

Analytische Evaluation der Agilent trockenlaufenden IDP-10 Scroll-Vakuumpumpe und Ölvorpumpe auf dem Agilent GC Intuvo 9000 gekoppelt mit dem 7010B Triple Quad Massenspektrometer.
Multirückstand-Pestizidanalyse in Lebensmitteln.



Zusammenfassung

Die Agilent trockenlaufende IDP-10 Scrollpumpe wurde hinsichtlich der Analyseleistung bei der Multirückstand-Pestizidanalyse in Lebensmitteln evaluiert und mit einer herkömmlichen Ölvorpumpe verglichen. In der Studie wurde das Agilent Intuvo 9000 GC-System gekoppelt mit dem 7010B Triple Quadrupole Massenspektrometer (GC/MS-MS) verwendet. Die bestimmten Parameter umfassten Vakuummessungen und Tuning-Berichte.

Die Analyse konzentrierte sich auf 30 Pestizide in einer Zitronenmatrix und untersuchte die Chromatogramme, Kalibrierungskurven, Reproduzierbarkeit und das S/N-Verhältnis bei zwei verschiedenen Konfigurationen.

Einführung

Es wurde festgestellt, dass die IDP-10 Pumpe im Vergleich mit der Rotationspumpe kompakter und umweltfreundlicher ist sowie ein niedrigeres Niveau an Rauschen aufweist. Die Agilent trockenlaufende IDP-10 Scrollpumpe ist eine ölfreie und einfach zu wartende Vakuumpumpe. Der Invertermotor sorgt für eine gleichmäßige Vakuumleistung – bei allen weltweit gängigen Frequenzen und Eingangsspannungen. Das hermetische Design, bei dem der Motor und sämtliche Lager komplett vom Vakuum-Weg isoliert sind, ermöglicht eine längere Lebensdauer der Lager und liefert ein sauberes, trockenes Vakuum. Die Pumpe ist optional mit integriertem Rückschlagventil am Einlass verfügbar. Dies führt zu keinem zusätzlichen Platzbedarf in der Höhe.

Die Pumpenleistung wurde verglichen, indem Daten in zwei separaten Schritten erfasst wurden. Der erste Datensatz wurde unter Verwendung der Ölvorpumpe und der zweite Datensatz unter Verwendung der trockenlaufenden IDP-10 Scroll-Vakuumpumpe gewonnen. Vor jedem Schritt wurde ein Tuning durchgeführt.

Autoren

Alice Borin

Applikationsspezialistin – dtoLABs

Michele Pozzebon

Laborleiterin – dtoLABs

Analytische Methode

Werkstoffe

Intuvo 9000 GC und 7010B Triple Quadrupol MS-System.

Einlass: Split/Splitlos.

Injektionsmodus, Injektionsvolumen: Gepulst splitlos, 1 µl.

Verbindungen: Acrinathrin, Bifenthrin, Bromopropylat, Chlorfenvinphos, Chlorthalonil, Chlorpropham, Chlorpyrifos, Chlorpyrifosmethyl, Coumaphos, Lambda Cyhalothrin, Deltamethrin, Endosulfan I, Endosulfan II, Endosulfansulfat, Fenvalerat I, Fenvalerat II, Fipronil, Fluquinconazol, Fluvalinat I, Fluvalinat II, Folpet, Indoxacarb, Iprodion, Kresoxim-methyl, Myclobutanil, Penconazol, Pendimethalin, Procymidon, Quinoxifen, Tefluthrin-cis, Tetraconazol, Tetramethrin I, Tolcophos-methyl, Trifloxistrobin.

Interne Standards: Acenaphthen-d10, Chrysen-d12, Perylen-d12, Phenanthren-d10.

Matrix: Zitrone.

