

Evaluación analítica de la bomba de vacío seca tipo *scroll* IDP-10 de Agilent y una bomba mecánica con aceite en un sistema GC Agilent 9000 Intuvo acoplado a espectrómetros de masas de triple cuadrupolo Agilent 7010B

Análisis de multiresiduos de pesticidas en alimentos



Resumen

El rendimiento analítico de la bomba seca *scroll* IDP-10 de Agilent se evaluó y comparó con el de una bomba mecánica convencional con aceite en un estudio de análisis de multiresiduos de pesticidas. En este estudio se empleó un sistema GC Agilent 9000 Intuvo acoplado a espectrómetros de masas de triple cuadrupolo Agilent 7010B (GC/MS-MS). Entre los parámetros evaluados se incluyeron las lecturas de vacío y los informes de sintonización.

En el análisis, que se centró en 30 pesticidas contenidos en una matriz de limón, se examinaron los cromatogramas, las curvas de calibración, la reproducibilidad y la relación señal-ruido obtenidos con dos configuraciones distintas.

Introducción

Hemos comprobado que la bomba IDP-10 es más compacta y respetuosa con el medio ambiente que las bombas rotatorias; además, genera un nivel de ruido menor. La bomba seca tipo *scroll* IDP-10 es una bomba de vacío sin aceite cuyo mantenimiento resulta sencillo. El motor con inversor consigue un rendimiento uniforme del sistema de vacío con todas las frecuencias y tensiones de entrada existentes a nivel mundial. Su diseño hermético, con el motor y todos los rodamientos completamente aislados de la ruta de vacío, prolonga la vida útil de los rodamientos y permite generar vacío de forma limpia y sin aceite. En el armazón de la bomba puede instalarse una válvula opcional de protección integral de la entrada, sin que eso añada altura a la bomba.

Comparamos el rendimiento de las bombas mediante la adquisición de datos en dos pasos distintos. El primer conjunto de datos se adquirió con la bomba mecánica con aceite y el segundo, con la bomba de vacío seca tipo *scroll* IDP-10. Antes de cada uno de los pasos se llevó a cabo un proceso de sintonización.

Autores

Alice Borin

Especialista en aplicaciones, dtoLABs

Michele Pozzebon

Director de laboratorio, dtoLABs

Técnica analítica

Materiales

Sistema GC Agilent 9000 Intuvo acoplado a espectrómetros de masas de triple cuadrupolo Agilent 7010B.

Inyector: split/splitless.

Modo y volumen de inyección: splitless pulsado, 1 μ l.

Compuestos: acrinatrina, bifentrina, bromopropilato, clorfenvinfos, clorotalonil, clorprofam, clorpirifós, clorpirifós metil, cumafós, lambda cialotrina, deltametrina, endosulfán I, endosulfán II, sulfato de endosulfán, fenvalerato I, fenvalerato II, fipronil, fluquinconazol, fluvalinato I, fluvalinato II, folpet, indoxacabo, iprodiona, kresoxim metil, miclobutanil, penconazol, pendimetalina, procimidona, quinoxifen, cis-teflutrina, tetraconazol, tetrametrina I, tolclofós metil y trifloxistrobina.

Patrones internos: acenafteno-d10, criseno-d12, perileno-d12 y fenantreno-d10.

Matriz: limón.

Resultados y comentarios

Sintonización y vacío

El detector selectivo de masas debe sintonizarse para garantizar un alineamiento correcto de la relación m/z. Para ello, se utilizó perfluorotributilamina (PFTBA), que se introdujo en la fuente de iones mediante una válvula. Este compuesto genera un espectro característico, y algunos de los iones que aparecen en él se emplean para configurar los espectrómetros de masas. En la Tabla 1 se muestran los informes de sintonización asociados a la configuración del sistema GC/MS-MS y obtenidos para la bomba mecánica con aceite y la bomba IDP-10 de Agilent Technologies. Las lecturas de vacío fueron similares para ambos sistemas. También cumplen sobradamente los límites recomendados para el agua (< 20 %) y el aire (oxígeno < 2,5 % y nitrógeno < 10 %). Asimismo, ambos sistemas superaron un proceso de verificación.

Parámetro	Bomba mecánica con aceite	Bomba IDP-10
Bajo vacío, mTorr	1,29E+02	1,28E+02
Alto vacío, Torr	8,32E-05	8,27E-05
Velocidad de la bomba turbo (%)	100	100
Potencia de la bomba turbo (W)	20,2	28,8
EMV (V)	901	912
Agua (%) (< 20 %)	0,11	0,12
Oxígeno (%) (< 2,5 %)	0,18	0,16
Nitrógeno (%) (10 %)	0,67	0,61

Tabla 1. Comparación de los valores de sintonización para ambas configuraciones.

Preparación de la matriz (limón)

Se pesaron 10 g (\pm 0,1 g) de una muestra de limón homogeneizada (sin pesticidas).

