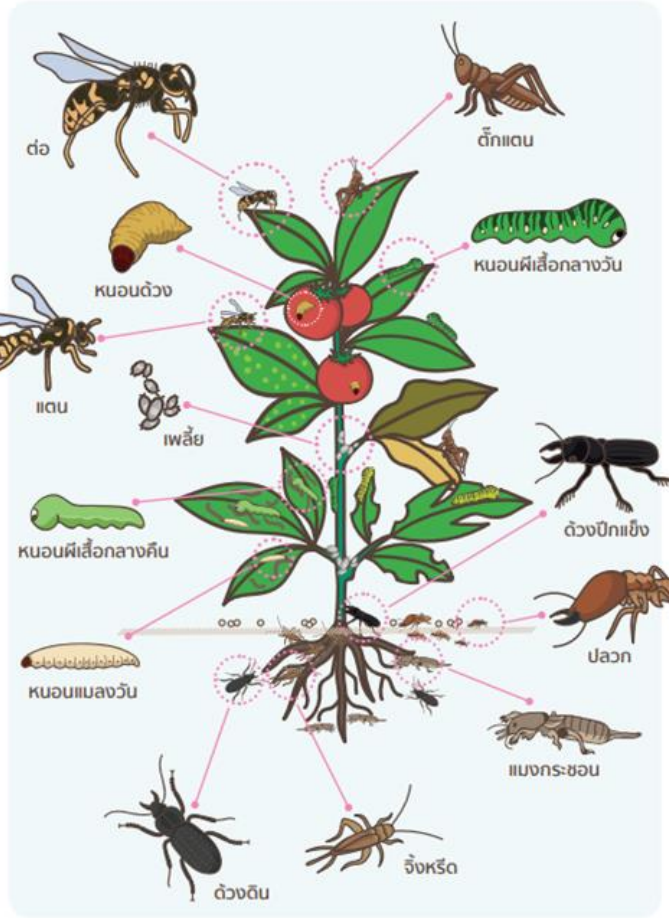
การวิเคราะห์หาปริมาณสารตกค้างในสินค้าทางการเกษตร

Vichanee Sornsa
GCMS Product Specialist

ประเทศไทยกับภาคอุตสาหกรรมเกษตร

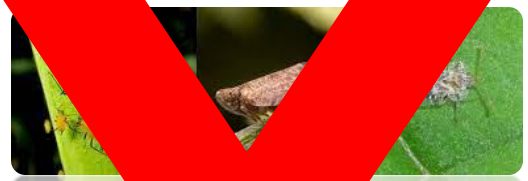
อุปสรรคทางด้านการเกษตร

- **ศัตรูพืช**



- แมลงจำพวกกัดกินใบ

- แมลง[illegible]ดน้ำเลี้ยง



- แมลงจำพวกหน[illegible]ำต้น

- แมลงจำ[illegible]กินราก

- แมลงจำพวกทำให้เกิดปุ่มหรือปม

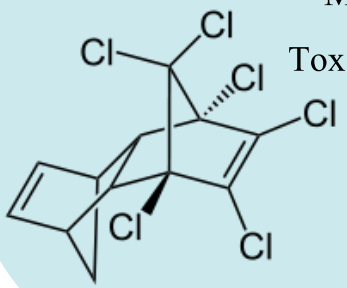
➢ คู่มือเกษตรกร “รู้ไว้ใช้จริง”

สารเคมีกำจัดศัตรูพืช

Pesticides

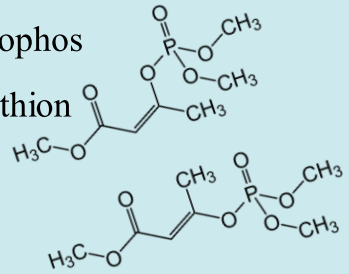
Organochlorine

Aldrin
Dieldrin
Endosulfan
Endrin
Chlordane
DDT
Heptachlor
Kepone
Lindane
Mirex
Toxaphene



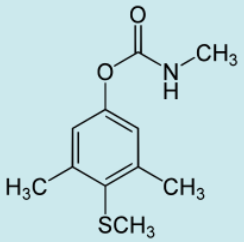
Organophosphate

Mevinphos
Parathion
Parathion-methyl
Ethion
Etrimfos
Fenitrithion
Formothion
Methacrifos
Naled
Acephate
Azamethiphos
Bromophos
Malathion



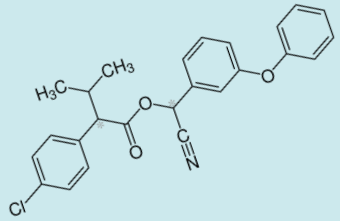
Carbamate

Aldicarb
Bendiocarb
Benfuracarb
Carbaryl
Carbofuran
Methiocarb



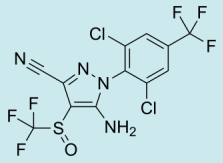
Pyrethroid

Allerthrin
Bifenthrin
Cyfluthrin
Cypermethrin
Deltamethrin
Esfenvalerate
Fenpropathrin
Fenvalerate



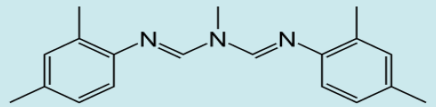
Fipronil

Fipronil



Amitraz

Amitraz



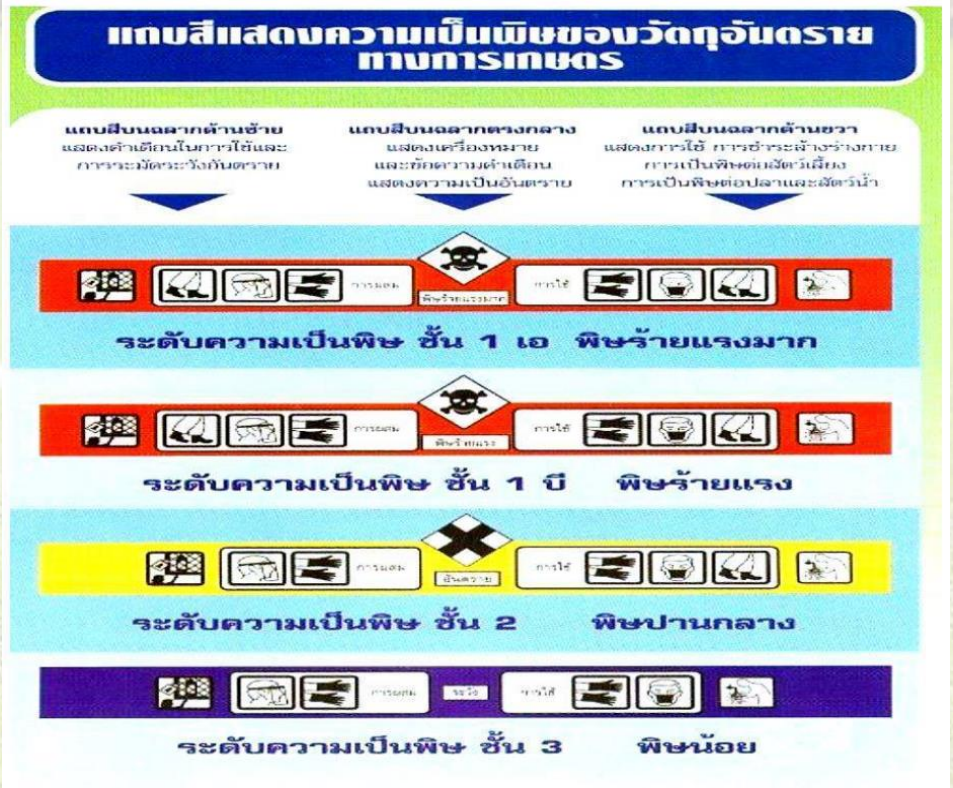
สารเคมีทางการค้า

- ระดับพิษของสารฆ่าศัตรูพืชตามองค์การอนามัยโลก

กลุ่ม Carbamate

สารประกอบทางเคมี Carbosulfan

ระดับความเป็นพิษ (Class)	ระดับความเป็นพิษที่ทำให้หนูทดลองตาย 50%(แอลดี 50) สำหรับหนู (มก./กก. น้ำหนักตัว)			
	ทางปาก		ทางผิวหนัง	
	ของแข็ง (สูตรผง, เม็ด)	ของเหลว (สูตรของเหลว)	ของแข็ง (สูตรผง, เม็ด)	ของเหลว (สูตรของเหลว)
1A พิษร้ายแรงมาก	5 หรือน้อยกว่า	20 หรือน้อยกว่า	10 หรือน้อยกว่า	40 หรือน้อยกว่า
1B พิษร้ายแรง	มากกว่า 5 ถึง 50	มากกว่า 20 ถึง 200	มากกว่า 10 ถึง 100	มากกว่า 40 ถึง 400
2 พิษปานกลาง	มากกว่า 50 ถึง 500	มากกว่า 200 ถึง 2000	มากกว่า 100 ถึง 1000	มากกว่า 400 ถึง 4000
3 พิษน้อย	มากกว่า 500	มากกว่า 2000	มากกว่า 1000	มากกว่า 4000



เอกสารแนะนำสำหรับการป้องกันการกำจัดแมลง

- ✓ คำแนะนำการใช้ สารเคมีกำจัดแมลงอย่างปลอดภัยต่อผู้ใช้ ผู้บริโภค และสภาพแวดล้อม
- ✓ พิษและอันตรายของสารป้องกันกำจัดศัตรูพืช
- ✓ เพิ่มเติมความรู้การป้องกัน กำจัดแมลง-สัตว์ศัตรูพืช อย่างถูกต้องและเหมาะสม
- ✓ ให้คำแนะนำการใช้สารกำจัดแมลงแบบ หมุนเวียน ตามกลุ่มกลไกการออกฤทธิ์เพื่อชะลอปัญหาความต้านทาน

การตรวจสอบคุณภาพทางการเกษตรสำหรับผู้บริโภค

สัญลักษณ์ตัว Q สีเขียว ตรารับรอง GAP (Good Agriculture Practices–การปฏิบัติทางการเกษตรที่ดีและเหมาะสม) ตรวจสอบและรับรองโดยกรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เน้นไปที่วิธีการผลิตของเกษตรกร สามารถใช้สารเคมีได้ แต่ต้องอยู่ในปริมาณที่เหมาะสม เพื่อความปลอดภัยต่อเกษตรกรและผู้บริโภค

มาตรฐานสำหรับการส่งออกผักผลไม้สดซึ่งจำเป็นจะต้องขอการรับรอง GAP พืชอาหาร ของกรมวิชาการเกษตร ซึ่งเป็นมาตรฐานบังคับสำหรับการส่งออกในบางประเทศ โดยเฉพาะประเทศกลุ่มสหภาพยุโรป ข้อกำหนดมาตรฐานจะเกี่ยวข้องกับคุณภาพ ความปลอดภัยสินค้า การสอบกลับ สุขอนามัยในแปลง การจดบันทึกเป็นต้น ซึ่งผู้ต้องการใบรับรอง

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข เป็นการรับรองที่ปลายทางว่าผลิตภัณฑ์นั้นๆ ได้ผ่านระบบการสุ่มตรวจสอบสารพิษตกค้างที่ได้มาตรฐาน

Thai Maximum Residue Limits (MRL)

