

Évaluation analytique de la pompe sèche à vide à spirale Agilent IDP-10 et de la pompe primaire à huile sur le GC Agilent Intuvo 9000 couplé au spectromètre de masse triple quadripôle 7010B. Analyse multi-résidus de pesticides dans les aliments.



Résumé

La performance analytique de la pompe sèche à spirale Agilent IDP-10 a été évaluée et comparée à celle de la pompe primaire conventionnelle à huile dans le cadre de l'analyse multi-résidus de pesticides présents dans les aliments. Cette étude a utilisé le GC Agilent Intuvo 9000 couplé au spectromètre de masse triple quadripôle 7010B (GC/MS-MS). Les paramètres évalués comprenaient des mesures de vide et des rapports de réglage.

L'analyse a porté sur 30 pesticides dans une matrice de citron et a consisté à examiner les chromatogrammes, les courbes d'étalonnage, la reproductibilité et le rapport signal sur bruit obtenus lorsque différentes configurations sont utilisées.

Introduction

Nous avons trouvé que la pompe IDP-10 est plus compacte, plus respectueuse de l'environnement et qu'elle émet un niveau de bruit plus faible que la pompe rotative. La pompe sèche à spirale Agilent IDP-10 est une pompe à vide sans huile qui permet un entretien aisé. Le moteur contrôlé par un inverseur fournit une performance à vide uniforme quelles que soient la fréquence globale et la tension d'entrée. La conception hermétique, grâce au moteur et à l'ensemble des paliers complètement isolés du circuit sous vide, prolonge la vie des paliers et permet d'obtenir un vide propre et sec. Une vanne de protection d'injecteur intégrée optionnelle, incorporée au châssis de la pompe, est disponible et fournit une hauteur supplémentaire à la pompe.

Nous avons comparé les performances d'acquisition de données de la pompe en deux étapes distinctes. La première série de données a été recueillie en utilisant la pompe primaire à huile, puis la deuxième série a été recueillie en utilisant la pompe sèche à vide à spirale IDP-10. Un réglage a été effectué avant chaque étape.

Auteurs

Alice Borin

Spécialiste des applications - dtoLABs

Michele Pozzebon

Responsable de laboratoire - dtoLABs

Technique analytique

Matériaux

GC Agilent Intuvo 9000 et système MS triple quadripôle 7010B.

Injecteur : Avec/sans division.

Mode d'injection, volume d'injection : Sans division, pulsée, 1 µL.

Composés : Acrinathrine, Bifenthrine, Bromopropylate, Chlorfenvinphos, Chlorothalonil, Chlorprophame, Chlorpyrifos, Chlorpyrifos-méthyl, Coumaphos, Lambda Cyhalothrine, Deltaméthrine, Endosulfan I, Endosulfan II, Sulfate d'endosulfan, Fenvalérate I, Fenvalérate II, Fipronil, Fluquinconazole, Fluvalinate I, Fluvalinate II, Folpet, Indoxacarbe, Iprodione, Krésoxim-méthyl, Myclobutanil, Penconazole, Pendiméthaline, Procymidone, Quinoxifen, Téflothrin-cis, Tétraconazole, Tétraméthrine I, Tolclofos-méthyl, Trifloxystrobine.

Étalons internes : Acénaphène-d10, Chrysène-d12, Pérylène-d12, Phénanthrène-d10.

Matrice : citron.

Résultats et discussion

Réglage et vide

Le détecteur de masse doit être réglé pour garantir un alignement m/z correct. Nous l'avons réglé en utilisant du PFTBA (perfluorotributylamine), que nous avons introduit dans la source d'ionisation à l'aide d'une vanne. Ce composé produit un spectre caractéristique et certains de ces ions sont utilisés pour configurer le spectromètre de masse. Les rapports de réglage pour la configuration du système GC/MS-MS avec la pompe primaire à huile et avec la pompe à spirale IDP-10 de Agilent Technologies sont présentés dans le Tableau 1. Les données relatives au vide sont similaires dans les deux systèmes. Elles se situent également dans les limites recommandées pour l'eau (< 20 %) et l'air (oxygène < 2,5 % et azote < 10 %). Les deux systèmes ont passé la vérification du système.

Paramètre	Pompe primaire à huile	Pompe à spirale IDP-10
Vide primaire, mTorr	1,29E+02	1,28E+02
Vide poussé, Torr	8,32E-05	8,27E-05
Vitesse turbo, %	100	100
Puissance turbo, W	20,2	28,8
EMV, V	901	912
Eau, % (< 20 %)	0,11	0,12
Oxygène, % (< 2,5 %)	0,18	0,16
Azote, % (< 10 %)	0,67	0,61

Tableau 1. Comparaison des valeurs de réglage pour les deux configurations.

