

Анализ пригодности компонентов инертного тракта и всего хроматографического тракта для определения пестицидов методом ГХ-МС-МС

Автор

Limian Zhao (Лимьян Жао)
Agilent Technologies, Inc.

Аннотация

Инертность хроматографического тракта играет значительную роль в точности и прецизионности результатов определения пестицидов, особенно для активных определяемых соединений, таких как фосфоорганические пестициды. Все контактирующие с определяемыми соединениями поверхности инертного хроматографического тракта Agilent, включающего в себя колонки, лайнеры и позолоченные уплотнения Ultra Inert, а также инертный испаритель с делением потока и без деления, имеют очень высокую инертность, что предотвращает снижение отклика детектора и искажение формы пиков, тем самым повышая надежность качественного и количественного анализа пестицидов. Также для определения пестицидов, особенно в сложных матрицах, рекомендуется использовать другие инертные детали, такие как гибкие металлические феррулы UltiMetal Plus и устройства технологии капиллярных потоков.

Введение

Точность, прецизионность и надежность определения пестицидов, особенно чувствительных пестицидов в следовых количествах, сильно зависят от инертности хроматографического тракта. Активные участки на поверхностях тракта могут адсорбировать и вызывать разложение активных определяемых соединений, что приводит к ухудшению формы пиков, снижению чувствительности, ошибкам интегрирования и погрешностям количественного определения. Поэтому так важно минимизировать взаимодействие определяемых соединений с поверхностями хроматографического тракта, начиная с испарителя и колонки и до детектора. Более 90% поверхностей, с которыми контактирует проба после ввода в хроматограф, приходится на лайнер испарителя и на колонку. Прочие поверхности, контактирующие с пробой, включают в себя уплотнения и сварной узел испарителя, феррулы, устройства технологии капиллярных потоков (CFT) и детектор. Все эти поверхности могут взаимодействовать с активными определяемыми соединениями, приводя к неудовлетворительным и неточным результатам. Чтобы добиться максимальной инертности хроматографического тракта, важно сочетать инертную колонку и лайнер с другими инертными деталями.



Agilent Technologies

Одновременное определение множества пестицидов — всегда непростая задача для газовой хроматографии и для масс-спектрометрического детектора. Для многих пестицидов предел количественного определения должен находиться в диапазоне единиц и десятков млрд д., что требует применения сложных методик анализа. По сравнению с широко распространенным методом ГХ-МС, метод ГХ-МС-МС обеспечивает повышенную селективность, что позволяет значительно снизить пределы обнаружения системы. Пестициды зачастую содержат в своем составе функциональные группы, такие как гидроксильная (-ОН), аминогруппа (R-NH-), имидазольная и бензимидазольная (-N=), карбаматная (-O-CO-NH-) и фосфоорганические (-P=O) группы, а также производные мочевины (-NH-CO-NH-). Такие группы склонны взаимодействовать с активными участками на поверхностях хроматографического тракта, что приводит к адсорбции и разложению соединений. В результате инертность поверхностей хроматографического тракта становится критическим фактором в определении следовых количеств пестицидов.

Колонки и лайнеры Agilent Ultra Inert уже продемонстрировали высокую инертность поверхностей в определении следовых количеств пестицидов [1–4]. В данных рекомендациях по применению для оценки инертности поверхности была выбрана репрезентативная группа 26 сложных для определения пестицидов. Позолоченные уплотнения Ultra Inert сравнивались со стандартными позолоченными уплотнениями и с деактивированными уплотнениями для испарителя Siltek из нержавеющей стали. Гибкие металлические феррулы UltiMetal Plus сравнивались с необработанными гибкими металлическими феррулами и с феррулами Siltite. Затем инертный хроматографический тракт Agilent в целом сравнивался со стандартным трактом.

Вещества и методики

Вещества и реактивы

Все использованные реагенты и растворители были квалификации «для ВЭЖХ» или «ч. д. а.». Ч.д.а. ацетон Ultra Resi был приобретен в компании J.T. Baker (Phillipsburg, NJ, США). Уксусная кислота была приобретена в компании Sigma-Aldrich (St Louis, MO, США). Стандартная смесь пестицидов (1000 мкг/мл) была приобретена в компании Ultra Scientific (North Kingstown, RI, США). Внутренний стандарт (трифенилфосфат) был приобретен в компании Alfa Aesar (Ward Hill, MA, США).

Растворы и стандарты

Раствор 1%-ной уксусной кислоты в ацетоне готовился добавлением 1 мл ледяной уксусной кислоты к 100 мл ацетона и использовался для холостого эксперимента. Этим же раствором разбавлялся исходный стандартный раствор смеси пестицидов. Исходный стандартный раствор внутреннего стандарта (2 мг/мл) готовился в ацетоне и хранился при температуре –20 °С. Стандартный раствор смеси 26 пестицидов (20 мкг/мл) готовился путем разбавления ацетоном исходного стандартного раствора смеси пестицидов. Внутренний стандарт трифенилфосфата вводился в пробы в виде раствора 20 мкг/мл в ацетоне. Были приготовлены пять стандартных растворов с концентрацией 10, 50, 100, 200 и 500 нг/мл каждого из пестицидов и 500 нг/мл внутреннего стандарта в 1%-ном растворе уксусной кислоты в ацетоне.

Оборудование

Все анализы проводились на ГХ Agilent 7890А с автосамплером для жидкостей Agilent 7693В и масс-спектрометрическим трехквадрупольным детектором Agilent 7000. В табл. 1 перечислены условия проведения эксперимента, в табл. 2 приведен перечень примененных в хроматографическом тракте расходных материалов, а в табл. 3 приведены параметры режима MRM для каждого из 26 определяемых соединений. Чтобы избежать перекалибровки индивидуального времени удерживания и запланированных событий, таких как переключение параметров MRM, использовалась относительная временная шкала [5]. Общее время анализа образца с внутренним стандартом составило 20,5 мин.