มาตรฐานสินค้าเกษตร

มกษ. 9002-2556

THAI AGRICULTURAL STANDARD

TAS 9002-2556

สารพิษตกค้าง : ปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด

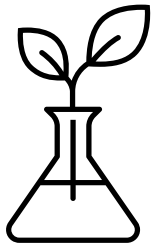
PESTICIDE RESIDUES : MAXIMUM RESIDUE LIMITS

สำนักงานมาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหารแห่งชาติ

กระทรวงเกษตรและสหกรณ์

บัญชีหมายเลข 1 ท้ายมาตรฐานสินค้าเกษตร

วัตถุอันตรายทางการเกษตร	ชนิดสารพิษตกค้าง	สินค้าเกษตร	ปริมาณสารพิษตกค้างสูงสุด (MRL) มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม(mg/kg)
คลอร์ไพริฟอส (chlorpyrifos)	คลอร์ไพริฟอส	กระเจี๊ยบเขียว	0.5
		กล้วย	2
		ข้าวเปลือก	0.5
		ข้าวสาร	0.1
		เครื่องเทศกลุ่มเมล็ด	5
		เครื่องเทศกลุ่มผล	1
		เครื่องเทศกลุ่มราก	1
		เงาะ	0.5
		ถั่วเหลืองเมล็ดแห้ง	0.1
		ถั่วเหลืองฝักสด	1
		ปาล์มน้ำมัน	0.05
		พอมไหญ่	0.2
		เนื้อโค กระบือ	1 (ไขมัน)
		เนื้อแกะ แพะ	1 (ไขมัน)
		เครื่องในโค กระบือ	0.01
		เครื่องในแกะ แพะ	0.01
		เนื้อสุกร	0.02 (ไขมัน)
		เครื่องในสุกร	0.01
		เนื้อสัตว์ปีก	0.01(ไขมัน)
		เครื่องในสัตว์ปีก	0.01

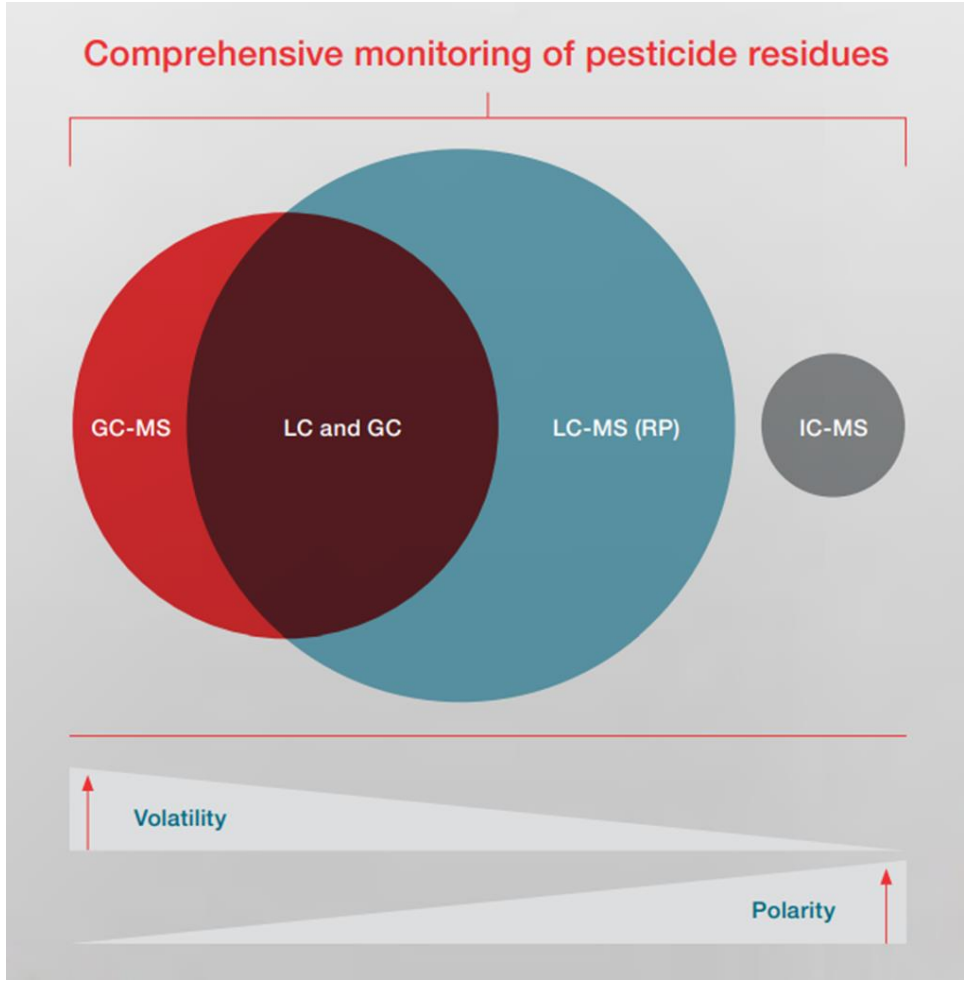


Thai MRL vs Codex and EU

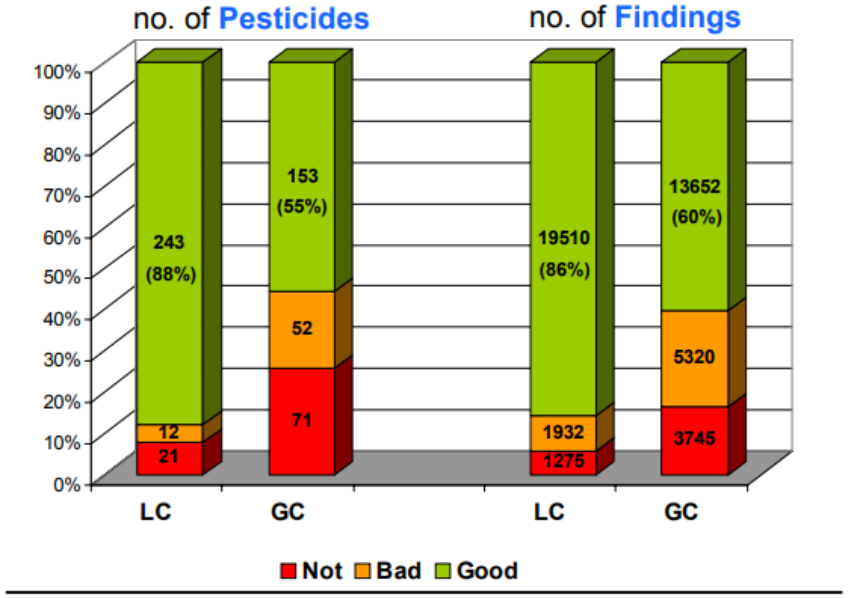
ลำดับที่	สินค้าเกษตร	สารเคมีกำจัดศัตรูพืช[12]	MRLs (มิลลิกรัม/กิโลกรัม)			หมายเหตุ
			โคเด็กซ์[13]	ไทย[14]	สหภาพยุโรป[15]	
1	ข้าวสาร (codex-rice polished, EU-rice)	2, 4 ดี (2, 4-D)	ไม่กำหนด	0.1	0.05*	สหภาพยุโรป - กำหนดสารพิษตกค้างในข้าวสารไว้ 452 ชนิด และสารพิษชนิดใดไม่ได้กำหนด MRLs ไว้ให้ใช้ค่า 0.01 มิลลิกรัม/กิโลกรัม เป็นมาตรฐาน (*) ปริมาณต่ำสุดของการตรวจวิเคราะห์
		คลอไพริฟอส (chlorpyrifos)	ไม่กำหนด	0.1	0.05*	
		คาร์บาริล (carbaryl)	1	1	1	
		คาร์เบนดาซิม / เบโนมิล (carbendazim /benomyl)	ไม่กำหนด	2	0.01*	
		คาร์โบซัลแฟน (carbosulfan)	ไม่กำหนด	0.2	0.05*	
		คาร์โบฟูราน (carbofuran)	ไม่กำหนด	0.1	0.02*	
		ไดไทโอคาร์บาเมต (dithiocarbamates)	ไม่กำหนด	0.05	0.05*	
		ไดควอท (Diquat)	0.2	ไม่กำหนด	0.05*	
		ฟลูโตลานิล (Flutolanil)	1	ไม่กำหนด	2	
		พาราควอท (paraquat)	ไม่กำหนด	0.1	0.05	
		พิริมิฟอสเมทิล (pirimiphos-methyl)	ไม่กำหนด	7	5	
		เฟนิโทรไทออน (fenitrothion)	ไม่กำหนด	1	0.05*	

MRL > 0.01 mg/kg

Instrument for analysis pesticide



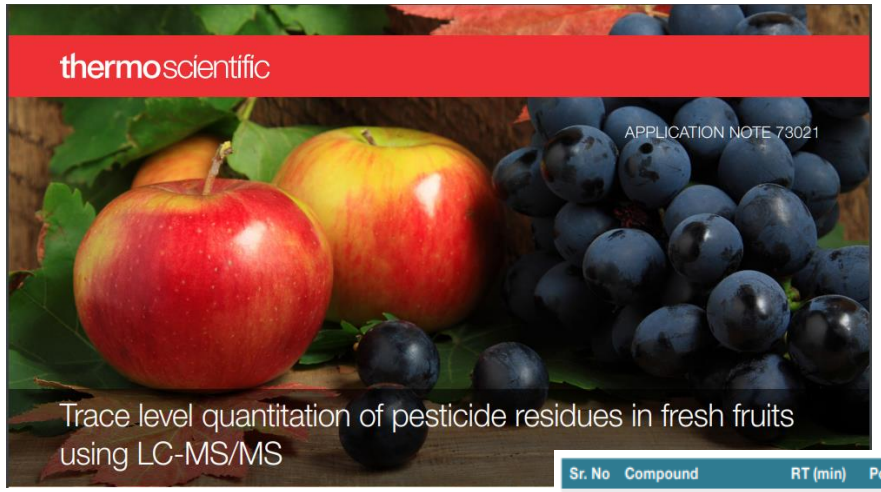
GC good LC not (GC-G LC-N)	**GC good LC bad** (GC-G LC-B)	**GC bad LC not** (GC-B LC-N)	**GC bad LC bad** (GC-B LC-B)	**GC good LC good** (GC-G LC-G)	**GC bad LC good** (LC-G GC-B)	**GC not LC good** (LC-G GC-N)
Endosulfan, sum	Procymidone	Captan/Folpet	Iprodione	Cyprodinil	Dimethoate, Omethoate	Carbendazim, sum
Brompropylate	Vinclozolin	Chlorothalonil	Dicloran	Fludioxonil	Triadimefon, Triadimenol	Imidacloprid
Chlorfenapyr	Fenitrothion	Dicofol	Oxyfluorfen	Chlorpyrifos	Imazalil	Spinosad
Tetradifon	Tolclofos-methyl			Tolylfluanid	Difenoconazole	Thiacloprid
Chlorthal-dimethyl	Acrinathrin			Myclobutanil	Dimethomorph	Fenbutatin oxide
...	...			...	...	...
18 pesticides	9 pesticides	3 pesticides	3 pesticides	126 pesticides	46 pesticides	71 pesticides



Performance of the Instrument.