Préparation de la matrice (citron)

Poids 10 g ($\pm 0,1$ g) d'un échantillon homogène de citron (sans pesticides).

Ajouter 600 µL de NaOH 5mM et 10 mL d'acétonitrile préalablement refroidi à 4°C, mélanger au vortex pendant 20 minutes.

Ajouter un homogénéisateur céramique (cod. 5982-9313) et la méthode QuEChERS salt EN (cod. 5982-5650), mélanger au vortex pendant 1 min, centrifuger.

6 mL de surnageant dans la méthode dispersive SPE EN (fruits et légumes communs cod. 5982-5056), mélanger au vortex pendant 1 min, centrifuger.

1 mL de surnageant dans un flacon et analyser par GC/MS-MS.

Étalonnage de la matrice et reproductibilité

Nous avons réalisé des étalonnages en utilisant les deux types de configurations, où les paramètres de chaque étalonnage étaient 0,2-0,5-1-2-5-10-20-50 µg/L dans la matrice de citron. La Figure 1 présente les chromatogrammes TIC et les MRM de l'étalon de la matrice (20 µg/L).

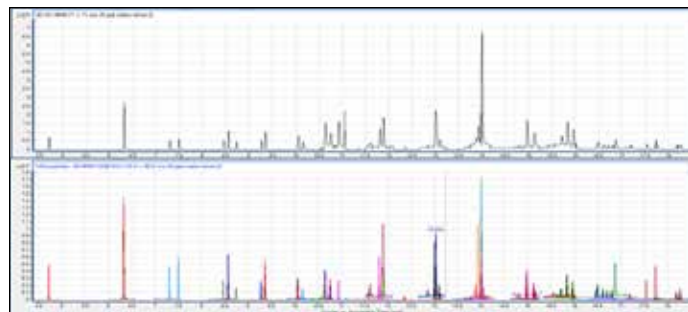


Figure 1 : Chromatogrammes TIC et MRM dynamiques (20 µg/L de matrice standard).

Nous avons calculé la reproductibilité intra-journalière (RSD en %) en analysant dix répliqués de la matrice standard à 1 µg/L. Le Tableau 2 présente la moyenne des aires (10 répliqués à 1 µg/L), la RSD basée sur l'aire absolue (rapport entre l'écart-type et la moyenne d'environ 10 répétitions, pour 100) et fournit un résumé des coefficients de corrélation de l'étalonnage, R². Nous n'avons observé aucune différence significative du R² pour tous les composés, mais nous avons observé des différences notables pour la RSD en % pour la plupart des composés, la RSD des composés obtenue avec la pompe à spirale IDP-10 est meilleure que la RSD des composés obtenue avec la pompe rotative.

Composé	Pompe primaire à huile			Pompe à spirale IDP-10		
	Aire	RSD	R2	Aire	RSD	R2
Chlorprophame	32.696	7,4	0,994	48.989	4,0	0,994
Téfluthrin, cis-	42.255	4,5	0,997	58.587	3,2	0,999
Chlorothalonil	11.714	5,5	0,994	13.732	5,6	0,995
Chlorpyriphos-méthyl	17.268	3,6	0,996	21.819	3,7	0,999
Tolclofos-méthyl	40.012	3,7	0,995	51.890	2,7	0,999
Chlorpyriphos	13.494	6,0	0,995	17.949	3,5	0,998
Tétraconazole	11.779	8,1	0,990	15.052	5,8	0,995
Pendiméthaline	9.466	10,0	0,994	11.202	6,9	0,994
Penconazole	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
Chlorfenvinphos	19.371	10,2	0,990	27.897	5,9	0,994
Procymidone	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
Endosulfan I	2.057	7,3	0,999	2.573	7,0	0,999
Myclobutanil	49.080	9,4	1,000	53.917	6,7	0,999
Endosulfan 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
Sulfate d'endosulfan	16.348	8,5	1,000	21.956	6,3	0,998
Iprodione	1.714	12,8	0,995	2.206	10,2	0,999
Tétraméthrine	56.949	7,6	1,000	82.908	7,7	0,997
Bromopropylate	29.964	8,0	1,000	43.623	5,0	0,999
Cyhalothrine (lambda)	20.046	8,1	1,000	26.726	5,9	0,999
Acrinathrine	7.762	8,2	1,000	10.306	7,3	0,999
Fluquinconazole	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
Fenvalérate I	33.164	5,7	0,999	38.453	5,1	0,999
Fluvalinate-tau I	628	10,5	0,998	1.144	8,7	0,998
Fluvalinate-tau II	798	4,9	0,998	1.189	10,0	0,998
Indoxacarbe	10.334	6,3	1,000	13.169	4,0	1,000
Deltaméthrine	6.943	8,2	0,999	9.359	8,4	0,996

Tableau 2. Résumé des coefficient de corrélation (R2), des aires et des RSD en % obtenus avec les deux configurations.

