

7010B Triple Quad Mass Spectrometry 장착 Agilent GC Intuvo 9000에서 Agilent IDP-10 Dry Scroll Vacuum 펌프 및 오일 러프 펌프 성능 평가 식품 내 동시 다성분 잔류농약 분석



개요

식품 내 동시 다성분 잔류농약 분석에서 Agilent IDP-10 Dry Scroll 펌프와 일반적인 형태의 오일 러프 펌프의 성능이 비교 평가되었습니다. 이 연구에서는 Agilent Intuvo 9000 GC와 7010B Triple Quadrupole 질량 분석기(GC/MS-MS)가 함께 사용되었습니다. 평가된 파라미터에는 진공 측정과 튜닝 보고가 포함되어 있습니다.

이 분석은 레몬 매트릭스 내 30개 농약에 초점을 맞추었으며, 2가지 다른 설정에서의 크로마토그램, 검량선, 재현성, S/N을 살펴보았습니다.

저자

Alice Borin
응용 전문가 - dtoLABs

Michele Pozzebon
실험실 관리자 - dtoLABs

소개

우리는 IDP-10 펌프가 로터리 펌프보다 작고, 친환경적이며, 더 적은 소음을 낸다는 것을 알게 되었습니다. IDP-10 펌프 Dry Scroll은 오일 프리 진공 펌프이며 유지가 쉽습니다. 인버터 구동 모터는 전 세계 모든 주파수와 입력 전압에서 일관된 진공 성능을 제공합니다. 모터와 모든 베어링이 진공 경로에서 완전히 분리되는 밀폐형 디자인은 베어링 수명을 늘리며 깨끗하고 건조한 진공 환경을 제공합니다. 펌프 프레임에 내장된 옵션인 일체형 흡입구 보호 밸브를 이용할 수 있으며, 펌프의 높이가 추가되지 않습니다.

우리는 얻어낸 펌프 성능 데이터를 2가지 별도 단계를 통해 비교했습니다. 첫 번째 데이터 세트는 오일 러프 펌프를 이용해 얻었고, 2번째 데이터 세트는 IDP-10 Dry Scroll Vacuum 펌프를 통해 얻었습니다. 각 단계 전에 튜닝을 수행했습니다.

분석 기법

재료

Intuvo 9000 GC 및 7010B Triple Quadrupole MS 시스템

주입구: Split/Splitless

주입 모드, 주입량: Pulsed Splitless, 1µL

화합물: Acrinathrin, Bifenthrin, Bromopropylate, Chlorfenvinphos, Chlorthalonil, Chlorpropham, Chlorpyrifos, Chlorpyrifos-methyl, Coumaphos, Lambda Cyhalothrin, Deltamethrin, Endosulfan I, Endosulfan II, Endosulfan sulfate, Fenvalerate I, Fenvalerate II, Fipronil, Fluquinconazole, Fluvalinate I, Fluvalinate II, Folpet, Indoxacarb, Iprodione, Kresoxim-methyl, Myclobutanil, Penconazole, Pendimethalin, Procymidone, Quinoxifen, Tefluthrin-cis, Tetraconazole, Tetramethrin I, Tolcophos-methyl, Trifloxistrobin

내부 표준물질: Acenaphthene-d10, Chrysene-d12, Perylene-d12, Phenanthrene-d10.

매트릭스: 레몬

결과 및 토의

튜닝 & 진공

질량 분석기는 올바른 m/z 정렬을 위해 튜닝되어야 합니다. 검출기 튜닝은 PFTBA(perfluorotributylamine)을 밸브를 이용해 이온 소스에 주입하여 진행했습니다. 이 화합물은 특성 있는 스펙트럼을 생성하고 이들 이온 중 일부는 MS 설정에 사용됩니다. 오일 러프 펌프와 Agilent Technologies IDP-10 scroll 펌프의 GC/MS-MS 설정을 위한 튜닝 보고서는 표 1에 나와 있습니다. 진공 측정은 2개 시스템에서 유사했습니다. 2개에서 모두 물(<20%)과 공기(산소<2.5%, 질소<10%)의 한계치를 적절히 만족시켰습니다. 두 시스템은 모두 시스템 검증을 통과했습니다.