MRL > 0.01 mg/kg

Quantitative of Pesticide Residues in Fruits by LC-MS/MS



- 160 Compound

Liquid chromatography method	
Instrumentation:	Vanquish Flex UHPLC
Column:	Thermo Scientific™ Hypersil GOLD™ (100 mm × 2.1 mm × 1.9 µm) (P/N 25002-102130)
Sample compartment temp.:	10 °C
Column oven temp.:	25 °C
Injection volume:	5 µL
Mobile phase:	A: 2 mM ammonium formate + 0.1% formic acid in water/ acetonitrile (90:10, v/v) B: 2 mM ammonium formate + 0.1% formic acid in water/ acetonitrile (10:90, v/v)
Total run time:	18.0 min

Gradient program:	*Time*	*Flow Rate*	*%B*	*Curve*
	0.000	0.400	1	5
	1.500	0.400	1	5
	5.000	0.400	50	5
	8.500	0.400	95	5
	13.500	0.400	95	5
	14.000	0.400	1	5
	18.000	0.400	1	5

Sr. No	Compound	RT (min)	Polarity	Precursor (*m/z*)	Product Ion (*m/z*)	Collision Energy (V)
1	3-Hydroxycarbofuran	4.41	Positive	238.1	163	19
		4.41	Positive	238.1	181	15
2	Acephate	4.70	Positive	184.1	49	35
		4.70	Positive	184.1	143	11
3	Acetamiprid	4.85	Positive	223	99	53
		4.85	Positive	223	126	29
4	Aldicarb sulfone**	1.90	Positive	240.1	86.2	28
		1.90	Positive	240.1	148.2	19
5	Ametryn	5.75	Positive	228.1	96	35
		5.75	Positive	228.1	186.1	25
6	Aminocarb	0.74	Positive	209.1	137.1	33
		0.74	Positive	209.1	152	19
7	Amitraz*	8.15	Positive	294.2	91.2	57
		8.15	Positive	294.2	148.3	22
8	Avermectin B1a	9.51	Positive	890.5	305	35
		9.51	Positive	890.5	567.5	17
9	Azoxystrobin	7.38	Positive	404.1	344.1	33
		7.38	Positive	404.1	372.1	19
10	Benalaxyl*	8.12	Positive	326.2	148.1	29
		8.12	Positive	326.2	294.1	15
11	Bendiocarb	6.81	Positive	224.1	109	33
		6.81	Positive	224.1	167.1	15
12	Benzoximate	8.71	Positive	364	105	31
		8.71	Positive	364	199	11
13	Bifenazate*	7.64	Positive	301.1	170.1	27
		7.64	Positive	301.1	198.1	13
14	Bitertanol	7.75	Positive	338.2	70	29
		7.75	Positive	338.2	269.2	13

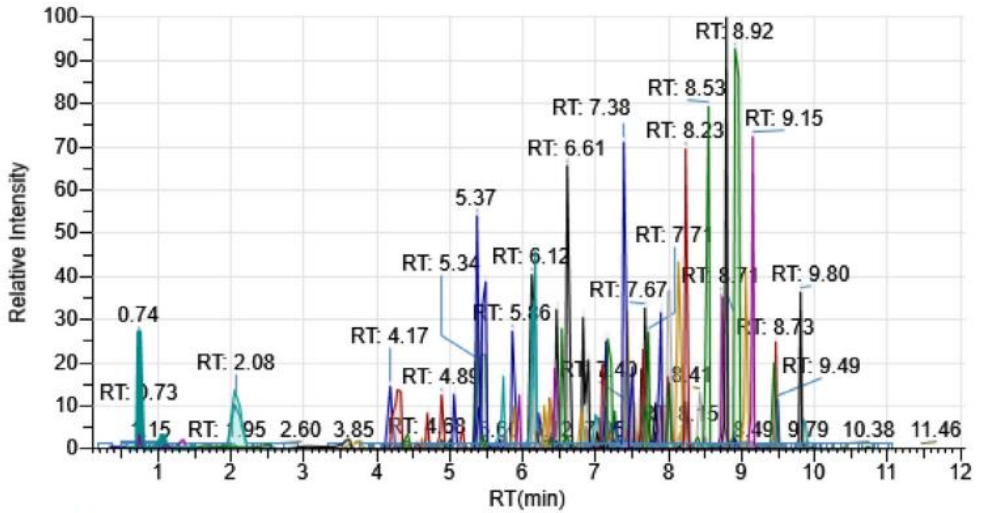


Figure 1. Total ion chromatograms with overlay extraction ions (160 compounds) in a single window

Figure 3. (A) Extracted ion chromatogram (XIC) for quantifier ion of dimethoate (B), identification based on selection confirmed with ion ratio, and (C) calibration curve

Confident analysis of ultra-trace pesticides residues in baby food using triple quadrupole GC-MS

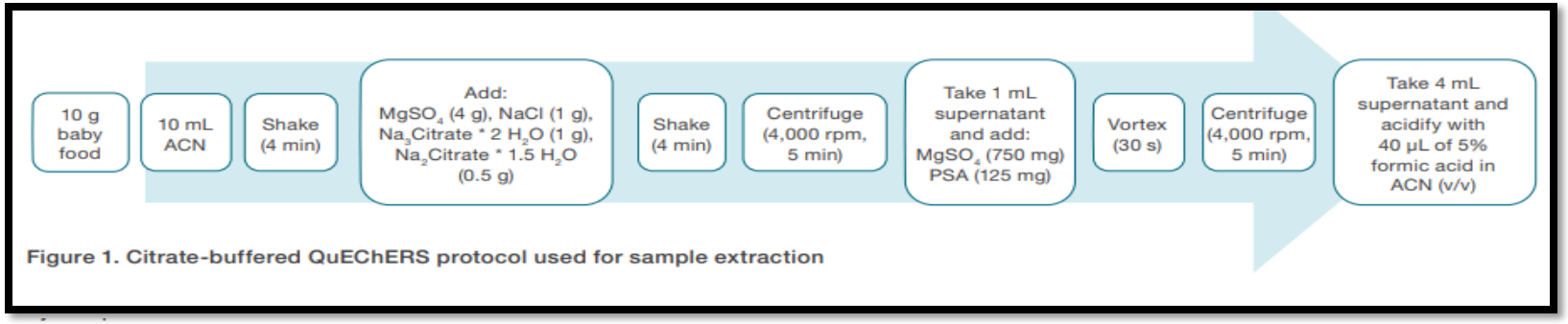
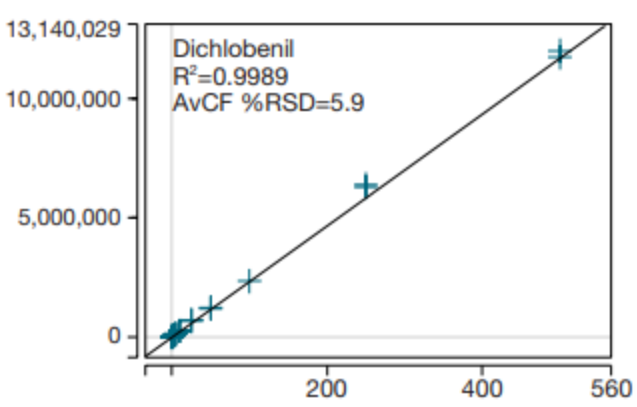


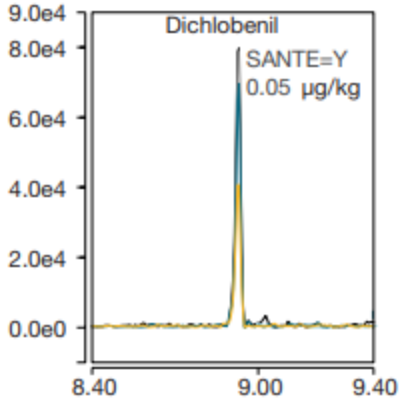
Figure 1. Citrate-buffered QuEChERS protocol used for sample extraction

TRACE 1610 GC parameters	
iConnect PTV parameters	
Injection temperature (°C)	70
Liner	PTV 6 baffle Siltek™ liner (**P/N 453T2120**)
Injection mode	Splitless
Injection time (min)	0.1
Transfer rate (°C/s)	5.0
Transfer temperature (°C)	300
Transfer time (min)	2.00
Cleaning rate (°C/s)	14.5
Cleaning temperature (°C)	320
Cleaning time (time)	5.00
Cleaning split flow (mL/min)	75
Post cycle temperature	Maintain
Split flow (mL/min)	50
Septum purge flow (mL/min)	5, constant
Carrier gas, flow (mL/min)	He, 1.2

TRACE 1610 GC parameters	
Oven temperature program	
Temperature (°C)	80
Hold time (min)	0.5
Rate (°C/min)	50
Temperature 2 (°C)	190
Rate (°C/min)	6
Temperature 3 (°C)	300
Hold time (min)	5
GC run time (min)	37.70
Column	
Trace GOLD TG-5SilMS	30 m, 0.25 mm, 0.25 µm (**P/N 26096-1420**)

TSQ 9610 Mass Spectrometer parameters	
Transfer line temperature (°C)	250
Ion source type and temperature (°C)	NeverVent AEI, 320
Ionization type	EI
Emission current (µA)	50
Electron energy (eV)	50
Aquisition mode	timed-SRM
Tuning parameters	AEI SmartTune
Collision gas and pressure (psi)	Argon at 70





