

Valutazione analitica della pompa per vuoto scroll a secco Agilent IDP-10 e della pompa meccanica a olio sul sistema GC Agilent Intuvo 9000 accoppiato con spettrometro di massa a triplo quadrupolo 7010B.

Analisi multiresiduale di pesticidi negli alimenti.



Abstract

La pompa scroll a secco Agilent IDP-10 è stata valutata e confrontata in termini di prestazioni analitiche con la tradizionale pompa meccanica a olio per l'analisi multiresiduale di pesticidi negli alimenti. Questo studio ha utilizzato il sistema GC Agilent Intuvo 9000 accoppiato a spettrometri di massa a triplo quadrupolo GC/MS/MS 7010B. I parametri valutati includevano letture del vuoto e report della calibrazione.

L'analisi si è incentrata su 30 pesticidi in una matrice di limone e ha esaminato i cromatogrammi, le curve di calibrazione, la ripetibilità e il rapporto segnale/rumore prodotti usando due diverse configurazioni.

Introduzione

Abbiamo osservato che la pompa IDP-10 è più compatta, più rispettosa dell'ambiente e ha un livello di rumore inferiore alla pompa rotativa. La pompa scroll a secco IDP-10 è una pompa per vuoto senza olio dalla facile manutenzione. Il motore comandato da inverter fornisce prestazioni di vuoto uniformi a qualsiasi frequenza e tensione in ingresso. Il design ermetico, che isola completamente il motore e tutti i cuscinetti dal circuito del vuoto, estende la durata dei cuscinetti e assicura un vuoto pulito e senza olio. È disponibile una valvola integrata opzionale di protezione dell'ingresso, incorporata nella struttura della pompa, che non aggiunge altezza alla pompa.

Abbiamo confrontato le prestazioni della pompa in termini di acquisizione dei dati in due fasi distinte. Il primo gruppo di dati è stato acquisito usando la pompa meccanica a olio, quindi è stato acquisito un secondo gruppo usando la pompa per vuoto scroll a secco IDP-10. Prima di ogni fase è stata effettuata una calibrazione.

Autori

Alice Borin
Application Specialist - dtoLABs

Michele Pozzebon
Lab Manager - dtoLABs

Tecnica analitica

Materiali

Sistema GC Intuvo 9000 e MS a triplo quadrupolo 7010B

Iniettore: Split/Splitless

Modalità di iniezione, volume di iniezione: Splitless pulsato, 1 µL

Composti: Acrinatrina, bifentrina, bromopropilato, clorfenvinfos, clorotalonil, clorprofam, clorpirifos, clorpirifos metile, cumafos, lambda cialotrina, deltametrina, endosulfan I, endosulfan II, endosulfan solfato, fenvalerato I, fenvalerato II, fipronil, fluquinconazolo, fluvalinato I, fluvalinato II, folpet, indoxacarb, iprodione, kresoxim-metile, miclobutanile, penconazolo, pendimetalin, procimidone, quinoxifen, teflutrin-cis, tetraconazolo, tetrametrina I, tolcofos-metile, trifloxistrobina

Standard interni Acenaftene-d10, crisene-d12, perilene-d12, fenantrene-d10

Matrice: limone

Risultati e discussione

Calibrazione e vuoto

Il rivelatore a selezione di massa deve essere calibrato per garantire una corretta acquisizione di m/z. Lo abbiamo calibrato usando PFTBA (perfluorotributilammina), che abbiamo introdotto nella sorgente ionica attraverso una valvola. Questo composto produce uno spettro caratteristico e alcuni di questi ioni sono usati per calibrare lo spettrometro. I report della calibrazione per la configurazione del GC/MS/MS con la pompa meccanica a olio e con la pompa scroll IDP-10 di Agilent Technologies sono riportati nella Tabella 1. Le letture del vuoto sono state simili in entrambi i sistemi e rientrano anche senza problemi nei limiti raccomandati definiti per l'acqua (<20%) e l'aria (ossigeno <2,5% e azoto <10%). Entrambi i sistemi hanno superato la verifica.

Parametro	Pompa meccanica a olio	Pompa scroll IDP-10
Basso vuoto, mTorr	1,29E+02	1,28E+02
Alto vuoto, Torr	8,32E-05	8,27E-05
Velocità turbo, %	100	100
Potenza turbo, W	20,2	28,8
EMV, V	901	912
Acqua, % (<20%)	0,11	0,12
Ossigeno, % (<2,5%)	0,18	0,16
Azoto, % (10%)	0,67	0,61

Tabella 1. Confronto dei valori di calibrazione nelle due configurazioni.