Rapport signal sur bruit et forme du pic

Le rapport signal sur bruit a été calculé pour chaque composé avec l'algorithme RMS (moyenne quadratique). Les résultats ont montré des différences significatives dans le rapport signal sur bruit pour la plupart des composés, avec une meilleure performance obtenue pour la pompe à spirale IDP-10 par rapport à la pompe rotative. Le Tableau 3 présente le rapport signal sur bruit.

Composé	Temps de rétention	Rapport signal sur bruit - Pompe primaire à huile	Rapport signal sur bruit - Pompe à spirale IDP-10
Chlorprophame	7,303	17,4	16,0
Téfluthrin, cis-	8,564	400,5	950,9
Chlorothalonil	8,735	318,1	326,8
Chlorpyrifos-méthyl	9,271	580,1	1087,9
Tolclofos-méthyl	9,355	334,2	406,2
Chlorpyrifos	10,059	639,0	724,2
Tétraconazole	10,159	791,1	1216,4
Pendiméthaline	10,615	315,2	383,5
Penconazole	10,643	829,6	813,4
Fipronil	10,736	229,6	392,9
Chlorfenvinphos	10,754	48,7	20,4
Procymidone	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
Sulfate d'endosulfan	13,097	423,7	611,9
Iprodione	13,770	57,6	129,7
Tétraméthrine	13,884	24,4	25,4
Bromopropylate	13,994	593,8	417,6
Cyhalothrine (lambda)	14,965	125,3	166,3
Acrinathrine	15,118	117,1	26,0
Fluquinconazole	15,952	337,3	331,4
Coumaphos	15,955	120,0	92,8
Fenvalérate I	17,530	36,9	25,9
Fluvalinate-tau I	17,708	24,4	36,3
Fluvalinate-tau II	17,757	26,1	36,2
Indoxacarbe	18,178	49,0	37,8
Deltaméthrine	18,258	90,3	52,1

Tableau 3. Rapport signal sur bruit utilisant les deux configurations.

La Figure 2 montre la forme du pic de chlorothalonil pour les deux configurations. La réponse et la hauteur du pic de tous les composés sont similaires pour les deux configurations.

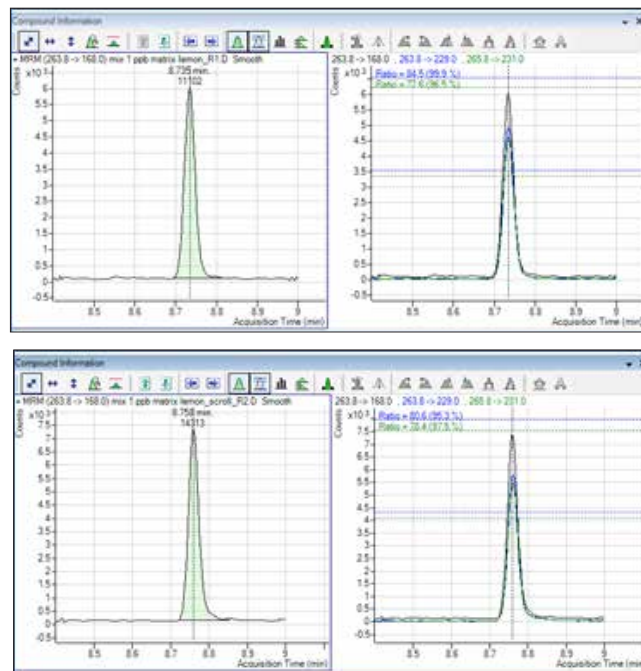


Figure 2 : MRM du chlorothalonil (1 ion de quantification et 2 ions de quantification) à 1 µg/L.

Conclusion

La performance analytique de la pompe sèche à vide à spirale Agilent IDP-10 a été évaluée par rapport à celle de la pompe primaire à huile conventionnelle. Les mesures du vide à l'aide des deux pompes étaient comparables, ainsi que les paramètres de réglage. La performance analytique a également été jugée similaire lorsque la configuration à spirale Agilent IDP-10 est utilisée.

www.agilent.com

Agilent décline toute responsabilité en cas d'erreurs dans le présent document, ainsi qu'en cas de dommages fortuits ou consécutifs à la fourniture, aux performances ou à l'utilisation de ce matériel. Les informations, descriptions et spécifications de cette publication peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Imprimé en Europe, le 20 mars 2018
5991-9201FR