Табл. 1. Параметры системы ГХ-МС Agilent, используемой для анализа основных лекарственных препаратов

ГХ:	Система ГХ Agilent 7890А
Автосамплер:	Автосамплер для жидкостей Agilent 7693, шприц 5 мкл (кат. № 5181-5246), объем ввода 1 мкл Промывка после ввода пробы: растворитель А (ацетон), 3 раза Перемешивание пробы, 3 раза Промывка после ввода пробы: растворитель В (ацетон), 3 раза
Газ-носитель:	гелий, постоянный поток
Газовый фильтр:	Фильтр для очистки газов в ГХ-МС, 1/8 дюйма [3,2 мм] (кат. № CP17974)
Испаритель:	С/без деления потока в импульсном режиме без деления потока, 250 °С
Давление в режиме пульсации:	30 фунтов на кв. дюйм, 0,75 мин
Продувка регулятора деления потока:	30 мл/мин, 0,75 мин
Скорость потока:	1,1 мл/мин (относительные времена удерживания)
Времена удерживания относительно:	хлорпирифос-метил на 9,145 минуте
Термостат:	60 °С (1 мин), 30 °С/мин до 170 °С, 10 °С/мин до 310 °С (3 мин)
Колонка:	Agilent J&W HP-5ms UI 30 м x 0,25 мм, 0,25 мкм (кат. № 19091S-433UI)
Соединения:	Между колонкой и муфтой UltiMetal Plus Ultimate Union (кат. № G3182-61580) (только для оценки эффектов феррулы)
Рестриктор:	Инертный капилляр из плавленного кварца, 0,65 м x 0,15 мм (кат. № 160-7625-5)
Соединения:	Между муфтой Ultimate Union с функцией обратной продувки и МСД (только для оценки эффектов феррулы)
Масс-спектральный детектор:	ГХ-МС Agilent серии 7000 с тройным квадруполом, инертный, с высокопроизводительной электроникой
Вакуумный насос:	Турбонасос повышенной мощности
Режим:	MRM
Файл настройки:	Atune.u
Температура в транспортной линии:	280 °С
Температура источника:	300 °С
Температура квадрупольного фильтра масс:	Q1 и Q2, 150 °С
Задержка для устранения эффектов растворителя:	3,75 мин
Поток газа для соударений:	Гелий в качестве гасящего газа с расходом 2,35 мл/мин, газ для соударений N ₂ с расходом 1,5 мл/мин
Разрешение МС:	МС1 и МС2, 1,2 а.е.м.

Табл. 2. Компоненты хроматографического тракта

Флаконы:	янтарного стекла с навинчивающейся крышкой (кат. № 5182-0716) вкладыш для флаконов, 150 мкл с полимерным основанием (кат. № 5183-2088)
Крышки для флаконов:	синяя навинчивающаяся крышка (кат. № 5182-0717)
Вкладыши для флаконов:	150 мкл, стеклянные на полимерном основании (кат. № 5183-2088)
Септа:	усовершенствованная зеленая непригорающая 11 мм (кат. № 5183-4759)
Феррулы:	VespeI/графит, 85:15, внутр. диам. 0,4 мм (кат. № 5181-3323) гибкие металлические феррулы UltiMetal Plus (кат. № G3188-27501)
Уплотнение испарителя:	позолоченное уплотнение испарителя с шайбой (кат. № 5188-5367) позолоченное уплотнение Ultra Inert с шайбой (кат. № 5190-6144)
Лайнеры испарителя:	деактивированный лайнер Agilent Ultra Inert с одним сужением, без деления потока, забитый стекловолокном (кат. № 5190-2293)
Устройства технологии капиллярных потоков:	муфта UltiMetal Plus Ultimate Union (кат. № G3182-61580) с внутренней гайкой, капиллярный фитинг CFT (кат. № G2855-20530)

Табл. 3. Параметры режима MRM для 26 пестицидов

Временной сегмент	Начало сегмента (мин)	Название соединения	Родительский ион	Дочерний ион	Задержка (мс)	Эн. соудар. (В)	Временной сегмент	Начало сегмента (мин)	Название соединения	Родительский ион	Дочерний ион	Задержка (мс)	Эн. соудар. (В)	
1	3,75	Метакрифос	207,9	180,1	20	5	8	11,15	Дильдрин	262,9	193	20	35	
			124,9	47,1	20	10				277	241	20	5	
			136	42	20	6				272,9	193,1	20	5	
			136	94	20	14				272,9	108	20	15	
2	6,30	Эталфлуралин	275,9	202,1	20	10	9	13,00	Триазофос	161,2	134,2	20	5	
			315,9	275,9	20	10				161,2	106,1	20	10	
			109,9	79	20	15				Трифенилфосфат (IS)	326	325	20	5
156,1	79	20	15	214,9	168,1	20	15							
3	7,30	Сульфотеп	201,8	145,9	20	10	10	13,50	Ипродион	313,8	244,9	20	10	
			237,8	145,9	20	10				313,8	56	20	20	
			201,1	173,1	20	5				о-этил-9-п-нитрофенил-фенилфосфотионат	169	141,1	20	5
			173	172,1	20	5					169	77,1	20	5
4	7,95	Хлороталонил	263,8	168	20	25	11	14,10	Мирекс	273,8	236,8	20	15	
			265,8	133	20	53				271,8	234,8	20	15	
			216,9	181	20	5				Фосалон	182	111	20	15
181	145	20	15	182	102,1	20	15							
5	8,85	Хлорпирифос-метил*	287,8	93	20	26	12	15,20	Кумафос	210	182	20	10	
			285,8	271	20	26				361,9	109	20	15	
6	9,40	Фенитротрион	125,1	47	20	15	12	15,20	Пиракпостробин	132	77,1	20	20	
			277	260,1	20	5				164	132,1	20	10	
			262,9	192,9	20	30				Дельтаметрин	252,9	93	20	15
			262,9	191	20	30					181	152,1	20	25
7	10,15	Фолпет	259,8	130,1	20	15	12	15,20	Пиракпостробин	132	77,1	20	20	
			261,8	130,1	20	15				Дельтаметрин	252,9	93	20	15
			251,8	162,2	20	10					181	152,1	20	25
			251,8	161,1	20	15				181	152,1	20	25	
7	10,15	Пендиметалин	251,8	162,2	20	10	12	15,20	Пиракпостробин	132	77,1	20	20	
			251,8	161,1	20	15				Дельтаметрин	252,9	93	20	15
			237,9	137	20	15					181	152,1	20	25
7	10,15	Толифлуанид	237,9	137	20	15	12	15,20	Пиракпостробин	132	77,1	20	20	
			136,9	91,1	20	20				181	152,1	20	25	

* Относительное время удерживания рассчитывалось относительно пика хлорпирифос-метила.

