

# Avaliação analítica da bomba de vácuo Agilent IDP-10 Dry Scroll e bomba de vácuo a óleo Agilent no GC Agilent 9000 Intuvo acoplado à espectrometria de massas triplo quadruplo 7010B

## Análise multirresíduo de pesticidas em alimentos



### Resumo

A bomba Agilent IDP-10 Dry Scroll foi avaliada e comparada quanto ao desempenho analítico em relação à bomba de vácuo a óleo convencional na análise multirresíduo de pesticidas em alimentos. Este estudo utilizou o GC Agilent 9000 Intuvo acoplado a espectrômetros de massas triplo quadrupolo 7010B (GC/MS-MS). Os parâmetros avaliados incluíram leituras de vácuo e relatórios de ajuste.

A análise centrou-se em 30 pesticidas em uma matriz de limão e examinou os cromatogramas, as curvas de calibração, a repetibilidade e o S/N produzidos usando duas configurações diferentes.

### Introdução

Descobrimos que a bomba IDP-10 é mais compacta, mais ecológica e tem um nível de ruído menor do que a bomba rotativa. A bomba IDP-10 Dry Scroll é uma bomba de vácuo sem óleo que é fácil de manter. O motor acionado pelo inversor fornece desempenho de vácuo uniforme em todas as frequências globais e tensões de entrada. O design hermético, com o motor e todos os rolamentos completamente isolados do caminho de vácuo, prolonga a vida útil do rolamento e fornece um vácuo limpo e seco. Está disponível uma válvula de proteção do injetor integral opcional, incorporada na estrutura da bomba, que não acrescenta altura adicional à bomba.

Comparamos o desempenho na aquisição de dados da bomba em duas etapas separadas. O primeiro conjunto de dados foi adquirido usando a bomba de vácuo a óleo e, em seguida, um segundo conjunto foi adquirido usando a Bomba de vácuo IDP-10 Dry Scroll. Antes de cada etapa, foi realizado um ajuste.

### Autores

**Alice Borin**

Especialista de aplicações – dtoLABs

**Michele Pozzebon**

Gerente de laboratório – dtoLABs

## Técnica analítica

### Materiais

Sistema GC 9000 Intuvo e MS triplo quadrupolo 7010B.

Injetor: Split/Splitless.

Modo de injeção, volume de injeção: Splitless pulsada, 1 µL.

Compostos: Acrinatrina, Bifentrina, Bromopropilato, Clorfenvinfós, Clorotalonil, Clorprofame, Clorpirifós, Clorpirifós-metil, Coumafós, Lambda-cialotrina, Deltametrina, Endosulfan I, Endosulfan II, Sulfato de endosulfan, Fenvalerato I, Fenvalerato II, Fipronil, Fluquinconazol, Fluvalinato I, Fluvalinato II, Folpeto, Indoxacarb, Iprodiona, Kresoxim-metil, Miclobutanil, Penconazol, Pendimetalina, Procimidona, Quinoxifena, Teflutrina-cis, Tetraconazol, Tetrametrina I, Tolcofós-metil, Trifloxistrobina.

Padrão interno: Acenafteno-d10, Criseno-d12, Perileno-d12, Fenantreno-d10.

Matriz: limão.

## Resultados e discussão

### Ajuste e vácuo

O detector de MS deve ser ajustado para garantir o alinhamento correto de m/z. Ajustamo-lo usando PFTBA (perfluorotributilamina), que introduzimos na fonte de íons por meio de uma válvula. Este composto produz um espectro característico e alguns desses íons são usados para configurar o MS. Os relatórios de ajuste para a configuração do GC/MS-MS com a bomba de vácuo a óleo e com a bomba IDP-10 Scroll da Agilent Technologies são mostrados na Tabela 1. As leituras de vácuo foram semelhantes nos dois sistemas. Eles também estão dentro dos limites recomendados para água (<20%) e ar (oxigênio <2,5% e nitrogênio <10%). Ambos os sistemas passaram pela verificação do sistema.