Se añadieron 600 μ l de NaOH 5mM y 10 ml de acetonitrilo, refrigerado previamente a 4 °C, y se mezcló todo en un vórtex durante 20 minutos.

Se añadieron homogeneizador cerámico (ref. 5982-9313) y sal QuEChERS del método EN (ref. 5982-5650); posteriormente, se mezcló todo en un vórtex durante 1 min y la solución resultante se centrifugó.

Se depositaron 6 ml de sobrenadante en el kit del método EN de extracción en fase sólida (SPE) dispersiva (frutas y verduras en general, ref. 5982-5056); posteriormente, se mezcló todo en un vórtex durante 1 min y la solución resultante se centrifugó.

Se depositó 1 ml de sobrenadante en un vial y se realizó la adquisición de datos por GC/MS-MS.

Calibración de la matriz y reproducibilidad

Se llevaron a cabo calibraciones para ambos tipos de configuraciones; cada calibración se expresó como una concentración de 0,2, 0,5, 1, 2, 5, 10, 20 o 50 μ g/l en la matriz de limón. La Figura 1 muestra los cromatogramas de iones totales (TIC) y las transiciones MRM de un patrón de matriz (20 μ g/l).

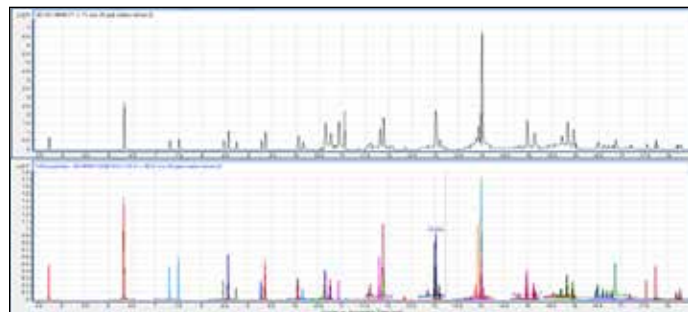


Figura 1. Cromatogramas TIC y transiciones MRM dinámicas (patrón de matriz de 20 μ g/l).

Para calcular la reproducibilidad intradiaria (% RSD), se analizaron diez réplicas de un patrón de matriz de 1 μ g/l. La Tabla 2 resume los valores medios de cuentas de área (diez réplicas con un patrón de 1 μ g/l), el valor de % RSD basado en el área absoluta (relación entre la desviación estándar y el valor medio para las diez réplicas, multiplicada por 100) y los coeficientes de correlación de la calibración (R^2). No se observaron diferencias significativas de los valores R^2 entre todos los compuestos; sin embargo, se detectaron diferencias notables en el valor de % RSD para la mayoría de los compuestos. Los valores de % RSD obtenidos para los compuestos con la bomba IDP-10 fueron mejores que los conseguidos con la bomba rotatoria.

Compuesto	Bomba mecánica con aceite			Bomba IDP-10		
	Cuentas de área	% RSD	R2	Cuentas de área	% RSD	R2
Clorprofam	32.696	7,4	0,994	48.989	4,0	0,994
Cis-teflutrina	42.255	4,5	0,997	58.587	3,2	0,999
Clorotalonil	11.714	5,5	0,994	13.732	5,6	0,995
Clorpirifós metil	17.268	3,6	0,996	21.819	3,7	0,999
Tolclofós-metilo	40.012	3,7	0,995	51.890	2,7	0,999
Clorpirifós	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
Pendimetalina	9.466	10,0	0,994	11.202	6,9	0,994
Penconazol	30.970	9,2	0,993	40.771	6,9	0,995
Fipronil	6.700	13,3	0,996	9.487	11,6	0,994
Clorfenvinfos	19.371	10,2	0,990	27.897	5,9	0,994
Procimidona	18.210	7,7	0,999	25.660	5,9	0,998
Folpet	1.514	27,1	0,978	2.801	12,9	0,994
Endosulfán I	2.057	7,3	0,999	2.573	7,0	0,999
Miclobutanil	49.080	9,4	1,000	53.917	6,7	0,999
Endosulfán II	3.710	7,1	0,999	5.067	6,5	0,999
Quinoxifen	61.561	6,8	1,000	73.813	5,7	0,999
Sulfato de endosulfán	16.348	8,5	1,000	21.956	6,3	0,998
Iprodiona	1.714	12,8	0,995	2.206	10,2	0,999
Tetrametrina	56.949	7,6	1,000	82.908	7,7	0,997
Bromopropilato	29.964	8,0	1,000	43.623	5,0	0,999
Lambda cialotrina	20.046	8,1	1,000	26.726	5,9	0,999
Acrinatrina	7.762	8,2	1,000	10.306	7,3	0,999
Fluquinconazol	24.979	8,4	1,000	28.364	6,4	0,999
Cumafós	11.796	6,6	1,000	14.196	5,2	0,999
Fenvalerato I	33.164	5,7	0,999	38.453	5,1	0,999
Tau-fluvalinato I	628	10,5	0,998	1.144	8,7	0,998
Tau-fluvalinato II	798	4,9	0,998	1.189	10,0	0,998
Indoxacarbo	10.334	6,3	1,000	13.169	4,0	1,000
Deltametrina	6.943	8,2	0,999	9.359	8,4	0,996

Tabla 2. Resumen de los coeficientes de correlación (R2), las cuentas de área y los valores de % RSD obtenidos con ambas configuraciones.