Результаты и обсуждение

Целью данной работы было по результатам анализа смеси пестицидов оценить уровень инертности, который обеспечивают детали Ultra Inert и UltiMetal Plus, и сравнить между собой инертный и стандартный хроматографические тракты. Для этого была выбрана репрезентативная подборка из 26 сложных для определения пестицидов (см. табл. 3). Эти пестициды принадлежали к различным группам, в том числе фосфоорганическим, хлорорганическим и карбаматным пестицидам. На рис. 1 показана хроматограмма стандартного раствора пестицидов с концентрацией 500 нг/мл, полученная с использованием инертного тракта и используемая для идентификации пиков определяемых веществ.

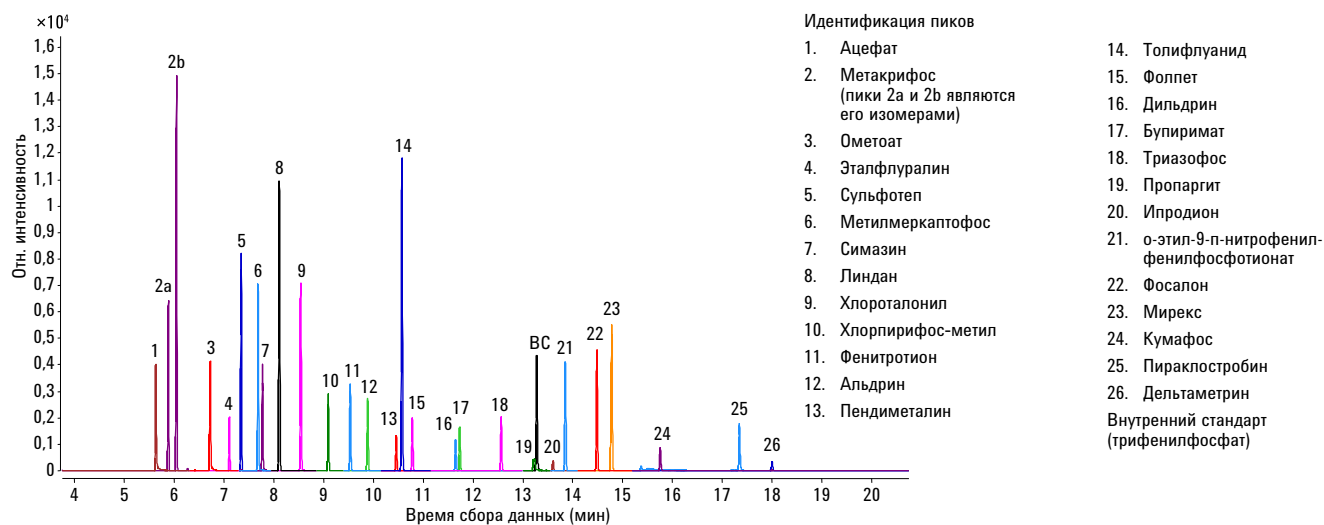


Рис. 1. Хроматограмма стандартного раствора пестицидов с концентрацией 500 нг/мл, полученная методом ГХ-МС-МС в режиме MRM и используемая для идентификации пиков определяемых веществ

Позолоченное уплотнение Ultra Inert

Для оценки инертности позолоченных уплотнений Ultra Inert они сравнивались со стандартными позолоченными уплотнениями и с деактивированными уплотнениями для испарителя Siltek из нержавеющей стали. Были испытаны две партии позолоченных уплотнений Ultra Inert (по три образца из каждой партии), которые сравнивались со стандартными позолоченными уплотнениями ($n = 3$) с деактивированными уплотнениями для испарителя Siltek из нержавеющей стали ($n = 3$). Различные типы уплотнений испарителя в ходе эксперимента исследовались вперемешку, чтобы снизить влияние изменений условий проведения эксперимента на результаты. Для каждого из испытанных уплотнений испарителя проводились по четыре анализа каждого из разбавлений стандартного раствора. Затем для диапазона 10–500 нг/мл строилась калибровочная кривая и сравнивалась линейность калибровочных кривых для различных типов уплотнений.

Результаты определения активных пестицидов показывают, что, по сравнению со стандартными позолоченными уплотнениями и с деактивированными уплотнениями для испарителя Siltek из нержавеющей стали, позолоченные уплотнения Ultra Inert обеспечивают повышенную чувствительность и лучшую форму пиков. На рис. 2 видно, что пики активных пестицидов — ацефата и ометоата — при использовании позолоченных уплотнений Ultra Inert были выше и более симметричные, чем при использовании стандартных позолоченных уплотнений или уплотнений Siltek. Кроме того, использование позолоченных уплотнений Ultra Inert позволило улучшить линейность калибровочных кривых для чувствительных анализов (см. рис. 3) за счет повышенного отклика и более точного интегрирования пиков.