Parâmetro	Bomba de vácuo a óleo	Bomba IDP-10 Scroll
Vácuo grosseiro, mTorr	1,29E+02	1,28E+02
Alto vácuo, Torr	8,32E-05	8,27E-05
Velocidade Turbo, %	100	100
Potência Turbo, W	20,2	28,8
EMV, V	901	912
Água, % (<20%)	0,11	0,12
Oxigênio, % (<2.5%)	0,18	0,16
Nitrogênio, % (10%)	0,67	0,61

Tabela 1. Comparação de valores de ajuste para ambas as configurações.

### Preparação de matriz (limão)

Pesar 10 g ( $\pm 0,1$  g) de amostra de limão homogeneizada (sem pesticidas).

Adicionar 600 µL de NaOH 5mM e 10 mL de acetonitrila previamente resfriado a 4 °C, colocar no vórtex durante 20 minutos.

Adicionar o homogeneizador de cerâmica (cód. 5982-9313) e o método EN para sais QuEChERS (cód. 5982-5650), colocar no vórtex durante 1 min, centrifugar.

6 mL do sobrenadante no método EN de SPE dispersiva (Frutas e hortaliças em geral cód. 5982-5056), colocar no vórtex durante 1 min, centrifugar.

1 mL do sobrenadante em um frasco e adquirir com GC/MS-MS.

### Calibração de matriz e repetibilidade

Realizamos calibrações usando os dois tipos de configurações, onde cada calibração foi mostrada como 0,2-0,5-1-2-5-10-20-50 µg/L na matriz de limão. A Figura 1 mostra os cromatogramas TIC e as transições MRM do padrão da matriz (20 µg/L).

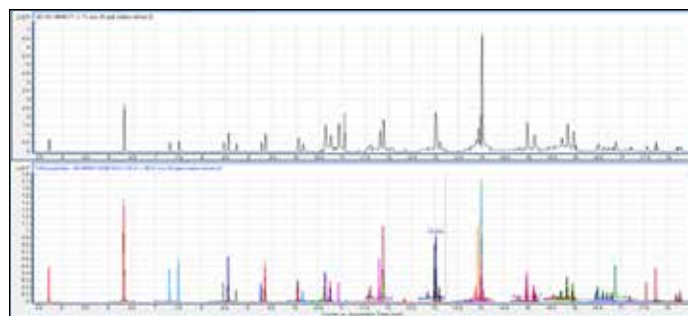


Figura 1. Cromatogramas TIC e transições MRM dinâmicas (padrão da matriz 20 µg / L).

Calculamos a repetibilidade intra-dia (RSD%) analisando dez replicatas do padrão da matriz de 1 µg/L. A Tabela 2 resume a média das Contagens de área (10 réplicas de 1 µg/L), RSD% com base na área absoluta (razão entre o desvio padrão e a média de 10 repetidas, por 100) e fornece um resumo dos coeficientes de correlação de calibração, R2. Não observamos diferenças significativas em R2 para todos os compostos, mas observamos diferenças notáveis na porcentagem de RSD para a maioria dos compostos, a RSD% de compostos adquiridos com a Bomba IDP-10 Scroll é melhor do que a RSD% de compostos adquiridos com a bomba rotativa.

Composto	Bomba de vácuo a óleo			Bomba IDP-10 Scroll		
	Contagens de área	RSD%	R2	Contagens de área	RSD%	R2
Clorprofame	32.696	7,4	0,994	48.989	4,0	0,994
Teflutrina, 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
Clorpirifós-metil	17.268	3,6	0,996	21.819	3,7	0,999
Tolclofós-metil	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
Clorfenvinfós	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
Folpeto	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
Quinoxifeno	61.561	6,8	1,000	73.813	5,7	0,999
Sulfato de endosulfan	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
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
Floquinconazol	24.979	8,4	1,000	28.364	6,4	0,999
Coumafós	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

**Tabela 2.** Resumo dos coeficientes de correlação (R2), contagens de área e %RSD obtidas usando ambas as configurações.