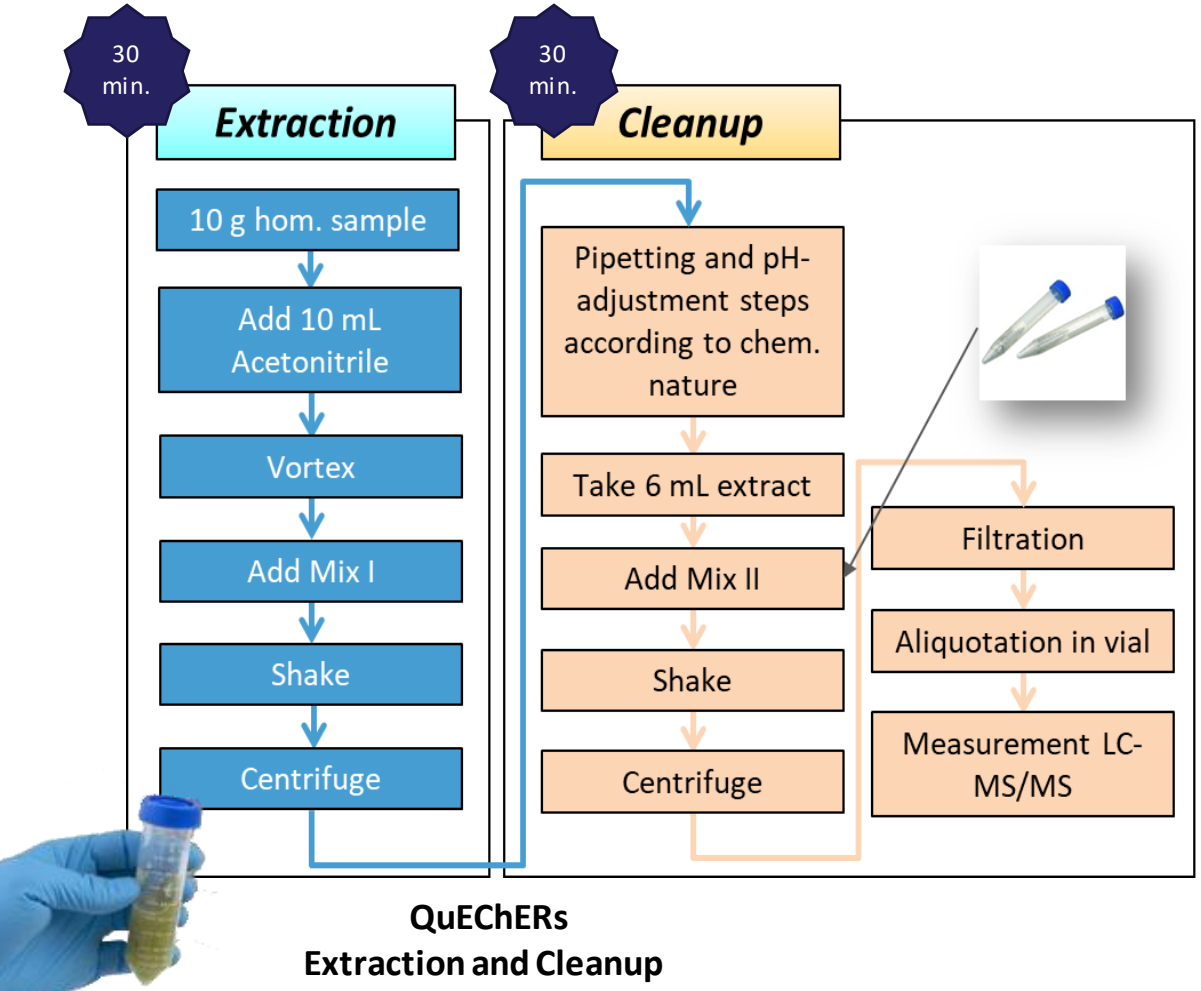
- Linearity Range 0.05 to 500 µg/kg

Number	Pesticide	Calibration range (µg/kg)	AvCF %RSD	R^2	IDL (fg OC)	LOD (µg/kg)
1	Allidochlor	0.5–500	7.5	0.9987	112	0.112
2	Dichlobenil	0.05–500	8.0	0.9985	6	0.006
3	Biphenyl	0.05–500	14.7	0.9949	16	0.016
4	Mevinphos	0.05–500	9.6	0.9979	11	0.011
5	3,4–Dichloroaniline	0.05–500	6.7	0.9990	13	0.013
6	Etridiazole (Terrazole)	0.05–500	11.7	0.9970	34	0.034
7	Pebulate	0.5–500	7.4	0.9987	90	0.09
8	N–(2,4–Dimethylphenyl)formamide	0.05–500	10.6	0.9966	15	0.015
9	Methacrifos	0.05–500	5.9	0.9991	23	0.023

Pesticide analysis

Preparation Time : 1.0 hr. -----→ Analysis Time : 20 min.
Total : 1 hr. 20 min./sample

Sample Preparation



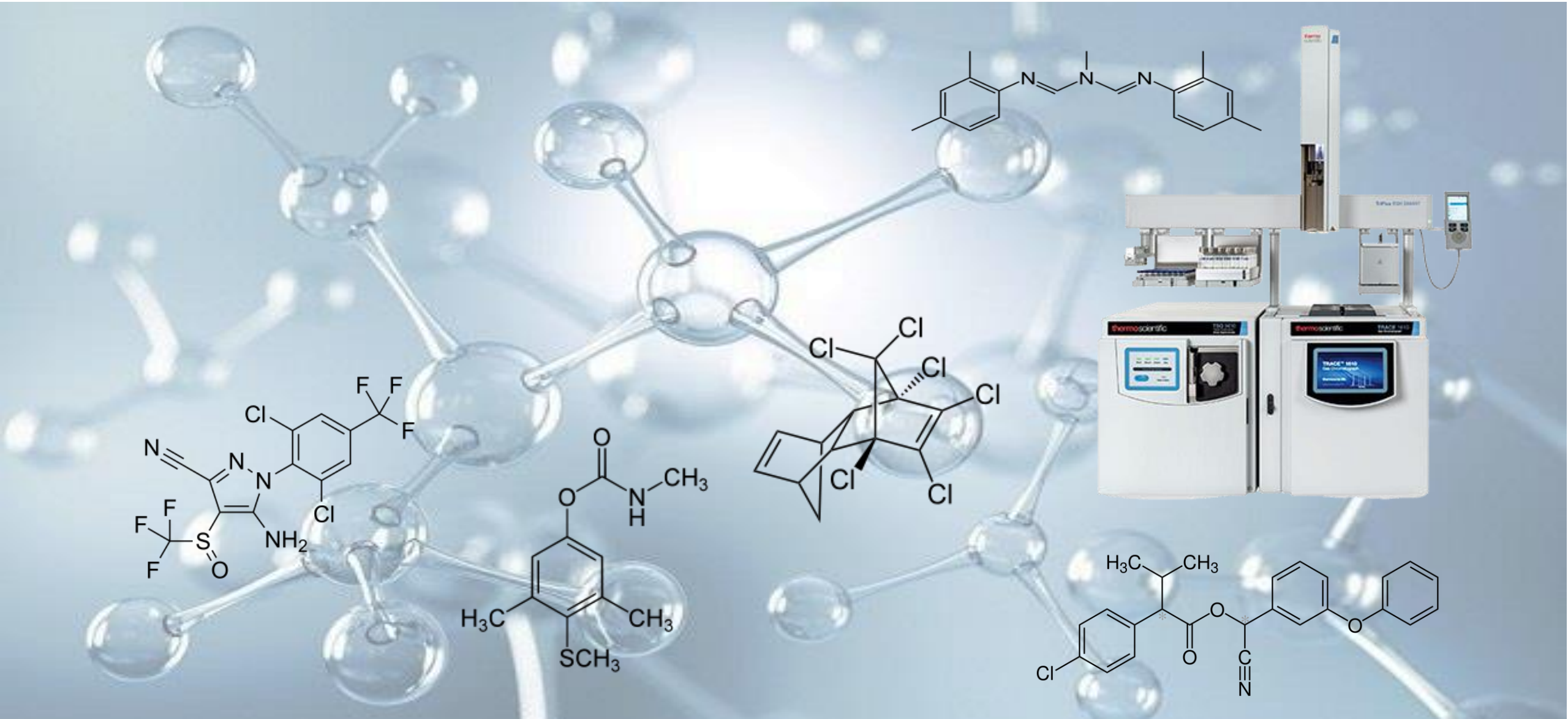
QuEChERs
Extraction and Cleanup

Analysis

LC-MS/MS

GC-MS/MS

Analysis of 122 pesticide residues by GC-MS/MS



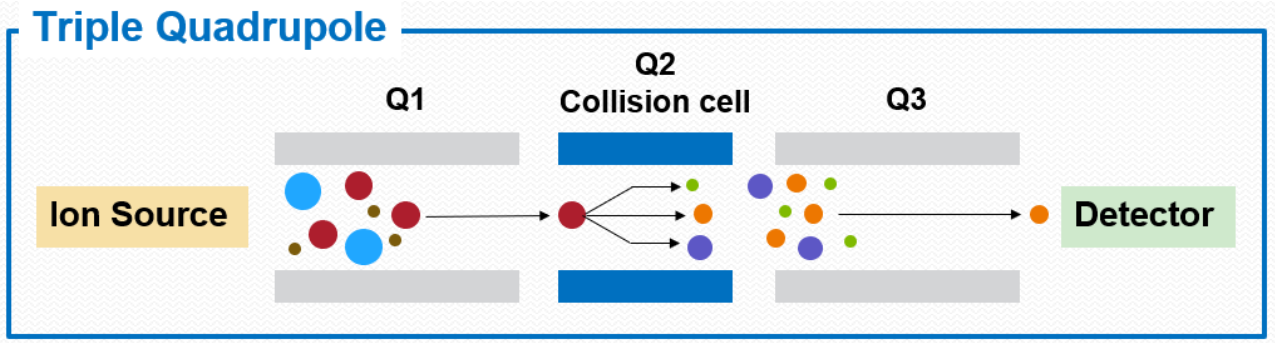
Triple Quadrupole Mass Spectrometer (GC-MS/MS)