Ergebnisse und Diskussion

Tuning und Vakuum

Der MS-Detektor muss abgeglichen werden, um eine korrekte m/z-Abstimmung zu gewährleisten. Das Tuning erfolgte unter Verwendung von PFTBA (Perfluortributylamin), das mittels eines Ventils in die Ionenquelle eingebracht wurde. Diese Verbindung erzeugt ein charakteristisches Spektrum. Einige der Ionen werden für die Erstellung des MS verwendet. Die Tuning-Berichte für die GC/MS-MS-Konfiguration mit der Ölvorpumpe und der Agilent Technologies IDP-10 Scrollpumpe sind in Tabelle 1 aufgeführt. Die Vakuummessungen waren auf beiden Systemen vergleichbar. Sie befinden sich außerdem deutlich innerhalb der empfohlenen Grenzwerte für Wasser (< 20 %) und Luft (Sauerstoff < 2,5 % und Stickstoff < 10 %). Beide Systeme haben die Verifizierung bestanden.

Parameter	Ölvorpumpe	IDP-10 Scrollpumpe
Vorvakuum, mTorr	1,29E+02	1,28E+02
Hochvakuum, Torr	8,32E-05	8,27E-05
Turbogeschwindigkeit, %	100	100
Turboleistung, W	20,2	28,8
EMV, V	901	912
Wasser, % (< 20 %)	0,11	0,12
Sauerstoff, % (< 2,5 %)	0,18	0,16
Stickstoff, % (10 %)	0,67	0,61

Tabelle 1: Vergleich der Tuningwerte für beide Konfigurationen

Matrixvorbereitung (Zitrone)

10 g ($\pm 0,1$ g) Gewicht homogener Zitronenprobe (ohne Pestizide).

600 µl NaOH 5 mM und 10 ml Acetonitril (im Vorfeld gekühlt bei 4 °C), hinzufügen, für 20 Minuten vortexen.

Keramik-Homogenisator hinzufügen (Bestellnr. 5982-9313) und QuEChERS-Salz EN-Methode (Bestellnr. 5982-5650), 1 Min. vortexen, zentrifugieren.

6 ml Überstand in dispersive SPE EN-Methode (Früchte und Gemüse allgemein, Bestellnr. 5982-5056), 1 Min. vortexen, zentrifugieren.

1 ml des Überstands in ein Fläschchen und erfasst mit GC/MS-MS.

Matrixkalibrierung und Reproduzierbarkeit

Kalibrierungen wurden für beide Konfigurationen durchgeführt, wobei jede Kalibrierung in der Zitronenmatrix als 0,2-0,5-1-2-5-10-20-50 µg/l angegeben wurde. Abbildung 1 zeigt die Total-Ionen-Chromatogramme (TIC) und MRM-Übergänge des Matrixstandards (20 µg/l).

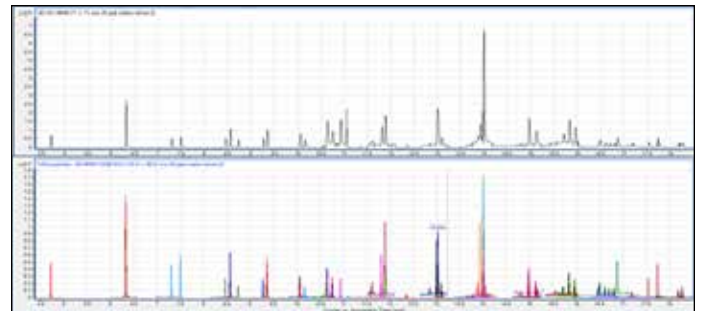


Abbildung 1: Total-Ionen-Chromatogramme (TIC) und dynamische MRM-Übergänge (20 µg/l Matrixstandard).

Die Reproduzierbarkeit innerhalb eines Tages (RSD %) wurde berechnet, indem zehn Replikate des 1 µg/l Matrixstandards analysiert wurden. Tabelle 2 gibt eine Zusammenfassung der durchschnittlichen Flächenwerte (Area Counts) (10 Replikate von 1 µg/l) und der RSD (%) auf Grundlage der absoluten Fläche (Verhältnis von Standardabweichung zu Durchschnitt über 10 Wiederholungen, für 100) sowie der Korrelationskoeffizienten (R²) der Kalibrierung. Für alle Verbindungen wurden keine signifikanten Unterschiede beim R² beobachtet, aber es wurden für die meisten Verbindungen deutliche Unterschiede beim RSD-Prozentsatz gefunden. Die mit der IDP-10 Scrollpumpe für die Verbindungen erzeugte RSD (%) ist besser als die mit der Rotationspumpe erzeugte RSD (%).