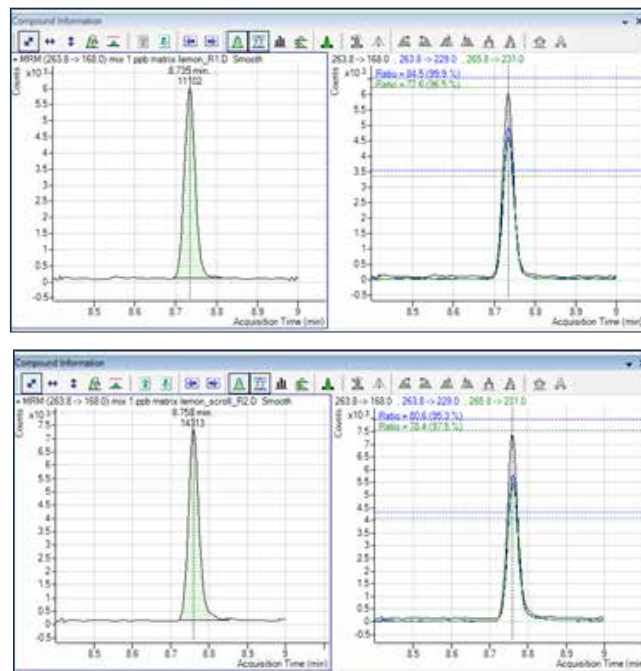
## Sinal/ruído e formato do pico

Foi calculada a razão Sinal/Ruído (S/N) para cada composto com algoritmo RMS (Raiz média quadrática). Os resultados mostraram diferenças significativas na razão S/N da maioria dos compostos adquiridos, com melhor desempenho usando a Bomba IDP-10 Scroll do que a bomba rotativa. A Tabela 3 mostra a razão S/N.

Composto	RT	S/N – Bomba de vácuo a óleo	S/N – Bomba IDP-10 Scroll
Clorprofame	7,303	17,4	16,0
Teflutrina, cis-	8,564	400,5	950,9
Clortalonil	8,735	318,1	326,8
Clorpirifós-metil	9,271	580,1	1087,9
Tolclofós-metil	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
Clorfenvinfós	10,754	48,7	20,4
Procimidona	10,930	210,8	517,2
Folpeto	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
Quinoxifeno	12,997	547,2	588,9
Sulfato de endosulfan	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
Cialotrina (lambda)	14,965	125,3	166,3
Acrinatrina	15,118	117,1	26,0
Floquinconazol	15,952	337,3	331,4
Coumafós	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

**Tabela 3.** Razão sinal-ruído usando ambas as configurações.

A Figura 2 mostra o formato do pico do clortalonil em ambas as configurações. A resposta e a altura do pico em todos os compostos é semelhante para ambas as configurações.



**Figura 2.** Transições MRM para clortalonil (1 quantificador e 2 qualificadores) a 1 µg/L.

## Conclusão

Foi avaliado o desempenho analítico da bomba de vácuo Agilent IDP-10 Dry Scroll em relação à bomba de vácuo a óleo convencional. As leituras de vácuo usando ambas as bombas eram comparáveis, assim como os parâmetros de ajuste. O desempenho analítico também foi semelhante ao usar a configuração da Agilent IDP-10 Scroll.

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

A Agilent Technologies não é responsável por erros contidos neste documento ou por danos incidentais ou consequenciais em relação ao fornecimento, desempenho ou uso deste material. As informações, descrições e especificações nesta publicação estão sujeitas a mudanças sem aviso prévio

© Agilent Technologies, Inc. 2018  
Impresso na Europa, 20 de março de 2018  
5991-9201PTBR