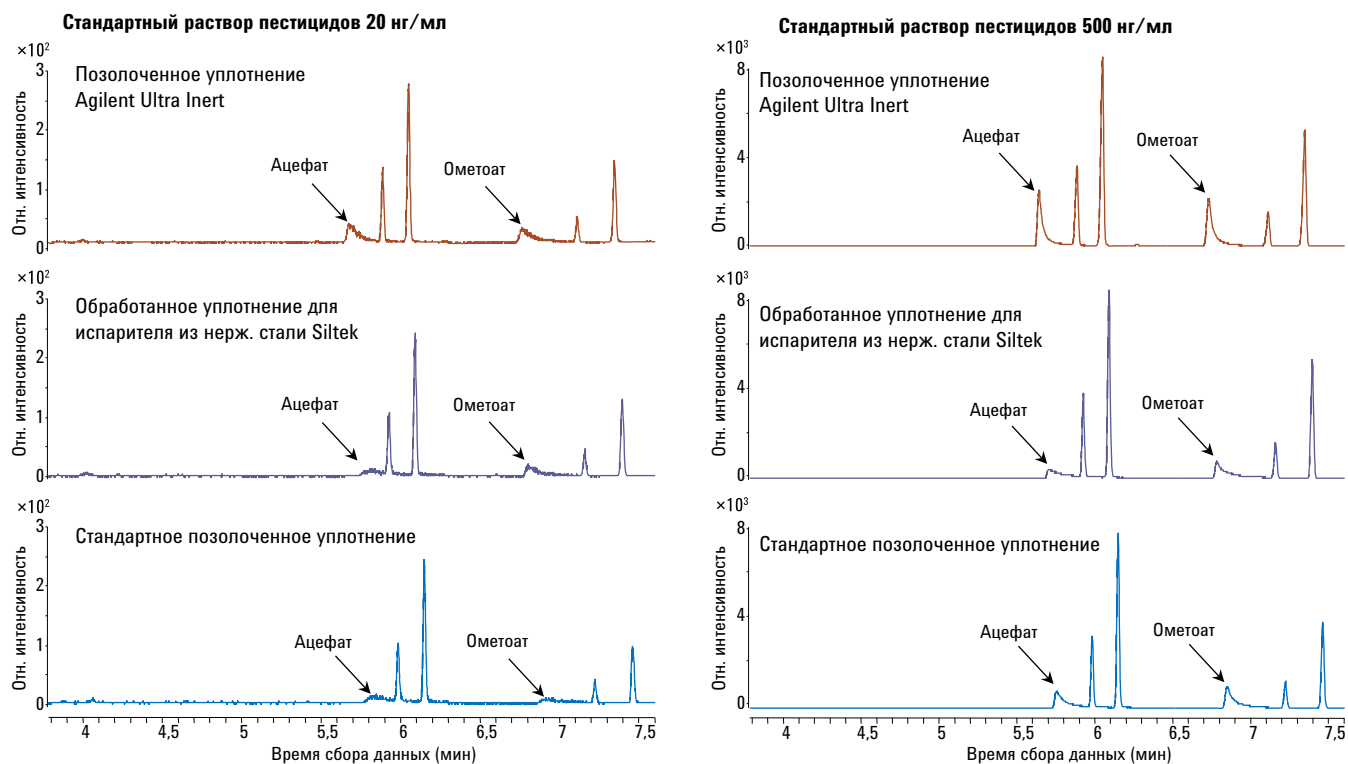


Рис. 2. Сравнение хроматограмм, полученных с использованием позолоченного уплотнения Agilent Ultra Inert, уплотнения для испарителя из нержавеющей стали Siltek и стандартного позолоченного уплотнения. Оригинальные хроматограммы были увеличены, чтобы выделить пики чувствительных соединений

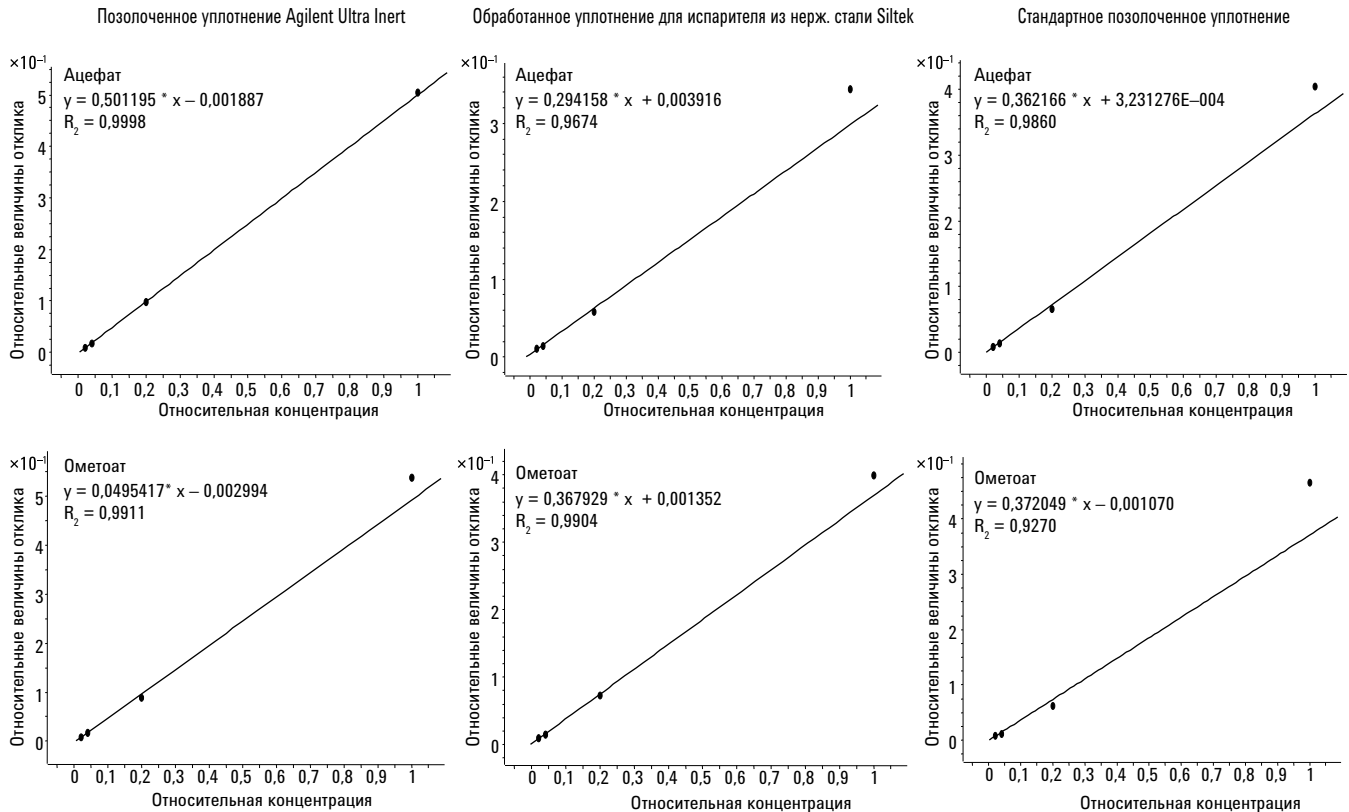


Рис. 3. Сравнение калибровочных графиков, полученных для чувствительных пестицидов с использованием позолоченного уплотнения Agilent Ultra Inert, уплотнения для испарителя из нержавеющей стали Siltek и стандартного позолоченного уплотнения. Стандартные калибровочные растворы пестицидов с концентрацией 10, 20, 100 и 500 нг/мл

