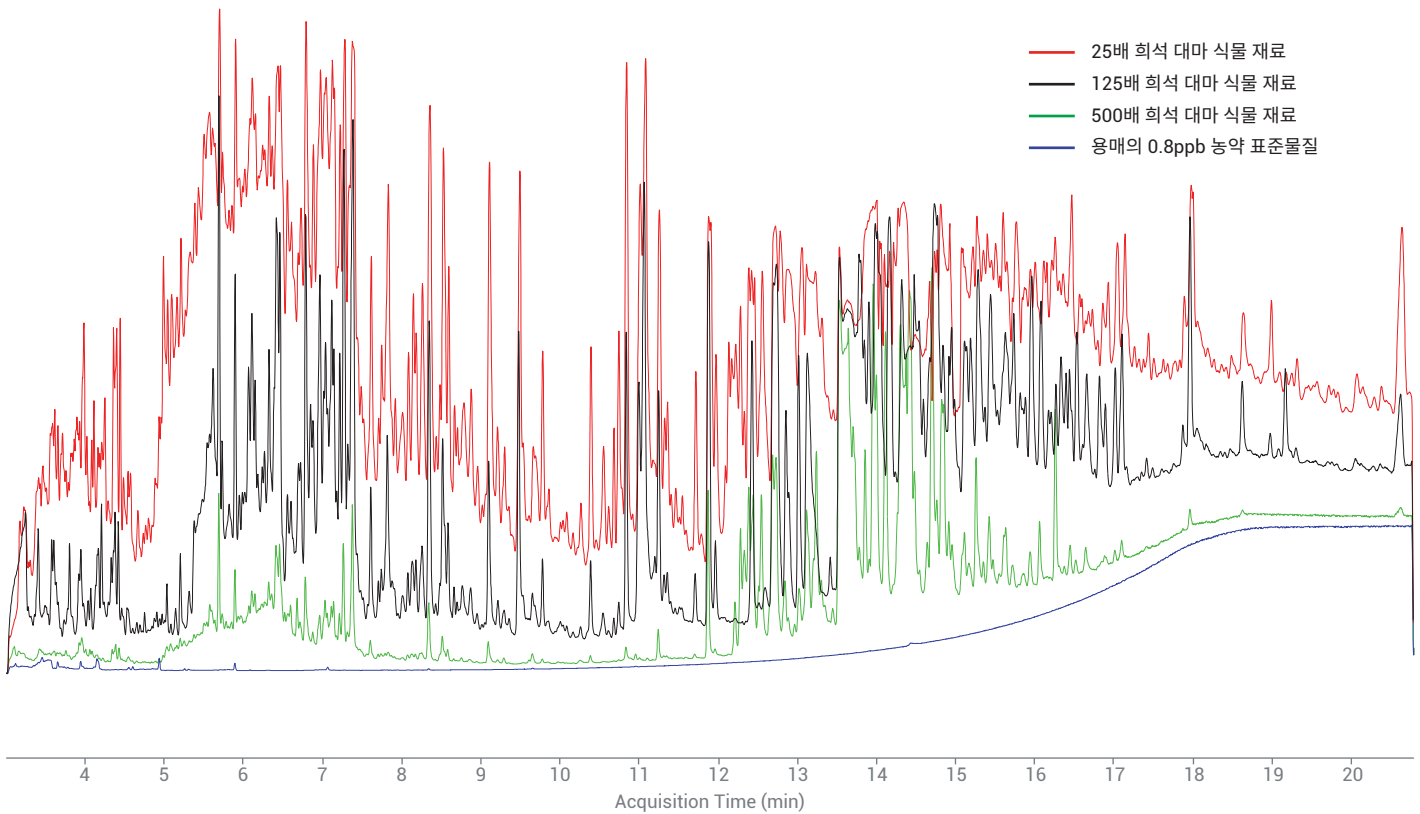


그림 6. 25, 125 및 500배 희석 대마 추출물 및 용매의 0.8ppb(바이알 내) 농약 표준물질의 스캔 TIC, 동일한 스케일로 표기

결론

캘리포니아 표적 목록의 대부분 농약에 대한 MRM 전이는 MassHunter 농약 및 환경 오염물질 MRM 데이터베이스에 포함되어, 수집 분석법 구축을 크게 간소화하였습니다. GC/TQ의 MassHunter Optimizer는 새로운 관심 화합물에 대한 MRM 개발을 가능하게 하였습니다. 백플러시는 시스템 유지보수의 필요를 줄여, 실험실의 생산성을 크게 향상하였습니다. Agilent 8890 GC 시스템의 PSD는 컬럼 백플러시와 함께 사용할 수 있도록 펄스 비분할 주입 모드를 단순화하고 헬륨 흐름을 크게 줄여 가스를 절약하고 운용 비용을 절감합니다. Agilent 7010B QQQ GC/MS는 복잡한 대마 매질의 농약 분석에서 우수한 감도와 선택성을 제공합니다.

대마초 통제국이 규제하는 43종 GC 분석 농약은 캘리포니아 규정 LOQ를 충족하였습니다. 125배 희석 대마 추출물 분석에서 36종 농약의 LOQ는 $\leq 0.08\text{ppb}$ 바이알 내(건조 대마 식물 재료의 $\leq 10\text{ppb}$, 100% 농약 회수율 가정)이며, 43종 농약은 LOQ $\leq 0.8\text{ppb}$ 바이알 내(건조 대마 식물 재료의 $\leq 100\text{ppb}$)였습니다.

감사의글

저자들은 Bruce Quimby, Ron Honnold, Pete Stone님의 작업에 대한 소중한 공헌에 감사를 표합니다.

참고문헌

1. Bureau of Cannabis Control. California Code of Regulations. Title 16, Division 42. Regular Regulations Text. October **2018**.
2. Pest Control Products Act. Government of Canada (S.C. 2002, c. 28), Current to October 3, **2018**. <http://laws-lois.justice.gc.ca/eng/acts/P-9.01/page-1.html>
3. Roy, J-F.; *et al.* A Sensitive and Robust Workflow to Measure Residual Pesticides and Mycotoxins From the Canadian Target List in Dry Cannabis Flower. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5994-0429EN, In press, **2018**.
4. United States Environmental Protection Agency. Prevention, Pesticides and Toxic Substances (7508W).
5. Asanuma, L.; *et al.* A novel comprehensive strategy for residual pesticide analysis in cannabis flower. *Agilent Technologies*, publication number 5991-9030, **2018**.
6. Churley, M.; *et al.* A Novel Approach to Sensitive Pesticide Analysis in Cannabis by GC/MS/MS. *Poster #60 NACRW* **2017**.

애질런트 제품 및 솔루션은 주/국가 법률에 따라 사용이 허용되는 실험실에서 대마초 품질 관리 및 안전 시험에 사용하도록 설계되었습니다.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 4월 16일, 한국에서 발행
5994-0568KO

한국애질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울 특별시 서초구 강남대로 369, A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com

