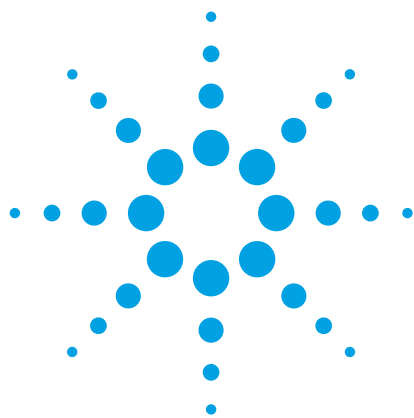




Schnellere Identifizierung von Pestiziden mit der Agilent High Efficiency Source

Der Agilent GC/MSD-Analyzer mit Deconvolution Reporting Software für Pestizid-Screenings

Application Note

Lebensmittelprüfung & Landwirtschaft

Autoren

Melissa Churley und Bruce Quimby
Agilent Technologies, Inc.

Der Agilent GC/MSD-Analyzer mit Deconvolution Reporting Software für Pestizid-Screenings auf Basis des Agilent 7890 GC und Agilent 5977B GC/MSD ermöglicht ein schnelles Screening und die Quantifizierung vieler Pestizide und endokrin aktiver Stoffe in einer einzigen Analyse. Die Agilent Deconvolution Reporting Software beschleunigt in Kombination mit der Retention Time Locked-Datenbank für Pestizide und endokrin aktive Stoffe die Berichterstellung und erhöht die Anzahl der gescreenten Zielsubstanzen. In der Konfiguration mit dem 5977B GC/MSD und der High Efficiency Source (HES) identifiziert der Analyzer mehr Pestizide und verkürzt zugleich die Analysendauer.



Agilent Technologies

Mit der High Efficiency Source mehr Pestizide identifizieren

Die Routineanalyse von Rückständen in Umwelt- und Lebensmittelproben erfordert eine zuverlässige Identifizierung und den Nachweis im Spurenbereich sowie schnelle Berichterstellung. Dank Deconvolution Reporting Software (DRS) auf Basis des NIST-AMDIS-Programms erfüllt der GC/MSD-Pestizid-Analyser jede einzelne dieser Anforderungen [1]. Die Datenbank für Pestizide und endokrin aktive Stoffe [2] verkürzt die Berichterstellungszeit und erhöht die Anzahl der gescreenten Zielsubstanzen. Zudem verkürzt der Säulen-Backflush der proprietären Capillary Flow-Technology die Zykluszeit, reduziert den Hintergrund durch andere chemische Substanzen und optimiert die Betriebszeit.

Der 5977B GC/MSD und die HES verbessern die Screening-Möglichkeiten, indem die Zahl der Ionen, die in der Quelle entstehen und in den Quadrupol-Analyser überführt werden, erhöht wird. Je mehr Ionen, desto stärker das Signal und besser die Empfindlichkeit. Diese Verbesserung der Response bedeutet, dass während des Screenings mehr Zielsubstanzen mit guter Übereinstimmung zur Bibliothek gefunden werden. Eine eindeutige Identifizierung in Lebensmittelproben bei Nachweisgrenzen von 10 ng/g ist jetzt im Full-Scan-Modus möglich.

Dies wurde anhand einer DRS-Analyse von Tomatenextrakt gezeigt, welches mit mehr als 200 Pestiziden mit Konzentrationen von 10 und 100 ng/g versetzt war. Dies ist gleichbedeutend mit der Injektion von 10 bzw. 100 pg jedes Pestizids. Bei einer Konzentration von 10 ng/g wurden mit der HES 38 Zielsubstanzen identifiziert. Im Vergleich dazu wurden mit der Ionenquelle mit Extraktor keine Zielsubstanzen identifiziert. Bei einer Konzentration von 100 ng/g wurden doppelt so viele Zielsubstanzen identifiziert (Tabelle 1). Abbildung 1 zeigt das Beispiel einer AMDIS-Analyse für die Zielsubstanz Flusilazol, einschließlich der rohen sowie der extrahierten Spektren mit der Übereinstimmung der Komponente mit der Bibliothek.