Preparazione della matrice (limone)

Pesare 10 g ($\pm 0,1$ g) di campione di limone omogeneizzato (senza pesticidi)

Aggiungere 600 µL di NaOH 5 mM e 10 mL di acetonitrile precedentemente raffreddato a 4 °C, quindi agitare su vortex per 20 minuti

Aggiungere un omogeneizzatore in ceramica (cod. 5982-9313) e sale QuEChERS metodo EN (cod. 5982-5650), agitare su vortex 1 min, centrifugare

Mettere 6 mL di soprannatante in una SPE dispersiva metodo EN (Frutta e verdura in genere, cod. 5982-5056), agitare su vortex 1 min, centrifugare

Mettere 1 mL di soprannatante in un flaconcino e analizzarlo in GC/MS/MS

Calibrazione della matrice e ripetibilità

Abbiamo effettuato le calibrazioni usando entrambi i tipi di configurazioni e ogni calibrazione era indicata come 0,2-0,5-1-2-5-10-20-50 µg/L nella matrice limone. La Figura 1 mostra i cromatogrammi ionici totali e le transizioni MRM della matrice standard (20 µg/L).

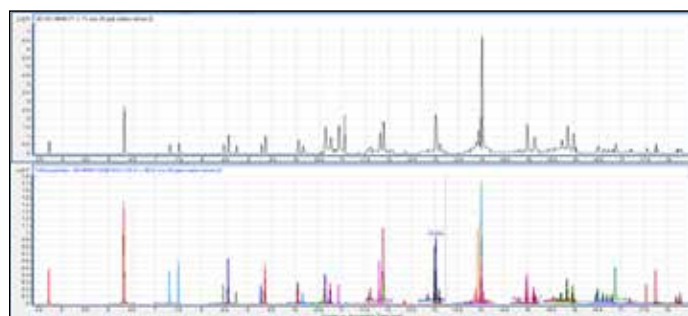


Figura 1. Cromatogrammi ionici totali e transizioni dynamic MRM (20 µg/L di matrice standard).

Abbiamo calcolato la ripetibilità in una stessa giornata (RSD%) analizzando dieci replicati di 1 µg/L di matrice standard. La Tabella 2 riassume la media dei conteggi dell'area (10 replicati da 1 µg/L), la RSD% basata sull'area assoluta (rapporto tra deviazione standard e media su 10 ripetizioni, per 100) e fornisce un riassunto dei coefficienti di correlazione della calibrazione, R². Non abbiamo osservato differenze significative della R² tra tutti i composti ma abbiamo osservato differenze notevoli della percentuale RSD tra la maggior parte dei composti in quanto la RSD% dei composti analizzati con la pompa scroll IDP-10 è migliore della RSD% dei composti analizzati con la pompa rotativa.

Composto	Pompa meccanica a olio			Pompa scroll IDP-10		
	Conteggi dell'area	RSD%	R2	Conteggi dell'area	RSD%	R2
Clorprofam	32.696	7,4	0,994	48.989	4,0	0,994
Teflutrin, cis-	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
Clorpirifos metile	17.268	3,6	0,996	21.819	3,7	0,999
Tolclofos-metile	40.012	3,7	0,995	51.890	2,7	0,999
Clorpirifos	13.494	6,0	0,995	17.949	3,5	0,998
Tetraconazolo	11.779	8,1	0,990	15.052	5,8	0,995
Pendimetalin	9.466	10,0	0,994	11.202	6,9	0,994
Penconazolo	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
Procimidone	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
Miclobutanil	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
Endosulfan solfato	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
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
Cialotrina (lambda)	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
Fluquinconazolo	24.979	8,4	1,000	28.364	6,4	0,999
Cumafos	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
Fluvalinato-tau I	628	10,5	0,998	1.144	8,7	0,998
Fluvalinato-tau II	798	4,9	0,998	1.189	10,0	0,998
Indoxacarb	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

Tabella 2. Riassunto dei coefficienti di correlazione (R2), dei conteggi dell'area e della RSD% ottenuti usando entrambe le configurazioni.

Rapporto segnale-rumore e forma dei picchi

È stato calcolato il rapporto segnale-rumore (S/N) per ogni composto con l'algoritmo RMS (radice della media dei quadrati). I risultati hanno mostrato differenze significative nel rapporto S/N tra la maggior parte dei composti analizzati, con prestazioni migliori usando la pompa scroll IPD-10 rispetto alla pompa rotativa. La Tabella 3 mostra il rapporto S/N.