Испаритель UltiMetal plus

Инертный испаритель с делением и без деления потока состоит из сварных узлов корпуса и вкладыша испарителя с нанесенным деактивирующим покрытием UltiMetal Plus. Чтобы сравнить два испарителя, передний порт был оборудован инертным испарителем с делением и без деления потока UltiMetal Plus. Задний порт был оборудован стандартным испарителем с делением и без деления потока. Чтобы минимизировать влияние других факторов, между этими двумя испарителями переключалась одна и та же колонка и переставлялся один и тот же лайнер. Из-за очень ограниченной поверхности испарителя, контактирующей с парами пробы, при нормальной работе очень сложно получить различные результаты для различных испарителей. В данной работе при определении пестицидов инертный испаритель ничем не отличался от стандартного. Чтобы более тщательно исследовать потенциальные преимущества использования испарителя Ultra Inert, была разработана методика быстрого переключения колонки между инертным и стандартным испарителем. При каждом переключении делалось несколько вводов стандарта 10 нг/мл. Использовалась колонка HP-5ms UI и лайнер Ultra Inert без стекловаты. Колонка намеренно устанавливалась неправильно, выступая из феррулы

всего на 2–3 мм. Это было сделано для того, чтобы увеличить площадь контакта паров пробы с поверхностью сварного узла испарителя. После трех анализов стандартного раствора пестицидов 10 нг/мл колонка переключалась на другой испаритель, без подрезки и без замены феррулы и накидной гайки. В этот же испаритель переставлялся и лайнер. Позолоченные уплотнения не переставлялись, так как повторное использование уплотнений может привести к утечкам, однако в обоих испарителях применялись позолоченные уплотнения из одной партии. Проводились четыре цикла анализов с переключением между передним испарителем UltiMetal Plus (F) и задним стандартным испарителем (B) в следующем порядке: F1 – F3 → B1 – B3 → B4 – B6 → F4 – F6. Этот порядок использовался для того, чтобы минимизировать влияние неточностей при подключении колонки и износ колонки при последующих анализах и повысить статистическую значимость сравниваемых результатов. Использовался стандартный раствор 10 нг/мл, так как при меньших концентрациях определяемых веществ различия в интенсивности аналитического сигнала выражены сильнее. По результатам шести анализов рассчитывался средний коэффициент отклика, который сравнивался со значениями других циклов испытаний.

На рис. 4 приведены наложенные друг на друга хроматограммы стандартного раствора пестицидов с концентрацией 10 нг/мл, полученные с испарителем UltiMetal Plus и со стандартным испарителем. Аналитический сигнал для чувствительных фосфоорганических пестицидов, в особенности для ацефата и ометоата, был выше при использовании испарителя UltiMetal Plus. На рис. 5 показан профиль среднего коэффициента отклика шести анализов для каждого испарителя. Для простоты сравнения значения среднего коэффициента отклика для испарителя UltiMetal Plus нормализовались относительно результатов стандартного испарителя. Для нескольких активных соединений аналитический сигнал увеличился более чем на 20%. Этот специально разработанный эксперимент демонстрирует преимущества испарителя UltiMetal Plus для определения малых количеств чувствительных пестицидов.

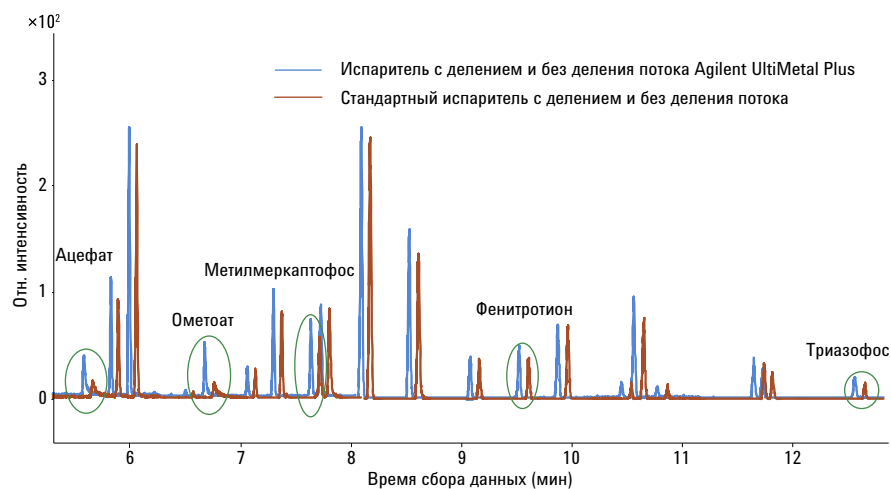


Рис. 4. Сравнение хроматограмм, полученных с использованием испарителя с делением и без деления потока Agilent UltiMetal Plus и стандартного испарителя с делением и без деления потока

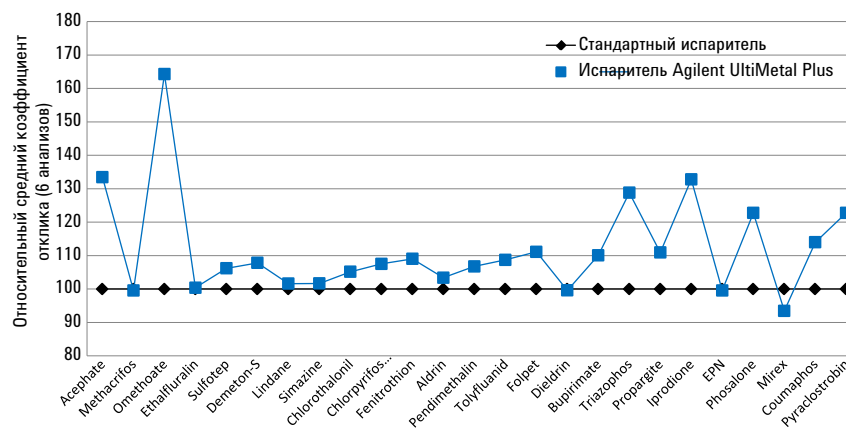


Рис. 5. Сравнение средних коэффициентов отклика, полученных с использованием испарителя с делением и без деления потока Agilent UltiMetal Plus и стандартного испарителя с делением и без деления потока. Шести анализов стандартного раствора пестицидов с концентрацией 10 нг/мл, попеременно с каждым испарителем

Гибкие металлические феррулы UltiMetal Plus

Гибкие металлические феррулы Agilent UltiMetal — это оригинальные металлические феррулы, предназначенные и рекомендованные для подключения колонки к устройствам технологии капиллярных потоков (CFT). Эти новые металлические феррулы легче и не такие жесткие, что позволяет им мягко обжимать колонку, снижая число как поломок колонки, так и повреждений фитинга, частых при использовании других металлических феррул. Чтобы повысить инертность поверхности, на эти феррулы наносится деактивирующее покрытие UltiMetal Plus.