파라미터	오일 러프 펌프	IDP-10 Scroll 펌프
러프 진공(Rough Vacuum) 펌프, mTorr	1.29E+02	1.28E+02
고진공 펌프, Torr	8.32E-05	8.27E-05
터보 속도, %	100	100
터보 출력(W)	20.2	28.8
EMV, V	901	912
물, %(<20%)	0.11	0.12
산소, %(<2/5%)	0.18	0.16
질소, %(10%)	0.67	0.61

표 1. 2가지 설정 튜닝 값 비교

매트릭스 준비(레몬)

중량 10g(±0.1gr)의 균질화된 레몬 샘플(농약 없는 상태)

600µL NaOH 5mM와 미리 4°C로 냉각시켜 놓은 10mL 아세토니트릴 추가 후 20분간 볼텍스 처리

Ceramic homogenizer 추가(cod. 5982-9313) 및 QuEChERS 염 EN 분석법 추가(cod. 5982-5650), 1분간 볼텍스 처리 후 원심분리

상징액 6mL를 분산형 SPE EN 분석법으로 옮김(일반 과일 및 채소 cod. 5982-5056), 1분간 볼텍스 처리 후 원심분리

상징액 1mL를 바이알로 옮긴 후 GC/MS-MS 수행

매트릭스 검량 및 재현성

2가지 설정을 이용하여 검량을 수행하였으며, 각 검량은 레몬 매트릭스에서 0.2-0.5-1-2-5-10-20-50µg/L로 나타났습니다. 그림 1은 매트릭스 표준품(20µg/L)의 TIC 크로마토그램과 MRM Transition을 보여줍니다.

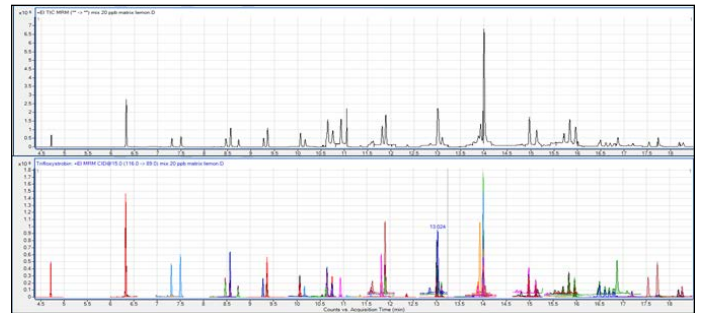


그림 1. TIC 크로마토그램 및 dynamic MRM transition(20µg/L, 매트릭스 표준)

매트릭스 표준품 1µg/L의 10회 반복 분석을 통해 일중(intra-day) 재현성(RSD%)을 계산하였습니다. 표 2는 평균 면적 계산(1µg/L 10회 반복), 절대 면적 기반 RSD%(표준 편차와 10회 반복 평균 사이의 100 기준 비율)에 대한 요약, 검량 산광 계수인 R2에 대한 요약을 보여주고 있습니다. 모든 화합물의 R2는 큰 차이가 없었으나, 대부분의 화합물에서 RSD 퍼센테이지는 상당한 차이를 보이는 것으로 나타났는데 IDP-10 Scroll 펌프의 RSD%가 로터리 펌프의 RSD%에 비해 우수한 것으로 관찰되었습니다.

화합물	오일 러프 펌프			IDP-10 Scroll 펌프		
	면적 계산	RSD%	R2	면적 계산	RSD%	R2
Chlorpropham	32696	7.4	0.994	48989	4.0	0.994
Tefluthrin, cis-	42255	4.5	0.997	58587	3.2	0.999
Chlorothalonil	11714	5.5	0.994	13732	5.6	0.995
Chlorpyrifos-methyl	17268	3.6	0.996	21819	3.7	0.999
Tolclofos-methyl	40012	3.7	0.995	51890	2.7	0.999
Chlorpyrifos	13494	6.0	0.995	17949	3.5	0.998
Tetraconazole	11779	8.1	0.990	15052	5.8	0.995
Pendimethalin	9466	10.0	0.994	11202	6.9	0.994
Penconazole	30970	9.2	0.993	40771	6.9	0.995
Fipronil	6700	13.3	0.996	9487	11.6	0.994
Chlorfenvinphos	19371	10.2	0.990	27897	5.9	0.994
Procymidone	18210	7.7	0.999	25660	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	49080	9.4	1.000	53917	6.7	0.999
Endosulfan II	3710	7.1	0.999	5067	6.5	0.999
Quinoxifen	61561	6.8	1.000	73813	5.7	0.999
Endosulfan sulfate	16348	8.5	1.000	21956	6.3	0.998
Iprodione	1714	12.8	0.995	2206	10.2	0.999
Tetramethrin	56949	7.6	1.000	82908	7.7	0.997
Bromopropylate	29964	8.0	1.000	43623	5.0	0.999
Cyhalothrin (lambda)	20046	8.1	1.000	26726	5.9	0.999
Acrinathrin	7762	8.2	1.000	10306	7.3	0.999
Fluquinconazole	24979	8.4	1.000	28364	6.4	0.999
Coumaphos	11796	6.6	1.000	14196	5.2	0.999
Fenvalerate I	33164	5.7	0.999	38453	5.1	0.999
Fluvalinate-tau I	628	10.5	0.998	1144	8.7	0.998
Fluvalinate-tau II	798	4.9	0.998	1189	10.0	0.998
Indoxacarb	10334	6.3	1.000	13169	4.0	1.000
Deltamethrin	6943	8.2	0.999	9359	8.4	0.996