Analyzer Mode

- Full scan
- SIM
- SRM/MRM

SRM **Selectivity** ↑

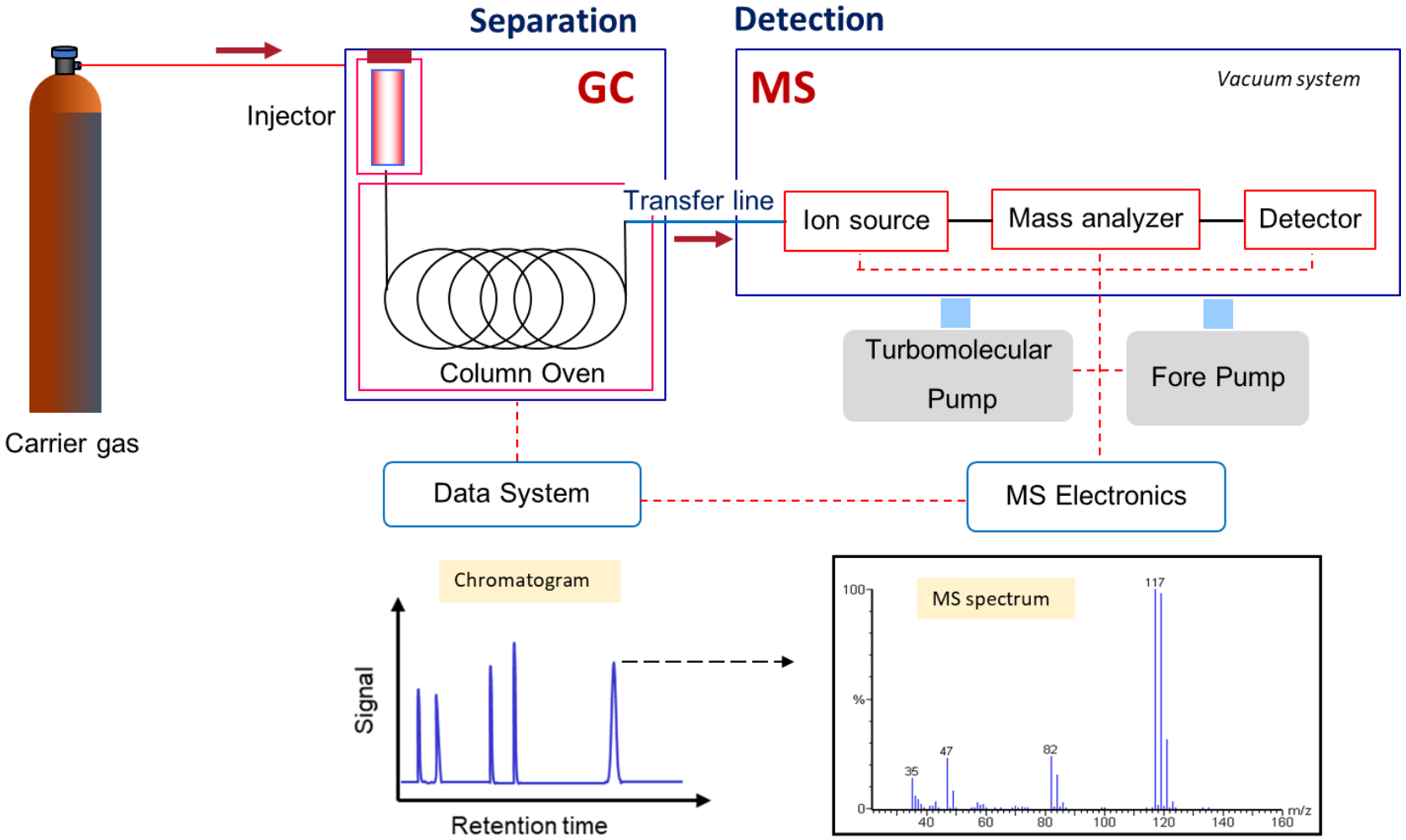
Sensitivity (S/N) ↑



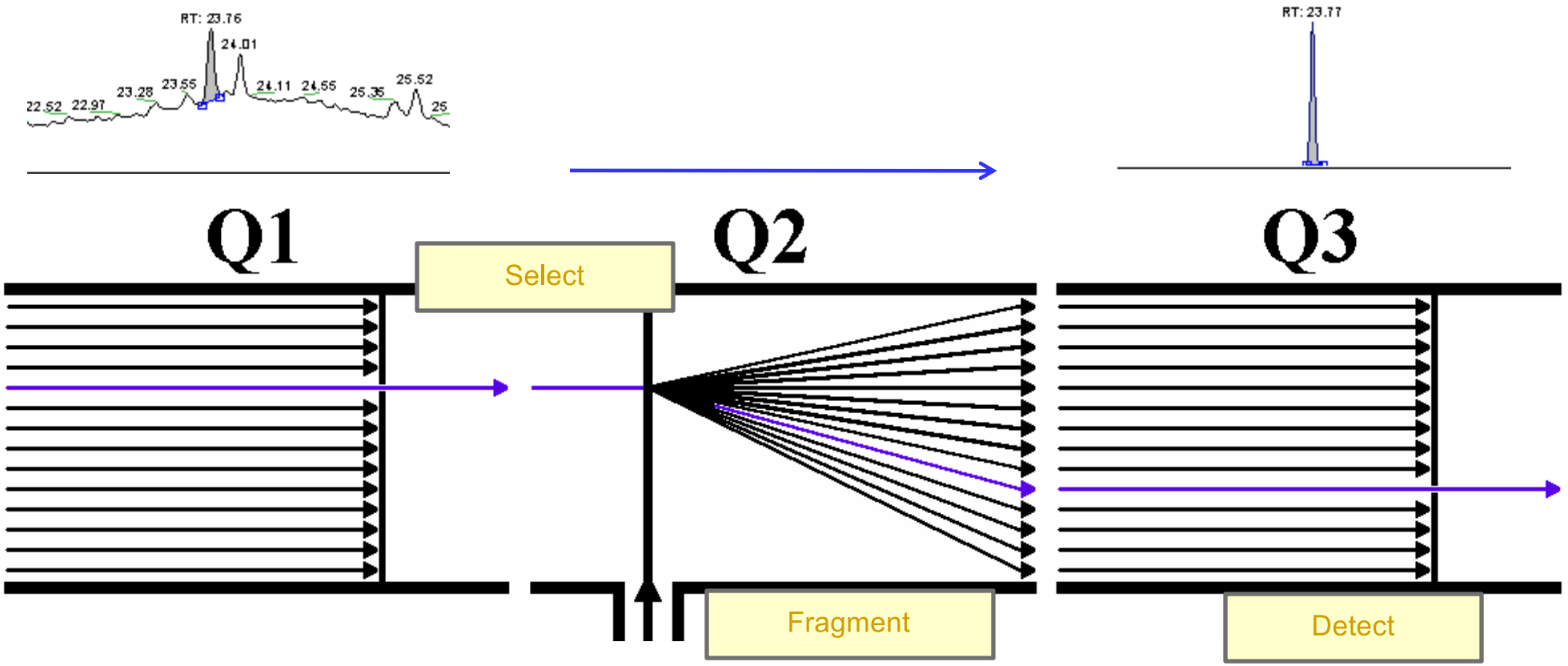
- ✓ Unknown screening
- ✓ Low level Quantitative
- ✓ Pesticide
- ✓ PAHs
- ✓ Dioxin (Screening)

GC-MS Component

1) Carrier Gas
2) Injector
3) GC Oven
4) Detector (MS)
5) Data Readout



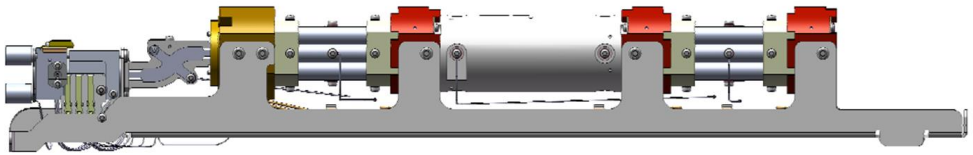
Triple Quadrupole Mass Spectrometer (GC-MS/MS)



Q1 selects the *precursor ion*

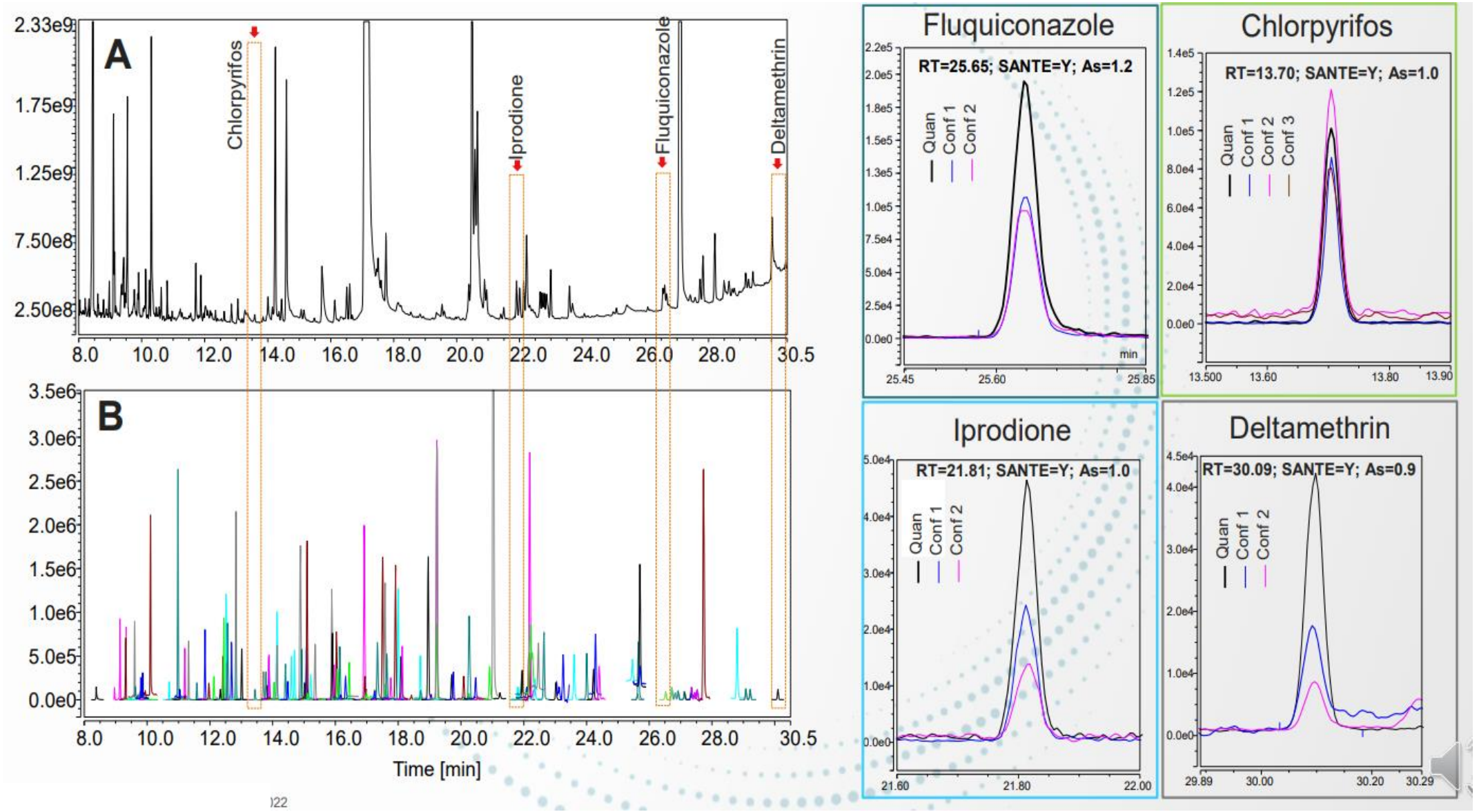
Argon Collision Gas

Q3 selects the *product ion*

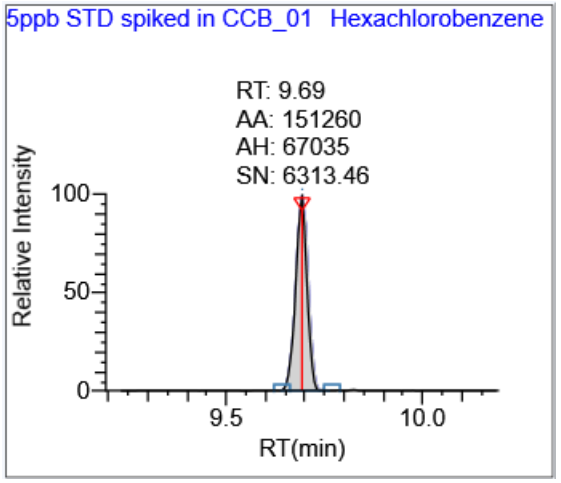


Confident Result from SRM

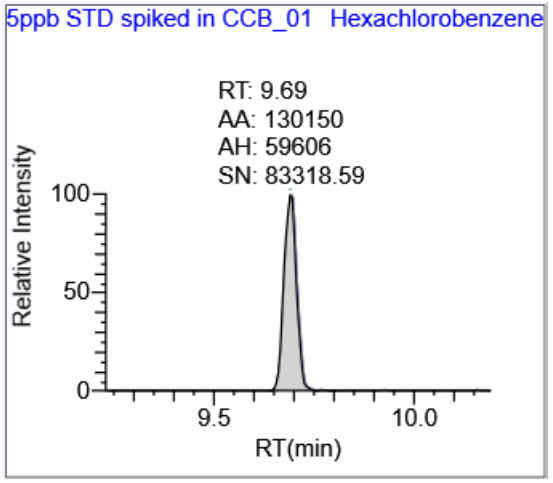
- Fullscan
- SRM



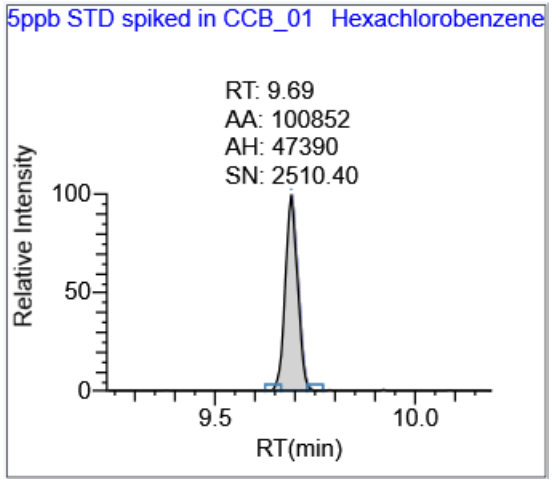
Result from SRM



283.8 -> 248.8@cid18.00

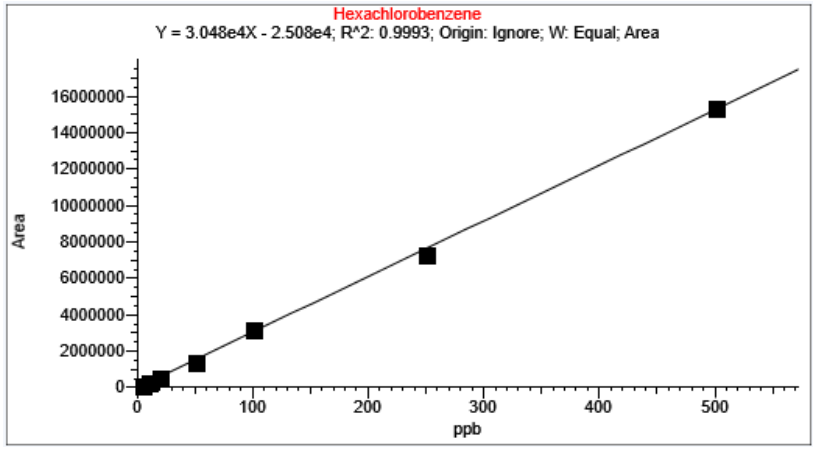


283.8 -> 213.8@cid30.00



285.8 -> 250.8@cid18.00

Peak	Passed	Target Ratio	Ratio
T1	●	100.00	N/A
T1C1	●	81.31	86.04
T1C2	●	63.54	66.67