Устройства технологии капиллярных потоков часто применяются при анализе пестицидов для обратной продувки системы после завершения анализа. Как показано в работе [6], обратная продувка значительно сокращает продолжительность анализа проб, содержащих высококипящие компоненты матрицы, защищает колонку от избыточного износа и снижает требования системы к техническому обслуживанию. Как правило, для подключения колонки к устройствам CFT при определении пестицидов в сложных матрицах применяются металлические феррулы. Поэтому так важно оценить инертность этих уникальных металлических феррул при определении пестицидов.

На рис. 6 показана комплектация оборудования в данном эксперименте. Для контрольного эксперимента использовалась система только с колонкой HP-5ms UI. С помощью муфты UltiMetal Plus Ultimate к колонке подключался капилляр из деактивированного плавленного кварца длиной 1 м. Испытывались два набора феррул. Гибкие металлические феррулы UltiMetal Plus сравнивались с часто используемыми феррулами Siltite и с недеактивированными гибкими металлическими феррулами.

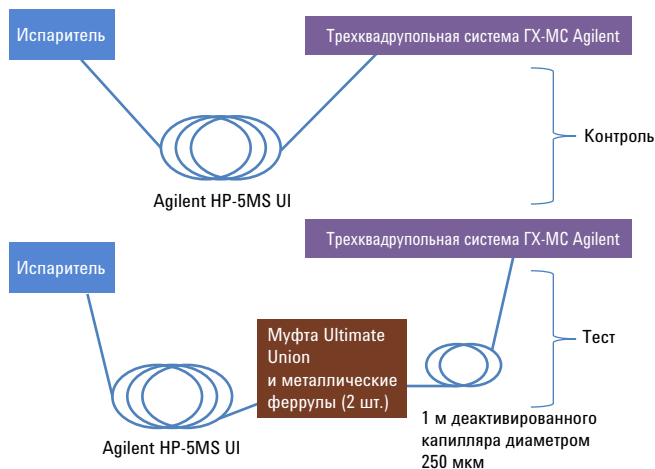


Рис. 6. Комплектация оборудования для эксперимента по оценке влияния феррул

На рис. 7 сравниваются увеличенные участки хроматограмм с пиками чувствительных пестицидов, полученных с использованием гибких металлических феррул UltiMetal Plus, феррул Siltite и необработанных гибких металлических феррул. Из рисунка очевидно, что обработка UltiMetal Plus повышает инертность поверхности гибких металлических феррул в сравнении с необработанными феррулами. С точки зрения инертности поверхности гибкие металлические феррулы UltiMetal Plus эквивалентны феррулам Siltite. Однако феррулы Siltite сделаны из сплошного металла, что может приводить к поломке колонки, повреждению фитингов и, возможно, к более серьезным проблемам. Гибкие металлические феррулы UltiMetal Plus так же инертны, как и феррулы Siltite, но имеют преимущество с точки зрения механических свойств, что делает их лучшим выбором для подключения колонки к устройствам CFT при определении пестицидов.

Инертный тракт

Ранее было показано, что характеристики колонок и лайнеров Ultra Inert отлично подходят для определения пестицидов [1–4]. Поэтому описанные выше инертные компоненты были объединены с колонкой и лайнером UI, чтобы получить полностью инертный хроматографический тракт. Чтобы продемонстрировать преимущества инертного тракта, для контрольного эксперимента из соответствующих компонентов был собран стандартный хроматографический тракт.

Инертный тракт

- испаритель с делением и без деления потока Agilent UltiMetal Plus (сварной узел вкладыша, инертный, кат. № G3452-60586 и сварной узел кожуха испарителя, инертный, кат. № G3452-60570);
- позолоченное уплотнение Agilent Ultra Inert с шайбой (кат. № 5190-6144);
- лайнер Agilent Ultra Inert с одним сужением, без деления потока, набитый стекловолокном (кат. № 5190-2293);
- колонка Agilent J&W HP-5ms UI 30 м x 0,25 мм, 0,25 мкм (кат. № 19091S-433UI).

Стандартный тракт

- стандартный испаритель с делением и без деления потока (сварной узел вкладыша, кат. № G3452-60585 и сварной узел кожуха испарителя, кат. № G3452-80570);
- стандартное позолоченное уплотнение с шайбой (кат. № 5188-5367);
- оригинальный лайнер Agilent с одним сужением, без деления потока, набитый стекловолокном (кат. № 5062-3587);
- колонка HP-5, 30 м x 0,25 мм, 0,25 мкм (кат. № 19091J-433).

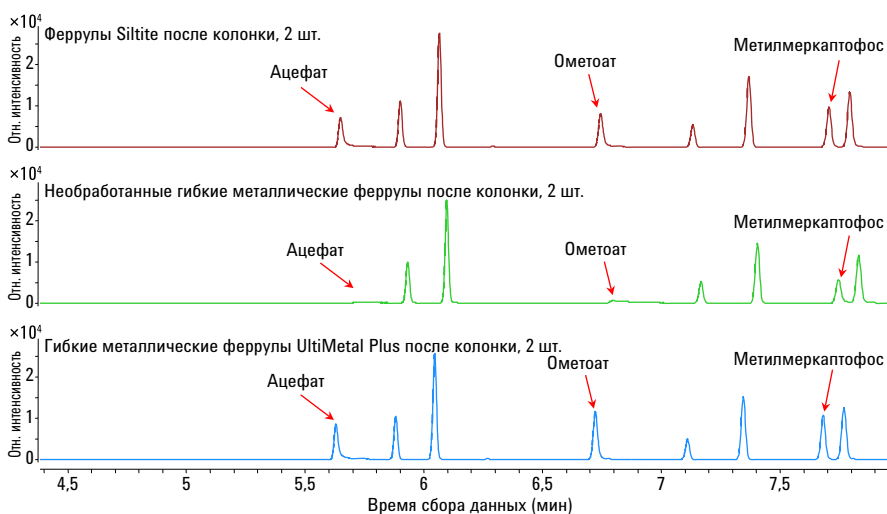


Рис. 7. Сравнение хроматограмм, полученных с использованием гибких металлических феррул Agilent UltiMetal, феррул Siltite и необработанных гибких металлических феррул. Хроматограммы стандартного раствора пестицидов с концентрацией 500 нг/мл