Verbindung	Ölvorpumpe			IDP-10 Scrollpumpe		
	Flächenwerte	RSD (%)	R2	Flächenwerte	RSD (%)	R2
Chlorpropham	32 696	7,4	0,994	48 989	4,0	0,994
Tefluthrin, cis-	42 255	4,5	0,997	58 587	3,2	0,999
Chlorthalonil	11 714	5,5	0,994	13 732	5,6	0,995
Chlorpyrifosmethyl	17 268	3,6	0,996	21 819	3,7	0,999
Tolclofos-methyl	40 012	3,7	0,995	51 890	2,7	0,999
Chlorpyrifos	13 494	6,0	0,995	17 949	3,5	0,998
Tetraconazol	11 779	8,1	0,990	15 052	5,8	0,995
Pendimethalin	9466	10,0	0,994	11 202	6,9	0,994
Penconazol	30 970	9,2	0,993	40 771	6,9	0,995
Fipronil	6700	13,3	0,996	9487	11,6	0,994
Chlorfenvinphos	19 371	10,2	0,990	27 897	5,9	0,994
Procymidon	18 210	7,7	0,999	25 660	5,9	0,998
Folpet	1514	27,1	0,978	2801	12,9	0,994
Endosulfan I	2057	7,3	0,999	2573	7,0	0,999
Myclobutanil	49 080	9,4	1,000	53 917	6,7	0,999
Endosulfan II	3710	7,1	0,999	5067	6,5	0,999
Quinoxifen	61 561	6,8	1,000	73 813	5,7	0,999
Endosulfansulfat	16 348	8,5	1,000	21 956	6,3	0,998
Iprodion	1714	12,8	0,995	2206	10,2	0,999
Tetramethrin	56 949	7,6	1,000	82 908	7,7	0,997
Bromopropylat	29 964	8,0	1,000	43 623	5,0	0,999
Cyhalothrin (lambda)	20 046	8,1	1,000	26 726	5,9	0,999
Acrinathrin	7762	8,2	1,000	10 306	7,3	0,999
Fluquinconazol	24 979	8,4	1,000	28 364	6,4	0,999
Coumaphos	11 796	6,6	1,000	14 196	5,2	0,999
Fenvalerat I	33 164	5,7	0,999	38 453	5,1	0,999
Fluvalinat-tau I	628	10,5	0,998	1144	8,7	0,998
Fluvalinat-tau II	798	4,9	0,998	1189	10,0	0,998
Indoxacarb	10 334	6,3	1,000	13 169	4,0	1,000
Deltamethrin	6943	8,2	0,999	9359	8,4	0,996

Tabelle 2: Zusammenfassung der mittels beider Konfigurationen erhaltenen Korrelationskoeffizienten (R2), Flächenwerte und RSD %.

Signal-Rausch-Verhältnis und Peakform

Das Signal-Rausch-Verhältnis (S/N) wurde für jede Verbindung mit dem RMS („Root-mean-square“)-Algorithmus berechnet. Die Ergebnisse zeigten für die meisten Verbindungen signifikante Unterschiede beim Signal-Rausch-Verhältnis, mit einer besseren Leistung bei Verwendung der IDP-10 Scrollpumpe im Vergleich zur Rotationspumpe. Tabelle 3 zeigt das Signal-Rausch-Verhältnis.