Linearity Range: 5 – 500 ng/kg

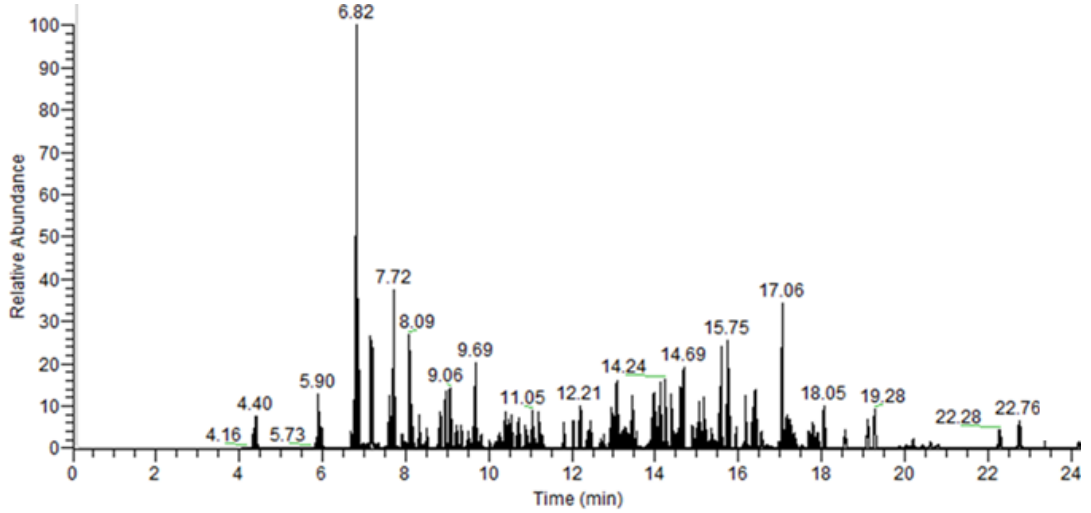
Analysis of 122 pesticide residues by GC-MS/MS

- *MS condition*

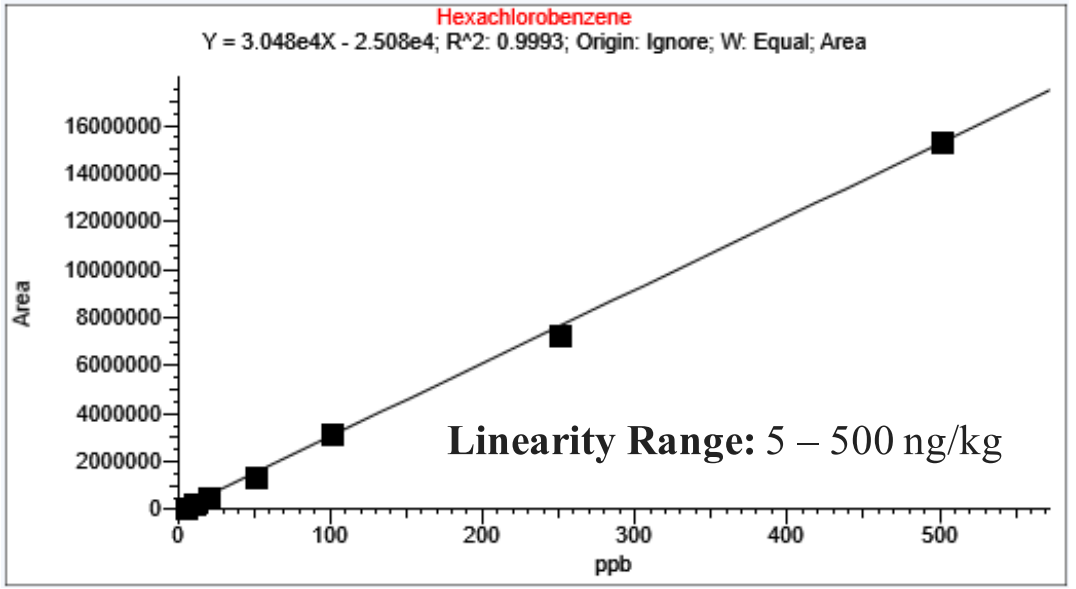
Name	RT	Parent Mass	Product Mass	CE
Methamidophos	4.33	141.0	64.0	18
Methamidophos	4.33	141.0	79.0	20
Methamidophos	4.33	141.0	94.8	8
Dichlorvos	4.42	109.0	79.0	6
Dichlorvos	4.42	185.0	93.0	12
Dichlorvos	4.42	186.9	93.0	12
Mevinphos	5.90	127.0	95.0	14
Mevinphos	5.90	127.0	109.0	10
Mevinphos	5.90	192.0	127.0	10
Acephate	6.00	136.0	42.1	8
Acephate	6.00	136.0	94.0	12
Acephate	6.00	95.1	79.0	10
Acephate	6.00	95.1	80.0	5
Methacrifos	6.68	125.0	79.0	8
Methacrifos	6.68	180.0	93.0	10
Methacrifos	6.68	240.0	180.0	10

Gas Chromatograph (GC)	**Trace 1610**
Mass spectrometer (MS)	**TSQ 9610**
Auto sampler	**Triplus RSH Smart**
Software	**Tracefinder 5.2 EFS**

- **122 compound**
- **LOD < 1 ppb**



- *โครมาโทแกรมของสารเคมีปราบศัตรูพืช 122 ชนิดที่วิเคราะห์ด้วย GC-MS/MS*



Analysis of 122 pesticide residues by GC-MS/MS

การตั้งค่าเครื่อง GC

Carrier Gas	He, Constant Pressure 15 psi
Injector	Programmable Temperature Vaporizing (PTV)
PTV Temp. Program	80 °C, 0.10 min, 5 °C/s to 300 °C
Split/Splitless Mode	Splitless, Splitflow 30 mL/min at 0.8 min
Column	DB-5MS (30 m, 0.25 mm, 0.25 µm)
Transfer Line Temp.	280 °C
Oven Program	70 °C, 1 min, 50 °C/min to 150 °C 6 °C/min to 200 °C 16 °C/min to 280 °C, 8.5 min 50 °C/min to 300 °C, 0.5 min

การตั้งค่าเครื่อง MS

Source Temperature	280 °C
Emission Current	50 µA
Ionization Mode	EI, 70 eV
Collision Gas:	Ar
Cycle Time	30 min
Acquisition Mode	Timed-SRM (ตั้งค่าตามตารางที่ 1)

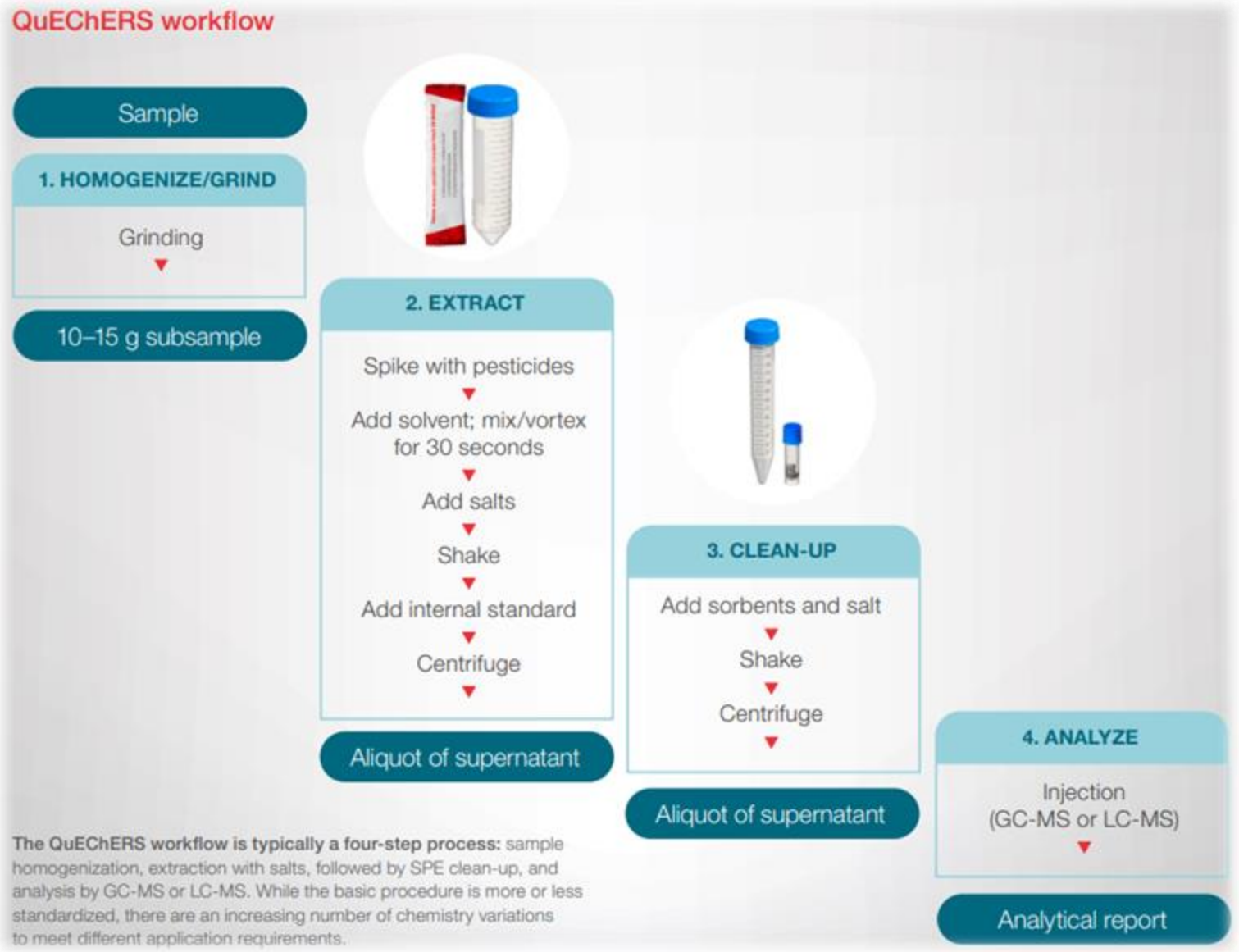
Name	RT	Parent Mass	Product Mass	CE
Methamidophos	4.33	141.0	64.0	18
Methamidophos	4.33	141.0	79.0	20
Methamidophos	4.33	141.0	94.8	8
Dichlorvos	4.42	109.0	79.0	6
Dichlorvos	4.42	185.0	93.0	12
Dichlorvos	4.42	186.9	93.0	12
Mevinphos	5.90	127.0	95.0	14
Mevinphos	5.90	127.0	109.0	10
Mevinphos	5.90	192.0	127.0	10
Acephate	6.00	136.0	42.1	8
Acephate	6.00	136.0	94.0	12
Acephate	6.00	95.1	79.0	10
Acephate	6.00	95.1	80.0	5
Methacrifos	6.68	125.0	79.0	8
Methacrifos	6.68	180.0	93.0	10
Methacrifos	6.68	240.0	180.0	10

Sample Preparation

QuEChERS (pronounced “catchers”), an acronym for Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe, covers a variety of sample preparation and clean-up techniques for the analysis of multiple pesticide residues in agricultural matrices.