На рис. 8 сравниваются хроматограммы MRM стандартного раствора пестицидов 10 нг/мл, полученные с инертным (вверху) и стандартным (внизу) хроматографическим трактом. Очевидно, что результаты анализа с инертным трактом значительно лучше результатов анализа со стандартным трактом, особенно для чувствительных пестицидов, таких как ацефат, ометоат, бензофосфат, метилмеркаптофос и пиракпостробин. Для этих чувствительных пестицидов использование инертного тракта позволило значительно улучшить чувствительность и форму пиков. С помощью инертного тракта для ацефата и ометоата при концентрации 10 нг/мл были получены более узкие и симметричные пики, в то время как при использовании стандартного тракта эти два проблемных анализита почти не поддавались обнаружению. Даже при концентрации 500 нг/мл пики ацефата и ометоата, полученные со стандартным хроматографическим трактом, были намного ниже и очень несимметричные.

Улучшение чувствительности и формы пиков прямо влияет на линейность калибровочной кривой для чувствительных пестицидов (см. рис. 9). На рис. 10 показан профиль для сравнения средних коэффициентов отклика для концентраций 10, 100 и 500 нг/мл (четыре анализа для каждой концентрации). Сравнение результатов для инертного и стандартного хроматографических трактов демонстрирует, что увеличение инертности поверхностей тракта приводит к очевидному улучшению характеристик всей системы в целом для большого числа пестицидов, улучшая качество полученных данных и делая результаты количественного анализа более точными и прецизионными.

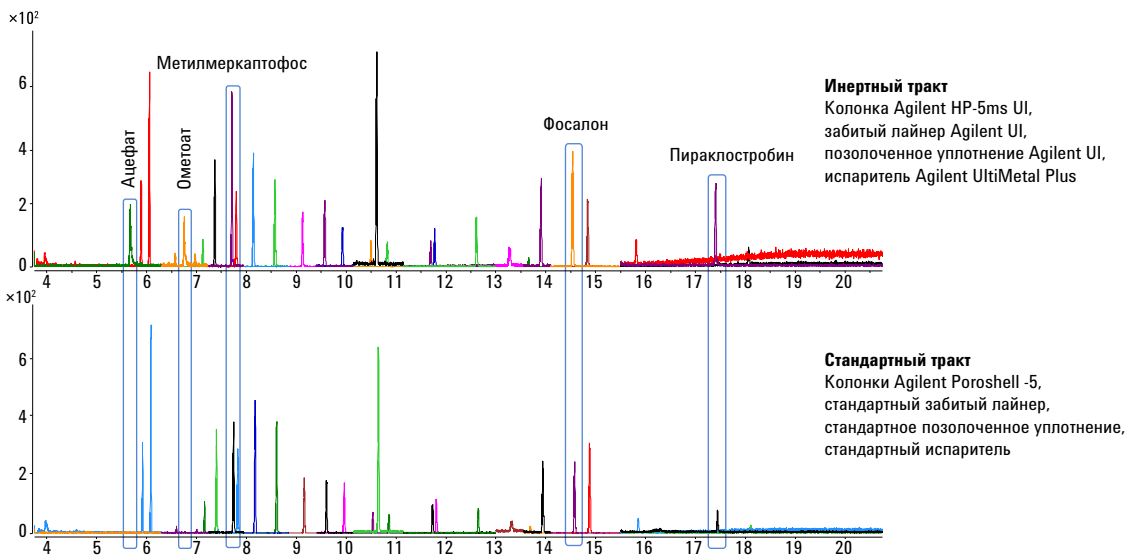


Рис. 8. Сравнение хроматограмм, полученных с использованием инертного хроматографического тракта Agilent и стандартного хроматографического тракта. Хроматограммы стандартного раствора пестицидов с концентрацией 10 нг/мл.