Composto	RT	S/N: pompa meccanica a olio	S/N: pompa scroll IPD-10
Clorprofam	7,303	17,4	16,0
Teflutrin, cis-	8,564	400,5	950,9
Clorotalonil	8,735	318,1	326,8
Clorpirifos metile	9,271	580,1	1087,9
Tolclofos-metile	9,355	334,2	406,2
Clorpirifos	10,059	639,0	724,2
Tetraconazolo	10,159	791,1	1216,4
Pendimetalin	10,615	315,2	383,5
Penconazolo	10,643	829,6	813,4
Fipronil	10,736	229,6	392,9
Clorfenvinfos	10,754	48,7	20,4
Procimidone	10,930	210,8	517,2
Folpet	10,935	27,5	46,5
Endosulfan I	11,352	48,6	75,3
Miclobutanil	11,808	226,2	174,8
Endosulfan II	12,351	149,0	175,3
Quinoxifen	12,997	547,2	588,9
Endosulfan solfato	13,097	423,7	611,9
Iprodione	13,770	57,6	129,7
Tetrametrina	13,884	24,4	25,4
Bromopropilato	13,994	593,8	417,6
Cialotrina (lambda)	14,965	125,3	166,3
Acrinatrina	15,118	117,1	26,0
Fluquinconazolo	15,952	337,3	331,4
Cumafos	15,955	120,0	92,8
Fenvalerato I	17,530	36,9	25,9
Fluvalinato-tau I	17,708	24,4	36,3
Fluvalinato-tau II	17,757	26,1	36,2
Indoxacarb	18,178	49,0	37,8
Deltametrina	18,258	90,3	52,1

Tabella 3. Rapporto segnale-rumore usando entrambe le configurazioni.

La Figura 2 mostra la forma del picco di clorotalonil in entrambe le configurazioni. La risposta e l'altezza dei picchi di tutti i composti sono simili per entrambe le configurazioni.

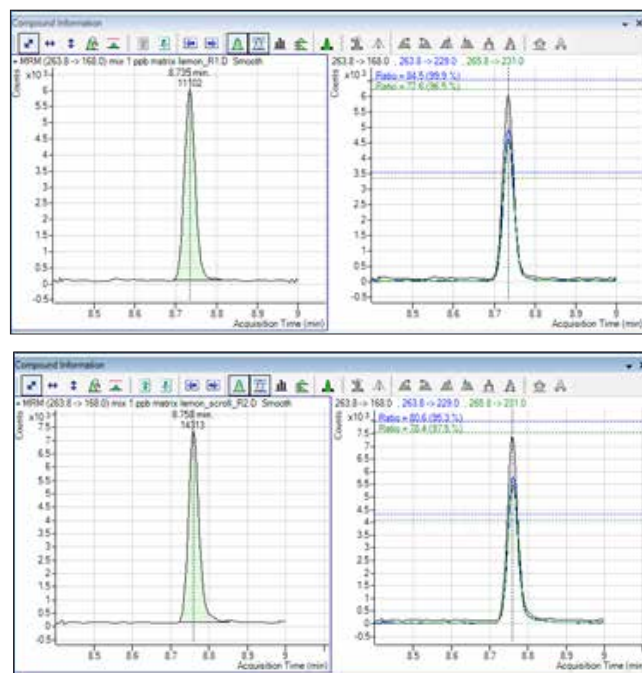


Figura 2. Transizioni MRM per clorotalonil (1 quantificatore e 2 qualificatori) a 1 µg/L.

Conclusione

Le prestazioni analitiche della pompa per vuoto scroll a secco Agilent IDP-10 sono state valutate rispetto alla tradizionale pompa meccanica a olio. Le letture del vuoto con entrambe le pompe sono state comparabili, così come i parametri di calibrazione. Anche le prestazioni analitiche sono risultate simili usando la configurazione scroll Agilent IDP-10.

www.agilent.com

Agilent non può essere ritenuta responsabile di eventuali errori contenuti nel presente documento o di danni incidentali o consequenziali collegati alla fornitura, all'applicazione o all'utilizzo del presente documento. Le informazioni, descrizioni e specifiche fornite possono variare senza preavviso

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Stampato in Europa, 20 marzo 2018
5991-92011TE