Verbindung	RT	Signal-Rausch-Verhältnis – Ölvorpumpe	Signal-Rausch-Verhältnis – IDP-10 Scrollpumpe
Chlorpropham	7,303	17,4	16,0
Tefluthrin, cis-	8,564	400,5	950,9
Chlorthalonil	8,735	318,1	326,8
Chlorpyrifosmethyl	9,271	580,1	1087,9
Tolclofos-methyl	9,355	334,2	406,2
Chlorpyrifos	10,059	639,0	724,2
Tetraconazol	10,159	791,1	1216,4
Pendimethalin	10,615	315,2	383,5
Penconazol	10,643	829,6	813,4
Fipronil	10,736	229,6	392,9
Chlorfenvinphos	10,754	48,7	20,4
Procymidon	10,930	210,8	517,2
Folpet	10,935	27,5	46,5
Endosulfan I	11,352	48,6	75,3
Myclobutanil	11,808	226,2	174,8
Endosulfan II	12,351	149,0	175,3
Quinoxifen	12,997	547,2	588,9
Endosulfansulfat	13,097	423,7	611,9
Iprodion	13,770	57,6	129,7
Tetramethrin	13,884	24,4	25,4
Bromopropylat	13,994	593,8	417,6
Cyhalothrin (lambda)	14,965	125,3	166,3
Acrinathrin	15,118	117,1	26,0
Fluquinconazol	15,952	337,3	331,4
Coumaphos	15,955	120,0	92,8
Fenvalerat I	17,530	36,9	25,9
Fluvalinat-tau I	17,708	24,4	36,3
Fluvalinat-tau II	17,757	26,1	36,2
Indoxacarb	18,178	49,0	37,8
Deltamethrin	18,258	90,3	52,1

Tabelle 3: Signal-Rausch-Verhältnis für beide Konfigurationen.

Abbildung 2 zeigt die Chlorthalonil-Peakform für beide Konfigurationen. Die Antwort und Peakhöhe sind bei allen Verbindungen für beide Konfigurationen vergleichbar.

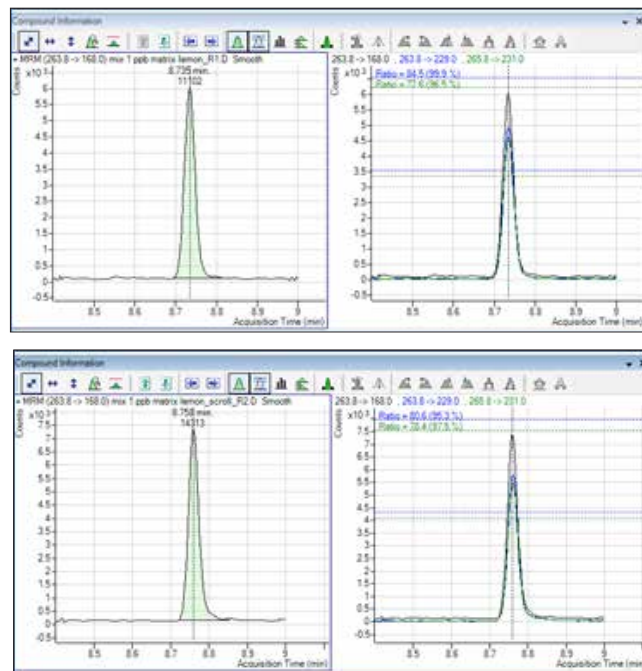


Abbildung 2: MRM-Übergänge für Chlorthalonil (1 Quantifizierer und 2 Qualifizierer) bei 1 µg/l.

Abschließende Bemerkungen

Die Analyseleistung der Agilent trockenlaufenden IDP-10 Scroll-Vakuumpumpe wurde im Vergleich mit der herkömmlichen Ölvorpumpe bestimmt. Die Vakuummessungen und Tuning-Parameter waren bei beiden Pumpen vergleichbar. Die Analyseleistung war bei Verwendung der Agilent IDP-10 Scrollkonfiguration ebenfalls vergleichbar.

www.agilent.com

Agilent haftet nicht für Fehler in dieser Veröffentlichung oder für beiläufig entstandene oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Ausstattung, Leistung oder Verwendung dieses Materials. Änderungen vorbehalten

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Gedruckt in Europa, 20. März 2018
5991-9201DEE