Relación señal-ruido y forma de pico

Se calculó la relación señal-ruido (S/N) con la media cuadrática (RMS) correspondiente para cada compuesto. Los resultados mostraron diferencias significativas entre las relaciones señal-ruido obtenidas para la mayoría de los compuestos adquiridos, aunque el rendimiento de la bomba IDP-10 fue mejor que el de la bomba rotatoria. La Tabla 3 muestra los valores de las relaciones señal-ruido.

Compuesto	TR	S/N (bomba mecánica con aceite)	S/N (bomba IDP-10)
Clorprofam	7,303	17,4	16,0
Cis-teflutrina	8,564	400,5	950,9
Clorotalonil	8,735	318,1	326,8
Clorpirifós metil	9,271	580,1	1087,9
Tolclofós-metilo	9,355	334,2	406,2
Clorpirifós	10,059	639,0	724,2
Tetraconazol	10,159	791,1	1216,4
Pendimetalina	10,615	315,2	383,5
Penconazol	10,643	829,6	813,4
Fipronil	10,736	229,6	392,9
Clorfenvinfos	10,754	48,7	20,4
Procimidona	10,930	210,8	517,2
Folpet	10,935	27,5	46,5
Endosulfán I	11,352	48,6	75,3
Miclobutanil	11,808	226,2	174,8
Endosulfán II	12,351	149,0	175,3
Quinoxifen	12,997	547,2	588,9
Sulfato de endosulfán	13,097	423,7	611,9
Iprodiona	13,770	57,6	129,7
Tetrametrina	13,884	24,4	25,4
Bromopropilato	13,994	593,8	417,6
Lambda cialotrina	14,965	125,3	166,3
Acrinatrina	15,118	117,1	26,0
Fluquinconazol	15,952	337,3	331,4
Cumafós	15,955	120,0	92,8
Fenvalerato I	17,530	36,9	25,9
Tau-fluvalinato I	17,708	24,4	36,3
Tau-fluvalinato II	17,757	26,1	36,2
Indoxacarbo	18,178	49,0	37,8
Deltametrina	18,258	90,3	52,1

Tabla 3. Relaciones señal-ruido obtenidas con ambas configuraciones.

La Figura 2 muestra la forma de pico del clorotalonil para ambas configuraciones. La respuesta y la altura de pico de todos los compuestos fueron similares con ambas configuraciones.

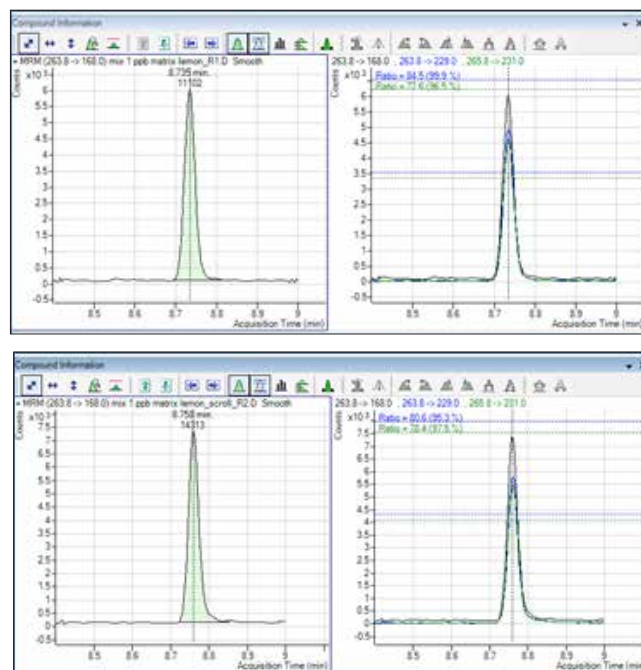


Figura 2. Transiciones MRM del clorotalonil (un cuantificador y dos cuantificadores) con una concentración de 1 µg/l.

Conclusión

El rendimiento analítico de la bomba de vacío seca *scroll* IDP-10 de Agilent se comparó con el de una bomba mecánica convencional con aceite. Las lecturas de vacío obtenidas con ambas bombas fueron similares, al igual que los parámetros de sintonización. También se obtuvo un rendimiento analítico similar con la configuración que incluía la bomba IDP-10 de Agilent.

www.agilent.com

Agilent no se hace responsable de ningún error incluido en este documento ni de ningún daño accidental o consecuencial relacionado con la distribución, la aplicación o el uso de este material. La información, las descripciones y las especificaciones de esta publicación están sujetas a modificación sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Impreso en Europa, 20 de marzo de 2018
5991-9201ES