Sample Preparation

QuEChERS solutions



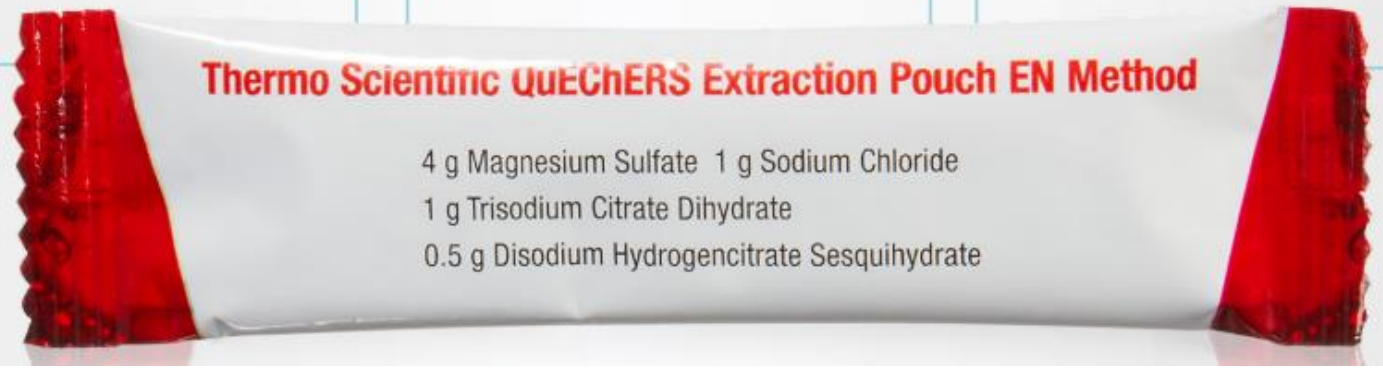
QuEChERS solutions

Whichever QuEChERS method you're using, we've got you covered

Original
(Anastassiades et al, 2003):
developed for non-base-sensitive compounds, using sodium chloride to reduce polar interferences and enhance extraction

AOAC
(AOAC 2007.01):
uses sodium acetate as a buffer instead of sodium chloride and is compatible with base-sensitive compounds

European
(EN 15662):
similar to the AOAC method, but uses sodium chloride to minimize polar interferences, and sodium citrate dihydrate and disodium citrate sesquihydrate instead of sodium acetate



QuEChERS solutions

thermo scientific
by Thermo Fisher Scientific

EN method clean-up kits

clean-up

Description
General fruits and vegetables
EN clean-up kit, prefilled 2 mL tubes with 150 mg $MgSO_4$, 25 mg PSA
EN clean-up kit, prefilled 15 mL tubes with 900 mg $MgSO_4$, 150 mg PSA
Pigmented fruits and vegetables
EN clean-up kit, prefilled 2 mL tubes with 150 mg $MgSO_4$, 25 mg PSA, 2.5 mg GCB
EN clean-up kit, prefilled 15 mL tubes with 900 mg $MgSO_4$, 150 mg PSA, 15 mg GCB
Highly pigmented fruits and vegetables
EN clean-up kit, prefilled 2 mL tubes with 150 mg $MgSO_4$, 25 mg PSA, 7.5 mg GCB
EN clean-up kit, prefilled 15 mL tubes with 900 mg $MgSO_4$, 150 mg PSA, 45 mg GCB
Fruits and vegetables with fats and waxes
EN clean-up kit, prefilled 2 mL tubes with 150 mg $MgSO_4$, 25 mg PSA, 25 mg C18
EN clean-up kit, prefilled 15 mL tubes with 900 mg $MgSO_4$, 150 mg PSA, 150 mg C18

What is the purpose of the chemicals?

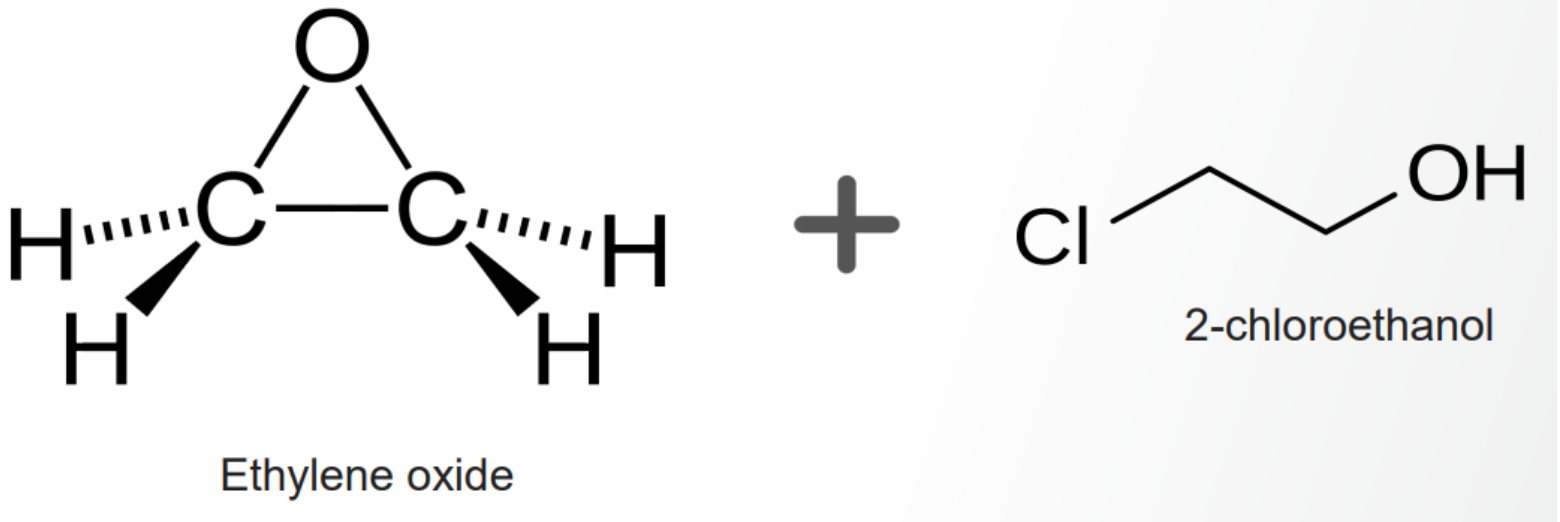
- **$MgSO_4$:** removes residual water, and induces phase separation between water content in sample and acetonitrile layer
- **NaCl:** removes residual water, and induces phase separation between water content in sample and acetonitrile layer
- **NaOAc:** buffers the sample to stabilize pH
- **Disodium hydrogencitrate sesquihydrate:** buffers the sample to stabilize pH
- **Trisodium citrate dihydrate:** buffers the sample to stabilize pH
- **PSA:** removes free fatty acids and other acidic co-extractives
- **C18:** removes fats, sterols, and other non-polar interferences from sample
- **GCB:** removes pigment (not recommended for use with planar pesticides)

Analysis of ethylene oxide and 2-chloroethanol Residues in food using GC-MS/MS

Ethylene oxide residue definition in the EU: sum of ethylene oxide and 2-chloro-ethanol expressed as ethylene oxide Reg. (EU) 2015/868

Ethylene oxide

EO and its degradation products



Ethylene oxide

Analysis of ethylene oxide and 2-chloroethanol Residues in food using GC-MS/MS

- Low detection limits required: The maximum residue level (MRL) depends on the commodity, and it ranges from 0.02 to 0.1 mg/kg
- EO is highly volatile:
  - Poorly retained chromatographically
  - Unstable and can be lost in vial via evaporation
- EO has a low molecular weight:
  - Difficult to determine selective SRMs
- Dry matrices:
  - Dirty extracts
  - Interferences can cause over estimation of results

Ethylene oxide

GC MS/MS method

- **TRACE 1610** gas chromatograph,
- **TSQ 9610** GC triple quadrupole and a Thermo Scientific™
- **TriPlus™ RSH** autosampler
- TG-624SilMS (30m x 0.25mm x 1.40um)
- GuardGOLD™ Capillary Columns (5m x 0.25mm)

Injector

Oven program

No	Retention time [min]	Rate [°C/min]	Target value [°C]	Hold time [min]
1	0.000	Run		
2	2.000	0.00	45.0	2.00
3	4.100	50.00	150.0	0.00
4	16.000	100.00	300.0	10.40
5		New Row		
6	16.000	StopRun		