Schlussfolgerungen

Der Agilent GC/MSD-Analyser mit Deconvolution Reporting Software für Pestizid-Screenings in der Konfiguration mit dem Agilent 5977B GC/MSD und der HES ermöglicht ein schnelleres und genaueres Pestizid-Screening. In Kombination mit der Deconvolution Reporting Software ist eine fehlerfreie Identifizierung im Full-Scan-Modus für viele Zielsubstanzen in Lebensmitteln bei Konzentrationen von 10 ng/g möglich.

Tabelle 1: Anzahl der identifizierten AMDIS-Zielsubstanzen in Tomatenextrakt, der mit 10 und 100 ng/g versetzt war, unter Verwendung der Ionenquelle mit Extraktor (EXR) und der HES (MMF = 80). Die injizierte Pestizidmenge betrug 10 bzw. 100 pg. Bei einer Konzentration von 10 ng/g wurden mit der HES 38 Zielsubstanzen identifiziert. Im Vergleich dazu wurden mit der Ionenquelle mit Extraktor keine Zielsubstanzen identifiziert. Bei einer Konzentration von 100 ng/g wurden doppelt so viele Zielsubstanzen identifiziert (Tabelle 1). Die Analyse (Verteilung) der NIST-Trefferzahlen ist für die Kategorien 1., 2. und ≥ 3 . Treffer angegeben. Identifizierte Zielsubstanzen, mit denen der Tomatenextrakt nicht versetzt wurde, die aber einen AMDIS-Übereinstimmungswert ≥ 80 und eine NIST-Trefferzahl ≤ 3 hatten, sind ebenfalls aufgeführt. Tuningbedingungen für jede Quelle sind in Klammer angegeben.

	EXR (Atune)		HES (Autotune)	
	10 ng/g	100 ng/g	10 ng/g	100 ng/g
Anzahl der Zielsubstanzen mit einem AMDIS-Wert ≥ 80	0	91	38	164
Verteilung der NIST-Treffer				
1. Treffer	0	63	26	144
2. Treffer	0	12	7	14
≥ 3 . Treffer	0	16	5	6
Nicht versetzt, ≤ 3 . Treffer	2*	4**	2*	8***

* Diethylphthalat und Benzophenon

** Benzilamid, Benzophenon, Quintozen-Metabolit (Pentachlorphenylmethylsulfid), Indoxacarb und Dioxacarb-Zersetzungsprodukt [2-(1,3-Dioxolan-2-yl)-phenol]

*** Diethylphthalat, Benzophenon, Fonofos, Phenol, Phthalsäure, Di(oct-3-yl)-ester, Phthalimid, Quintozen-Metabolit (Pentachlorphenylmethylsulfid), Indoxacarb und Dioxacarb-Zersetzungsprodukt [2-(1,3-Dioxolan-2-yl)-phenol]