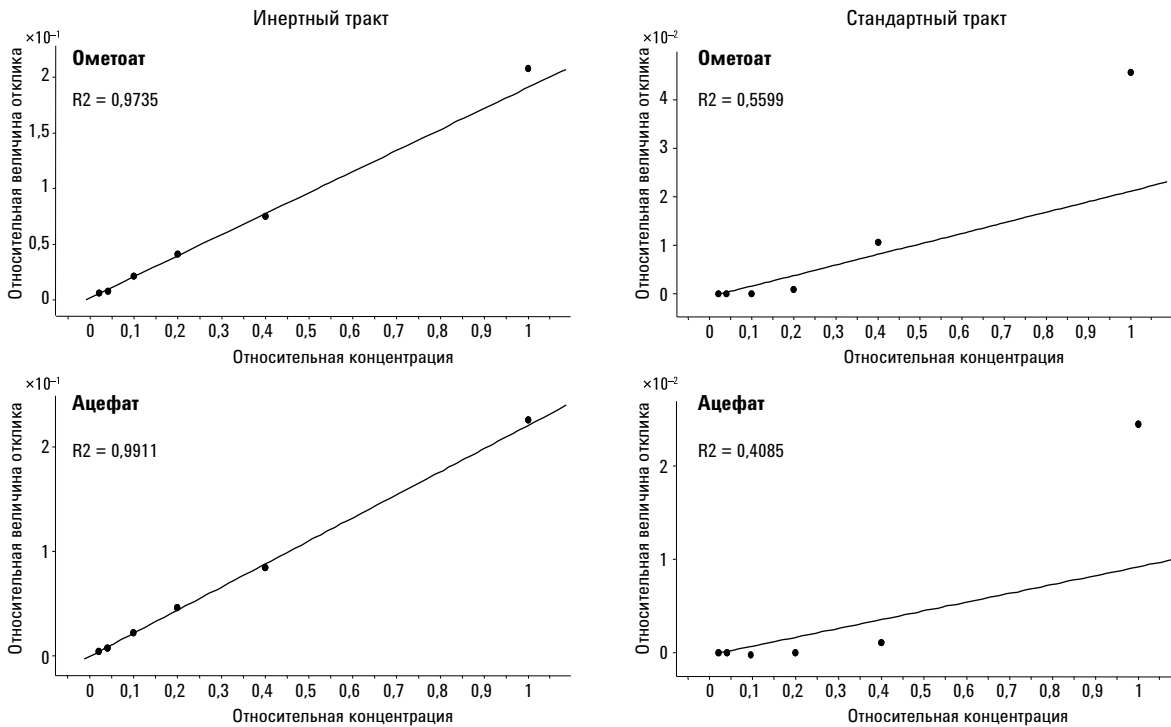


Рис. 9. Сравнение калибровочных графиков, полученных с использованием инертного хроматографического тракта Agilent и стандартного хроматографического тракта. Стандартные калибровочные растворы пестицидов с концентрацией 10, 20, 50, 100, 200 и 500 нг/мл

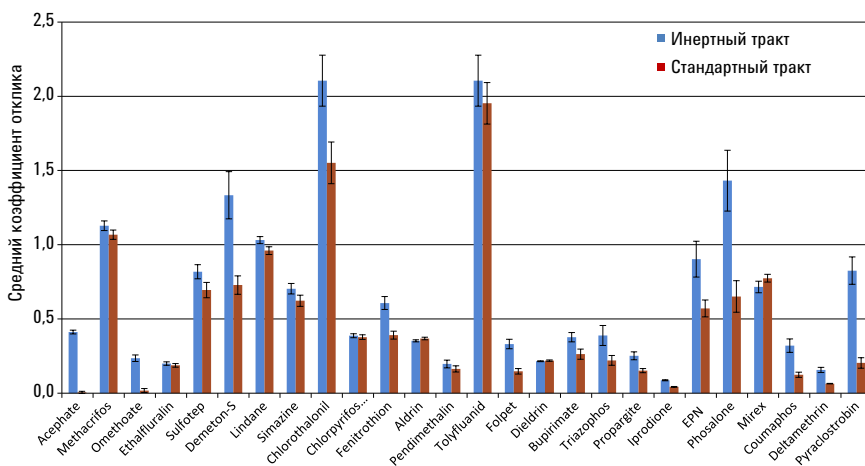


Рис. 10. Сравнение общих средних коэффициентов отклика, полученных с использованием инертного хроматографического тракта Agilent и стандартного хроматографического тракта. Результаты рассчитаны из данных анализа стандартных калибровочных растворов пестицидов с концентрацией 10, 100 и 500 нг/мл (четыре анализа для каждой концентрации)

Выводы

Позолоченные уплотнения Agilent Ultra Inert, а также гибкие металлические феррулы и сварные узлы испарителя с делением и без деления потока UltiMetal Plus показали свою пригодность для определения пестицидов. Позолоченные уплотнения Ultra Inert обеспечивают большую чувствительность и лучшую форму пиков для чувствительных пестицидов по сравнению со стандартными позолоченными уплотнениями и обработанными уплотнениями для испарителя из нержавеющей стали Siltek. Инертность гибких металлических феррул UltiMetal Plus такая же или лучшая, чем у феррул Siltite. Однако инновационная конструкция гибких металлических феррул снижает вероятность поломки колонки и повреждения фитинга. Эквивалентная инертность и преимущество с точки зрения механических свойств делает гибкие металлические феррулы UltiMetal Plus лучшим выбором для подключения колонки к устройствам CFT при определении пестицидов. Сварные узлы испарителя UltiMetal Plus пригодны для определения пестицидов и имеют потенциальное преимущество повышенной инертности поверхности. При испытании в экстремальных условиях, намеренно увеличив контакт паров пробы с поверхностью сварного узла испарителя, для чувствительных пестицидов, таких как фосфоорганические, были получены повышенная чувствительность и улучшенная форма пиков. Затем инертный хроматографический тракт Agilent в целом сравнивался с соответствующим стандартным трактом. Инертный хроматографический тракт Agilent продемонстрировал значительное улучшение характеристик, таких как чувствительность, форма пиков, линейность калибровочной кривой и общая стабильность, по сравнению со стандартным трактом. Все эти результаты демонстрируют, что минимизация площади активных участков хроматографического тракта критически важна для получения точных, прецизионных и надежных результатов определения пестицидов.

Литература

1. L. Zhao, D. Mao. Analysis of Pesticides in Food by GC/MS/MS using the Ultra Inert Liners with Wool. Рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5990-7706EN (2011).
2. L. Zhao, C-K. Meng. Quantitative and Repeatability Analysis of Trace Level Pesticides in Plantation Food by GC/MS/MS. Рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5990-9317EN (2011).
3. K. Lynam, D. Smith. Ultra Inert (UI) Wool Liner Performance Using an Agilent J&W DB-35ms UI Column with and without an Analyte Protectant for Organophosphate (OP) Pesticides. Рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5990-8235EN (2012).
4. Anon. Agilent J&W Ultra Inert GC Columns: A New Tool to Battle Challenging Active Analytes. Обзор технической информации, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5989-8665EN (2008).
5. V. Giarrocco, B. Quimby, M. Klee. Retention Time Locking: Concepts and Applications. Рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5966-2469EN (1997).
6. C-K. Meng, Improving Productivity and Extending Column Life with Backflush. Рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5989-6018EN (2010).

Дополнительная информация

Представленные данные отражают характерные результаты. Для получения дополнительной информации о наших продуктах и услугах посетите веб-сайт по адресу: www.agilent.com/chem.

www.agilent.com/chem

Компания Agilent не несет ответственности за возможные ошибки в настоящем документе, а также за убытки, связанные с получением настоящего документа, ознакомлением с ним и его использованием или являющиеся следствием этих действий.

Информация, описания и спецификации в настоящем документе могут быть изменены без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2013 г.
Напечатано в США
13 марта 2013 г.
5991-1860RU



Agilent Technologies