Transfer line 250°C

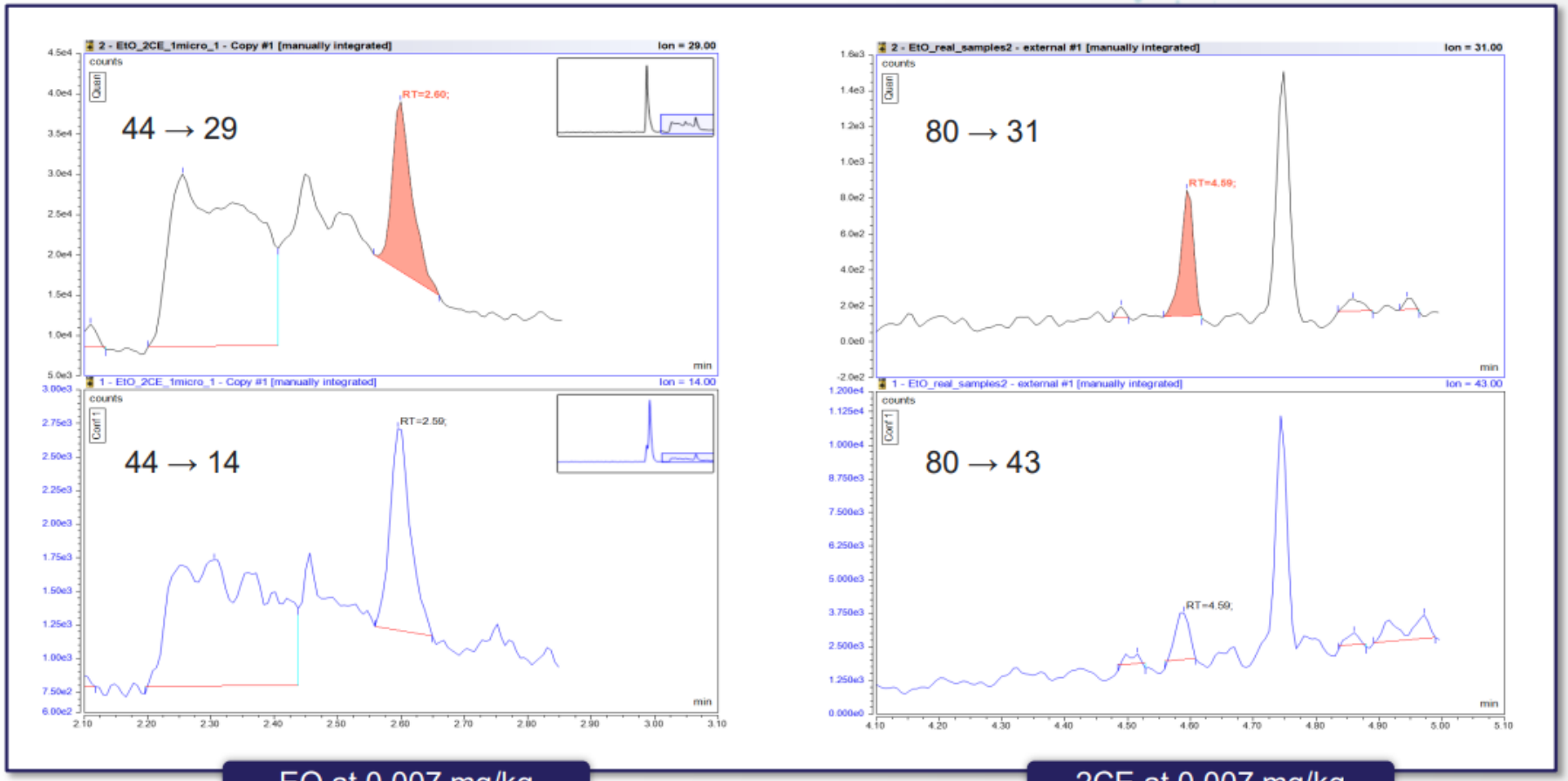
Ion source temperature 270 °C

Mass transitions

Compound	CE	Transition
EtO	20	44 -> 14
EtO	5	44 -> 29
2CE	5	80 -> 31
2CE	5	80 -> 43
2CE-d4	5	84 -> 33
2CE-d4	5	86 -> 33

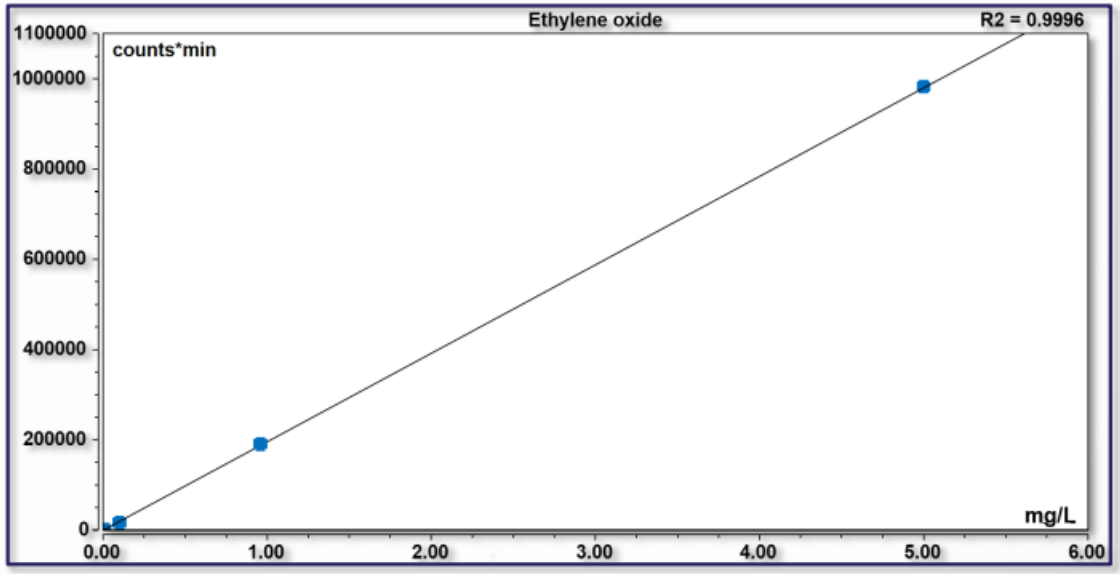
Analysis of ethylene oxide and 2-chloroethanol Residues in food using GC-MS/MS

Sensitivity of analysis

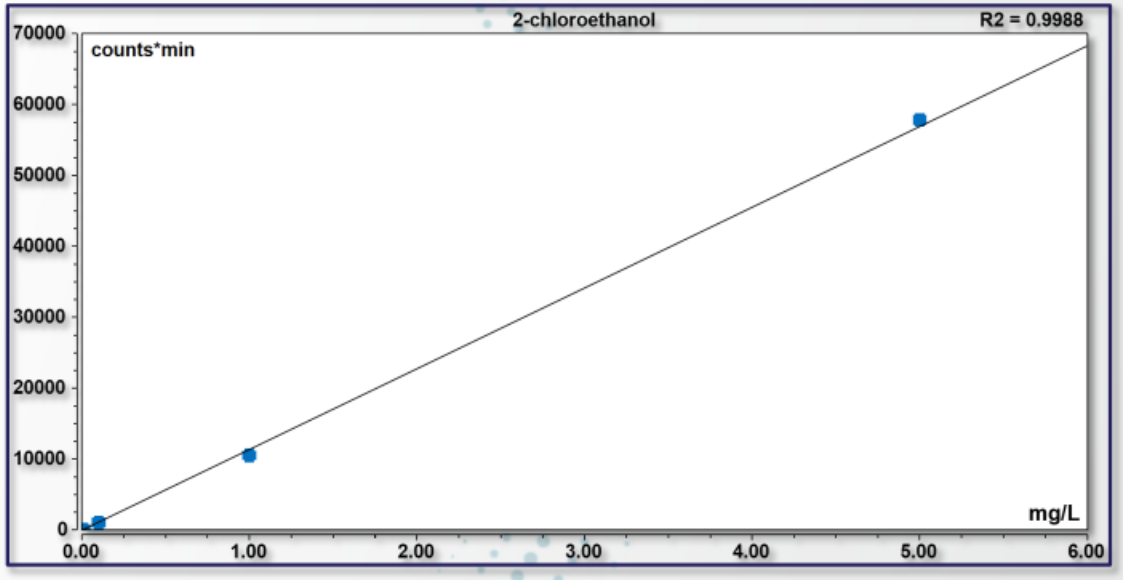


Analysis of ethylene oxide and 2-chloroethanol Residues in food using GC-MS/MS

Linearity for the analysis



Calibration curve for EO between 0.007 mg/kg to 16.5 mg/kg



Calibration curve for 2CE between 0.007 mg/kg to 16.5 mg/kg

Analysis of ethylene oxide and 2-chloroethanol Residues in food using GC-MS/MS

Conclusion

- Chromatography: the chromatographic method provided a very good retention of the analytes and separation from the matrix interferences
- The quantitation at MRL was easily achieved, even with 1 µL injection volume showing excellent sensitivity
- The XLXR detector facilitates quantitation in a broad range on concentration showing good linearity between 0.007 – 16.5 mg/kg in the samples

Food safety Application

Low-level consistent analysis of PBDEs in environmental and food matrices using triple quadrupole GC-MS/MS

Authors
Kjell Hope[1], Giulia Riccardino[2], Adam Ladak[3], and Paul Silcock[3]

[1]Pacific Rim Laboratories Inc., Canada
[2]Thermo Fisher Scientific, Milan, IT
[3]Thermo Fisher Scientific, Hemel Hempstead, UK

Keywords
Polybrominated diphenyl ethers (PBDEs), food, environment, gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS, triple quadrupole, TSQ 9610 mass spectrometer, NeverVent Advanced Ionization ion source (AEI), TRACE 1610 GC, programmable temperature vaporizing injector, PTV, AI/AS 1610

Goal
The aim of this application note is to demonstrate the performance of the Thermo Scientific™ TSQ™ 9610 triple quadrupole mass spectrometer coupled to the Thermo Scientific™ TRACE™ 1610 GC for the determination of polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) in environmental and food samples.

Introduction
PBDEs are classes of polybrominated hydrocarbons existing as mixtures of congeners with similar molecular structures but different chemical and physical properties (e.g., congeners with lower numbers of bromine atoms tend to be more volatile and to bioaccumulate more than higher brominated congeners).[1] Historically these compounds were widely used as flame retardants in a variety of products, such as plastics, furniture, upholstery, electrical equipment, electronic devices, textiles, and other household products, because of their capability to release bromine radicals that reduce both the rate of combustion and dispersion of fire when exposed at high temperatures.[1] These compounds enter the environment through emissions from manufacturing processes, volatilization from various products that contain PBDEs, recycling wastes, and leachate from waste disposal sites. They are considered ubiquitous persistent pollutants as they have been detected in the airborne particulate matter, bonded to sediments, surface water, fish, and other marine animals, and therefore represent a risk to human health. As a consequence, the use of certain toxic PBDEs with links to cancer and endocrine disruption (including penta-, tetra-, and deca-PBDE) have been prohibited, and are currently listed in the Stockholm Convention inventory of persistent organic pollutants.[2]

thermo scientific

Authors
Richard Law[1], Alexander Schaechtele[2], Amit Gujar[3], Jiangtao Xing[4], and Cristian Cojocariu[1]

[1]Thermo Fisher Scientific, Runcorn, UK
[2]European Union Reference Laboratory (EURL) for Halogenated POPs in Feed and Food, Freiburg, Germany
[3]Thermo Fisher Scientific, Austin, Texas
[4]Thermo Fisher Scientific, Beijing, China

Keywords
Triple quadrupole GC-MS/MS, persistent organic pollutants, POPs, polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins, polychlorinated dibenzo-*p*-furans, PCDD/Fs, dioxins, polychlorinated biphenyls, PCBs, confirmatory analysis, TSQ 9000, advanced electron ionization, AEI

Goal
To demonstrate the utility of the Thermo Scientific™ TSQ™ 9000 triple quadrupole GC-MS/MS system with Thermo Scientific™ Chromeleon™ Chromatography Data System (CDS) software for the routine and regulatory compliant analysis of polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins and polychlorinated dibenzo-*p*-furans (PCDD/Fs), dioxin-like polychlorinated biphenyls (PCBs), and indicator PCBs in food and feed samples.

Introduction
Dioxins and dioxin-like compounds are highly toxic substances classed as persistent organic pollutants (POPs). Due to their high fat-solubility, dioxins accumulate in the fatty tissues of animals. As a result, more than 90% of human exposure to dioxins is through food, especially meat, dairy, fish, etc. Therefore, accurate monitoring of food and feed is essential to control dioxin uptake from the food chain.[1]

In 2014 a change in European Commission regulations[2,3] permitted gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry (GC-MS/MS) to be used as an alternative to gas chromatography-high resolution mass spectrometry (GC-HRMS) for confirmatory analysis and for the control of

ThermoFisher SCIENTIFIC

thermo scientific
by Thermo Fisher Scientific

Thank You

Q & A

Sci Spec

The world leader in serving science