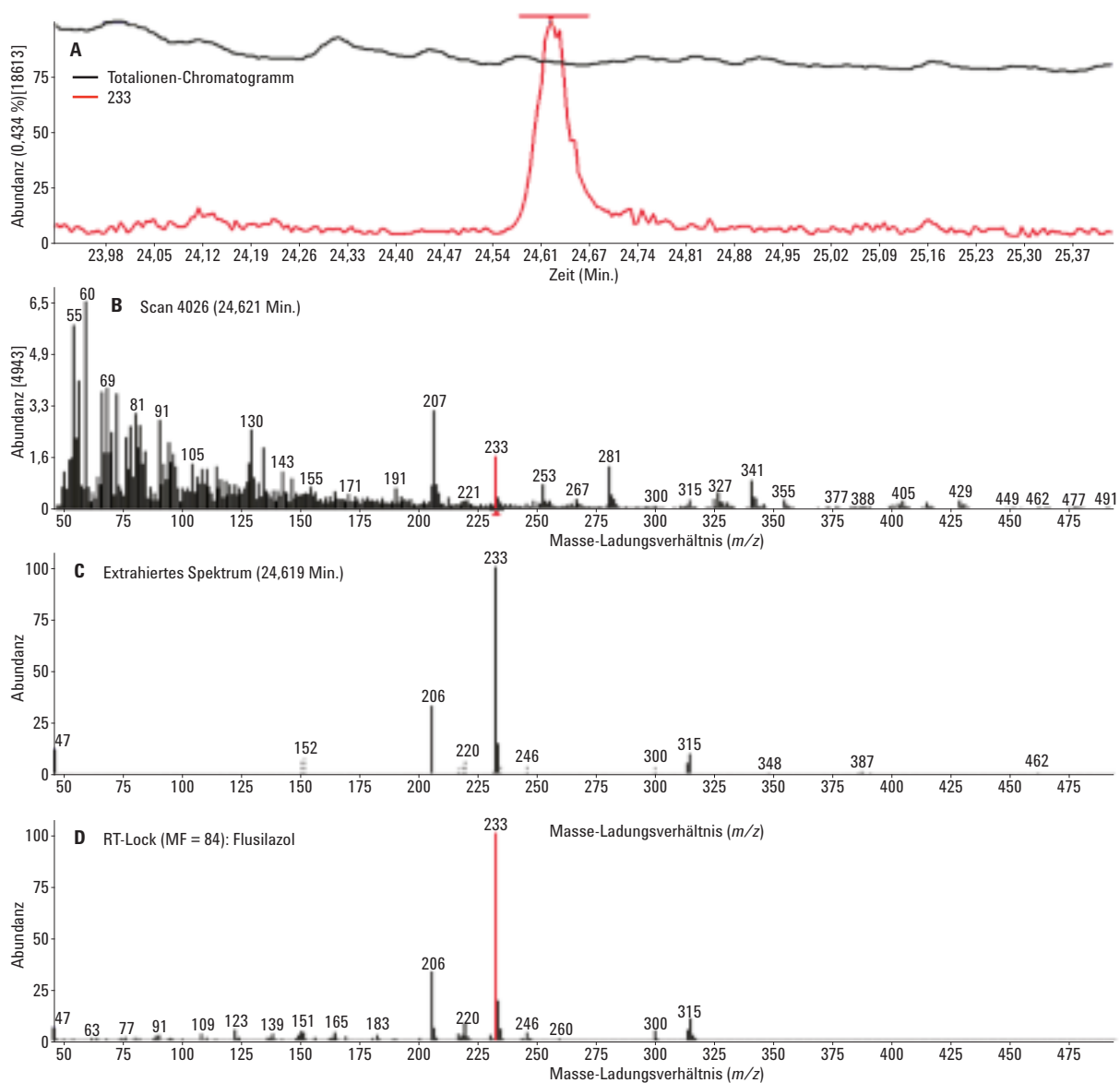


Abbildung 1. Analyse von 10 pg Flusilazol in Tomatenextrakt mit AMDIS. A) Überlagerung des extrahierten Ionenchromatogramms m/z 233 (rot) und des Totalionen-Chromatogramms (schwarz); B) Rohspektrum; C) extrahiertes Spektrum für die Komponente; D) Bibliotheksspektrum, AMDIS-Übereinstimmungsfaktor = 84. Der berichtete umgekehrte NIST-Übereinstimmungsfaktor ist 73.

Danksagung

Die Autoren danken Nathan Contino.

Literatur

1. Anon. NIST Standard Reference Database 1A, NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library (NIST 14) and NIST Mass Spectral Search Program (Version 2.2), User's Guide. National Institute of Standards and Technology, U.S. Department of Commerce, Gaithersburg, MD, USA.
<http://www.nist.gov/srd/upload/NIST1aVer22Man.pdf>
2. Wylie, P. L. *Screening for 926 Pesticides and Endocrine Disruptors by GC/MS with Deconvolution Reporting Software and a New Pesticide Library*; Application note, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5989-5076EN, **2006**.

Weitere Informationen

Diese Daten stellen typische Ergebnisse dar. Weitere Informationen zu unseren Produkten und Leistungen finden Sie auf unserer Website unter www.agilent.com/chem.

www.agilent.com/chem

Agilent haftet weder für hierin enthaltene Fehler noch für Neben- oder Folgeschäden in Zusammenhang mit der Bereitstellung, Leistung oder Verwendung dieses Materials.

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc., 2015
Gedruckt in den USA,
19. Oktober 2015
5991-6355DEE



Agilent Technologies