

Оценка аналитических характеристик системы
ГХ Agilent 9000 Intuvo с трехквადрупольным
МС Agilent 7010В, оснащенным сухим спиральным
вакуумным насосом Agilent IDP-10, по сравнению
с масляным форвакуумным насосом

Определение остатков нескольких пестицидов
в продуктах питания



Аннотация

В данной работе сравнивались аналитические характеристики системы, оснащенной сухим спиральным вакуумным насосом Agilent IDP-10, по сравнению с масляным форвакуумным насосом при определении остатков нескольких пестицидов в продуктах питания. В исследовании использовался ГХ Agilent 9000 Intuvo с трехквадрупольным МС Agilent 7010В. В исследовании оценивались значения вакуума и отчеты о настройке масс-спектрометра.

Анализ концентрировался на определении 30 пестицидов в лимонах и исследовании хроматограмм, калибровочных кривых, воспроизводимости и отношения сигнал — шум для приборов в двух различных конфигурациях.

Авторы

Элис Борин (Alice Borin)
Специалист-аналитик dtoLABs

Майкл Поццебон (Michele Pozzebon)
Руководитель лаборатории dtoLABs

Введение

Мы определили, что насос Agilent IDP-10 компактнее, экологичнее и тише масляного насоса. Сухой спиральный вакуумный насос Agilent IDP-10 представляет собой простой в обслуживании безмасляный вакуумный насос. Инверторный двигатель обеспечивает единообразные характеристики вакуума при всех частотах и напряжениях, используемых в мире. Герметичная конструкция, в которой двигатель и все подшипники полностью изолированы от вакуумной линии, продлевает срок службы подшипников и обеспечивает чистый сухой вакуум. Насос может быть оснащен дополнительным встроенным защитным клапаном на входном отверстии, встроенном в корпус и не увеличивающем его высоту.

Эффективность насосов сравнивалась путем сбора данных с каждым из них отдельно. Первый набор данных собирался с использованием масляного форвакуумного насоса, второй — с использованием сухого спирального вакуумного насоса Agilent IDP-10. Перед каждым этапом сбора данных выполнялась автонастройка.

Аналитические техники

Оборудование

ГХ Agilent 9000 Intuvo с трехкврупольным МС Agilent 7010В

Испаритель: с делением потока без деления потока

Режим ввода и объем вводимой пробы: пульсирующий, без деления потока, 1 мкл

Соединения: акринатрин, бифентрин, бромпропилат, хлорфенвинфос, хлороталонил, хлорпрофам, хлорпирифос, хлорпирифос-метил, кумафос, лямбда-цигалотрин, дельтамерин, эндосульфат I, эндосульфат II, эндосульфата сульфат, фенвалерат I, фенвалерат II, фипронил, флуквинконазол, флувалинат I, флувалинат II, фолпет, индоксакарб, ипродион, крезоксим-метил, миклобутанил, пенконазол, пендиметалин, процимидон, квиноксифен, цис-тефлутрин, тетраконазол, тетраметрин I, толклофос-метил, трифлуксистеробин

Внутренние стандарты: аценафтен-d10, хризен-d12, перилен-d12, фенантрен-d10

Матрица: лимон

Результаты и их обсуждение

Настройка и качество вакуума

Для получения правильных значений m/z масс-селективный детектор необходимо настроить. В данном исследовании детектор настраивался по PFTBA (перфтортрибутиламин), который подавался в ионизатор через специальный клапан. Это соединение дает характерный спектр, и некоторые из его ионов применяются для настройки масс-спектрометра. Отчеты о настройке ГХ-МС-МС с масляным форвакуумным насосом и со спиральным вакуумным насосом Agilent Technologies IDP-10 приведены в табл. 1. Глубина вакуума в обеих системах была приблизительно одинаковой. В обеих системах соблюдались рекомендованные предельные интенсивности пиков воды (менее 20%) и воздуха (кислород менее 2,5% и азот менее 10%). Обе системы прошли верификацию.

Характеристика	Масляный форвакуумный насос	Спиральный вакуумный насос Agilent IDP-10
Форвакуум, $1 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст.	$1,29 \cdot 10^2$	$1,28 \cdot 10^2$
Высокий вакуум, мм рт. ст.	$8,32 \cdot 10^{-5}$	$8,27 \cdot 10^{-5}$
Скорость турбомолекулярного насоса, %	100	100
Потребляемая мощность турбомолекулярного насоса, Вт	20,2	28,8
EMV, В	901	912
Вода, % (менее 20%)	0,11	0,12
Кислород, % (менее 2,5%)	0,18	0,16
Азот, % (менее 10%)	0,67	0,61

Таблица 1. Сравнение параметров настройки для обеих конфигураций.

Матрица пробы (лимон)

Взвесить 10 г ($\pm 0,1$ г) гомогенизированной пробы лимона (без пестицидов).

Добавить 600 мкл р-ра NaOH концентрацией 5 ммоль/л и 10 мл ацетонитрила, предварительно охлажденного до 4 °С, и перемешивать на вихревой мешалке в течение 20 мин.

Добавить керамический гомогенизатор (кат. № 5982-9313) и смесь солей для экстракции по методу QuEChERS для методики EN (кат. № 5982-5650), перемешивать на вихревой мешалке в течение 1 мин и отцентрифугировать.

6 мл надосадочной жидкости поместить в пробирку со свободным сорбентом для ТФЭ для методики EN (фрукты и овощи в общем, кат. № 5982-5056), перемешивать на вихревой мешалке в течение 1 мин и отцентрифугировать.

Отобрать 1 мл надосадочной жидкости в виалу и проанализировать по методу ГХ-МС-МС.

Калибровка матрицы и воспроизводимость

Калибровка проводилась в обеих конфигурациях. Для калибровки использовались стандарты с концентрациями 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 10; 20 и 50 мкг/л в матрице лимона. На рис. 1 приведена общая ионная хроматограмма и MRM-переходы для стандарта с концентрацией 20 мкг/л в матрице.

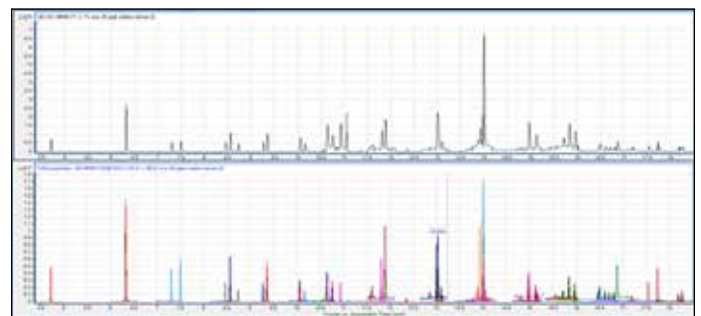


Рисунок 1. Общая ионная хроматограмма и dMRM-переходы для стандарта с концентрацией 20 мкг/л в матрице.

Внутридневная воспроизводимость (% ОСО) рассчитывалась по результатам десяти повторений анализа стандарта с концентрацией 1 мкг/л в матрице. В табл. 2 приводятся среднее значение площадей пиков (для десяти повторений для стандарта с концентрацией 1 мкг/л), значение ОСО в процентах, рассчитанное из абсолютных значений площадей пиков (отношение стандартного отклонения к среднему значению для десяти повторений, умноженное на 100), и коэффициенты корреляции калибровки R^2 . Исследования не показали статистически значимых расхождений в значениях R^2 ни для каких соединений, однако для большинства из них имеются значимые различия в ОСО. Значение ОСО для соединений, определенных в эксперименте со спиральным вакуумным насосом Agilent IDP-10, ниже, чем в эксперименте с масляным насосом.

Соединение	Масляный форвакуумный насос			Спиральный вакуумный насос Agilent IDP-10		
	Площадь пика	Отн. станд. отклонение (% ОСО)	R ²	Площадь пика	Отн. станд. отклонение (% ОСО)	R ²
Хлорпрофам	32696	7,4	0,994	48989	4,0	0,994
Цис-тефлутрин	42255	4,5	0,997	58587	3,2	0,999
Хлороталонил	11714	5,5	0,994	13732	5,6	0,995
Хлорпирифос-метил	17268	3,6	0,996	21819	3,7	0,999
Толклофос-метил	40012	3,7	0,995	51890	2,7	0,999
Хлорпирифос	13494	6,0	0,995	17949	3,5	0,998
Тетраконазол	11779	8,1	0,990	15052	5,8	0,995
Пендиметалин	9466	10,0	0,994	11202	6,9	0,994
Пенконазол	30970	9,2	0,993	40771	6,9	0,995
Фипронил	6700	13,3	0,996	9487	11,6	0,994
Хлорфенвинфос	19371	10,2	0,990	27897	5,9	0,994
Процимидон	18210	7,7	0,999	25660	5,9	0,998
Фолпет	1514	27,1	0,978	2801	12,9	0,994
Эндосульфан I	2057	7,3	0,999	2573	7,0	0,999
Миклобутанил	49080	9,4	1,000	53917	6,7	0,999
Эндосульфан II	3710	7,1	0,999	5067	6,5	0,999
Квиноксифен	61561	6,8	1,000	73813	5,7	0,999
Эндосульфана сульфат	16348	8,5	1,000	21956	6,3	0,998
Ипродион	1714	12,8	0,995	2206	10,2	0,999
Тетраметрин	56949	7,6	1,000	82908	7,7	0,997
Бромпропилат	29964	8,0	1,000	43623	5,0	0,999
Лямбда-цигалотрин	20046	8,1	1,000	26726	5,9	0,999
Акринатрин	7762	8,2	1,000	10306	7,3	0,999
Флуквинконазол	24979	8,4	1,000	28364	6,4	0,999
Кумафос	11796	6,6	1,000	14196	5,2	0,999
Фенвалерат I	33164	5,7	0,999	38453	5,1	0,999
Тау-флувалинат I	628	10,5	0,998	1144	8,7	0,998
Тау-флувалинат II	798	4,9	0,998	1189	10,0	0,998
Индоксакарб	10334	6,3	1,000	13169	4,0	1,000
Дельтаметрин	6943	8,2	0,999	9359	8,4	0,996

Таблица 2. Коэффициенты корреляции (R²), площади пиков и ОСО в процентах, полученные для обеих конфигураций.

Отношение сигнал — шум и форма пиков

Отношение сигнал — шум рассчитывалось для каждого соединения по алгоритму СКО (среднеквадратичного отклонения). Результаты показали статистически значимую разницу в отношениях сигнал — шум для большинства соединений. Спиральный вакуумный насос Agilent IDP-10 показал лучшие результаты по сравнению с масляным насосом. Результаты расчетов отношения сигнал — шум показаны в табл. 3.

Соединение	ВУ	Отношение сигнал — шум: масляный форвакуумный насос	Отношение сигнал — шум: спиральный вакуумный насос Agilent IDP-10
Хлорпрофам	7,303	17,4	16,0
Цис-тефлутрин	8,564	400,5	950,9
Хлороталонил	8,735	318,1	326,8
Хлорпирифос-метил	9,271	580,1	1087,9
Толклофос-метил	9,355	334,2	406,2
Хлорпирифос	10,059	639,0	724,2
Тетраконазол	10,159	791,1	1216,4
Пендиметалин	10,615	315,2	383,5
Пенконазол	10,643	829,6	813,4
Фипронил	10,736	229,6	392,9
Хлорфенвинфос	10,754	48,7	20,4
Процимидон	10,930	210,8	517,2
Фолпет	10,935	27,5	46,5
Эндосульфам I	11,352	48,6	75,3
Миклобутанил	11,808	226,2	174,8
Эндосульфам II	12,351	149,0	175,3
Квиноксифен	12,997	547,2	588,9
Эндосульфана сульфат	13,097	423,7	611,9
Ипродион	13,770	57,6	129,7
Тетраметрин	13,884	24,4	25,4
Бромпропилат	13,994	593,8	417,6
Лямбда-цигалотрин	14,965	125,3	166,3
Акринатрин	15,118	117,1	26,0
Флуквинконазол	15,952	337,3	331,4
Кумафос	15,955	120,0	92,8
Фенвалерат I	17,530	36,9	25,9
Тау-флувалинат I	17,708	24,4	36,3
Тау-флувалинат II	17,757	26,1	36,2
Индоксакарб	18,178	49,0	37,8
Дельтаметрин	18,258	90,3	52,1

Таблица 3. Отношение сигнал — шум для обеих конфигураций.

На рис. 2 показаны формы пиков хлороталонила для обеих конфигураций. В обоих случаях площадь и высота пика для всех соединений были близки.

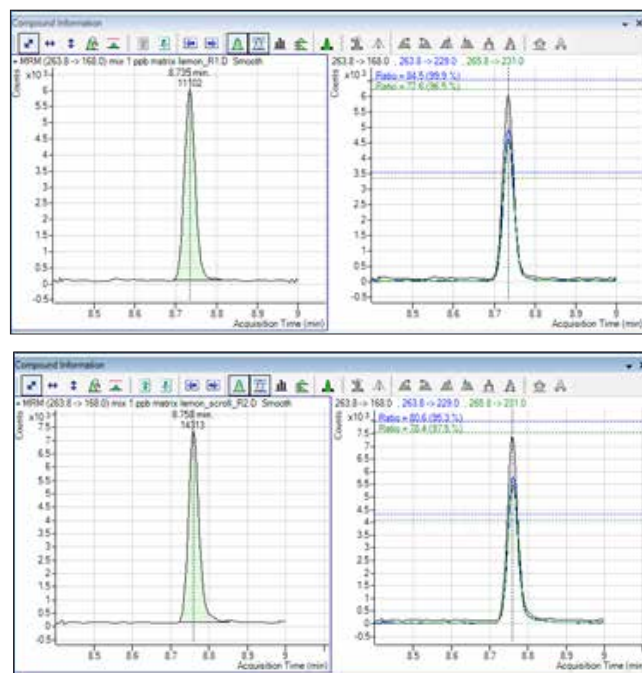


Рисунок 2. MRM-переходы для хлороталонила (один ион для количественного определения и два иона-идентификатора) при концентрации 1 мкг/л.

Выводы

В данной работе сравнивались аналитические характеристики сухого спирального вакуумного насоса Agilent IDP-10 в сравнении с традиционным масляным форвакуумным насосом. Параметры вакуума и параметры настройки для обоих насосов были сходными.

Аналитические характеристики системы со спиральным насосом Agilent IDP-10 были близки к таковым для системы с масляным насосом.

www.agilent.com

Компания Agilent не несет ответственности за возможные ошибки в настоящем документе, а также за убытки, связанные или являющиеся следствием получения настоящего документа, ознакомления с ним и его использования. Информация, описания и спецификации в настоящем документе могут быть изменены без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2018
Напечатано в США 20 марта 2018 г.
5991-9201RU