표 2. 상관 계수(R2), 2개 설정을 이용해 얻어진 면적 계산 및 RSD% 요약

신호 대 잡음비 및 피크 모양

RMS(Root-mean-square) 알고리즘의 신호 대 잡음비(S/N)가 각 화합물에 대해 계산되었습니다. 대부분의 화합물에서 신호대 잡음비가 현저한 차이를 보였으며, 로터리 펌프보다 IDP-10 Scroll 펌프를 사용 시 더 우수한 성능이 나타났습니다. 표 3은 신호대 잡음비를 보여줍니다.

화합물	RT	S/N - 오일 리프 펌프	S/N - IDP-10 Scroll 펌프
Chlorpropham	7.303	17.4	16.0
Tefluthrin, cis-	8.564	400.5	950.9
Chlorothalonil	8.735	318.1	326.8
Chlorpyrifos-methyl	9.271	580.1	1087.9
Tolclofos-methyl	9.355	334.2	406.2
Chlorpyrifos	10.059	639.0	724.2
Tetraconazole	10.159	791.1	1216.4
Pendimethalin	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
Endosulfan sulfate	13.097	423.7	611.9
Iprodione	13.770	57.6	129.7
Tetramethrin	13.884	24.4	25.4
Bromopropylate	13.994	593.8	417.6
Cyhalothrin (lambda)	14.965	125.3	166.3
Acrinathrin	15.118	117.1	26.0
Fluquinconazole	15.952	337.3	331.4
Coumaphos	15.955	120.0	92.8
Fenvalerate 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
Indoxacarb	18.178	49.0	37.8
Deltamethrin	18.258	90.3	52.1

표 3. 2개 설정을 이용한 신호 대 잡음비

그림 2는 2개 설정에서의 Chlothalonil 피크 모양을 보여줍니다. 모든 화합물의 가장 높은 피크 반응은 2개 설정에서 모두 유사했습니다.

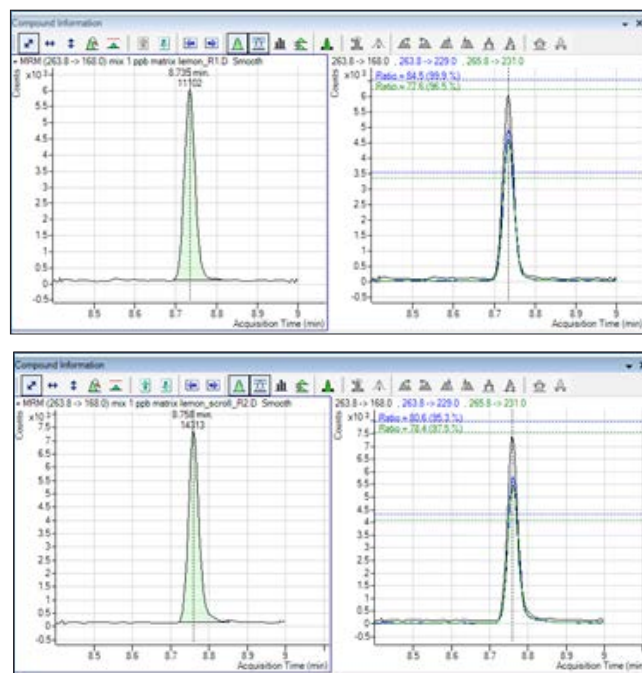


그림 2. 1µg/L에서 Chlothalonil을 위한 MRM Transition(1 quantifier 및 2 quantifier)

결론

Agilent IDP-10 Dry Scroll Vacuum 펌프의 분석 성능이 일반적인 형태의 오일 러프 펌프 성능과 비교 평가되었습니다. 진공 측정 성능은 2개 펌프에서 유사했으며, 튜닝 패러미터 역시 마찬가지였습니다. Agilent IDP-10 Dry Scroll 설정에서의 분석 성능 또한 유사한 것으로 나타났습니다.

www.agilent.com

애질런트는 이 문서에 포함된 오류나 이 문서의 제공, 이행 또는 사용과 관련하여 발생한 부수적인 또는 결과적인 손해에 대해 책임을 지지 않습니다. 이 발행물의 정보, 설명 및 사양은 사전 공지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
2018년 3월 20일, 한국에서 인쇄
5991-9201KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr