

## Schnelle, flexible und zuverlässige GC/MS/MS-Pestizidanalysen von Blattgemüsen mit hohem Chlorophyllgehalt unter Verwendung von Backflush in der Mitte der Säulenordnung



Die routinemäßige Hochdurchsatzanalyse von Pestizidrückständen im Spurenbereich in Lebensmitteln bringt erhebliche Herausforderungen mit sich. Analysemethoden für Pestizidrückstände erfordern zuverlässige, hochsensible Daten unter strengen zeitlichen Vorgaben in einem regulierten Umfeld. Hunderte von Pestizidrückständen unterschiedlicher chemischer Klassen werden routinemäßig mit Zykluszeiten von 25 Minuten bis unter 10 Minuten gescreent.

Bei einer Matrixansammlung können jedoch der Probendurchsatz sowie die Datenqualität deutlich abnehmen. In einem solchen Fall wird die Analyse angehalten, um eine Routinewartung durchzuführen – d. h. Entlüftung des MS, Trimmen der Säulen und Austausch von Einlasszubehör. Diese außerplanmäßigen Ausfallzeiten sind kostspielig. Darüber hinaus können zeitweise auftretende Unterbrechungen der Helium-Belieferung zu weiteren außerplanmäßigen Ausfallzeiten führen. Methoden, die sich leicht auf Wasserstoff als Trägergas umstellen lassen, bieten daher ein zusätzliches Maß an Sicherheit vor Unterbrechungen der Trägergas-Belieferung.

Die beiden gezeigten GC/MS/MS-Methoden für das Screening von Rückständen verfügen über die Geschwindigkeit und Empfindlichkeit, wie sie für Routinemethoden mit hohem Probendurchsatz erforderlich sind. Beide beruhen auf einer Technik mit Backflush in der Mitte der Säulenordnung, die den Durchfluss nach der Analyse umkehrt und unerwünschte Matrixinterferenzen beseitigt. Dadurch werden die Wartungsintervalle verlängert, Ausfallzeiten des Geräts begrenzt und die Datenzuverlässigkeit verbessert.

### Agilent Methoden für Screening-Anwendungen mit hohem Durchsatz

Die Leistungsfähigkeit der Kalibrierung wurde über einen breiten Konzentrationsbereich nachgewiesen. Sie erfüllt die SANTE/11312/2021-Richtlinien und die Anforderungen von Behörden und privaten Unternehmen, die in der Erzeugung, Verpackung und dem Verkauf von Lebensmitteln für die Öffentlichkeit tätig sind, sowie von Prüflaboren für Lebensmittelsicherheit.

Mithilfe einer Technik mit Backflush in der Mitte der Säulenordnung in Kombination mit einem Probenvorbereitungsverfahren mit Entfernung des hohen Matrixanteils wurden die Laufzeiten verkürzt, das Säulentrimmen begrenzt und die Kontamination der Ionenquelle verringert. Die Agilent MRM-Datenbank P&EP 4.0 mit Retention Time Locking (RTL) ermöglicht eine schnelle Methodenentwicklung und -übertragung und sorgt für mehr Effizienz. Diese Methode kann auch auf Wasserstoff als Trägergas umgestellt werden, indem eine HydroInert-Quelle hinzugefügt wird und die Säulenabmessungen angepasst werden.

Zur Demonstration des Arbeitsablaufs wurde Spinat verwendet, ein schwierig zu analysierendes Blattgemüse mit hohem Gehalt an Chlorophyll, der dargestellte Arbeitsablauf ist aber auch auf die Pestizidanalyse anderer Blattgemüse mit hohem Chlorophyllgehalt anwendbar.

Die Software und Hardware von Agilent sind darüber hinaus für Anwendungsfreundlichkeit bei Pestizidanalysen ausgelegt. Die MRM-Datenbank P&EP 4.0 zeichnet sich durch hervorragendes Time-to-Value und Retention Time Locking (RTL) aus, und HydroInert-Quellen ermöglichen den Wechsel auf Wasserstoff als Trägergas.

Mit dem Backflush in der Mitte der Säulenordnung, Techniken zur Probenvorbereitung und Methodenübertragung sowie dem Retention Time Locking (RTL) lassen sich bei der Entwicklung, Pflege und Übertragung von Methoden Kosten sparen, was der Effizienz zugutekommt. Durch Hinzufügen einer HydroInert-Quelle kann diese Methodik außerdem mit Wasserstoff als Trägergas durchgeführt werden.

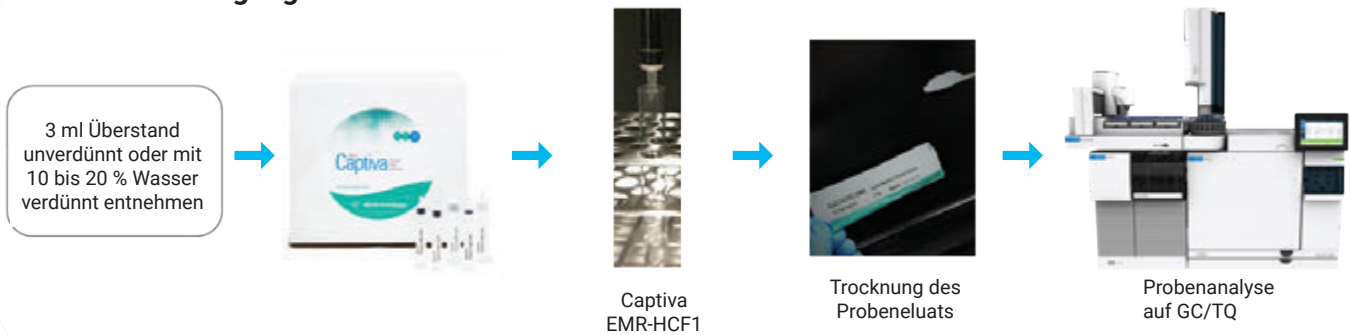
## Empfehlungen zur Optimierung der Systemkonfiguration für die Pestizidanalyse

**Probenvorbereitung:** Zur Verbesserung der Matrixentfernung wurde ein vereinfachter zweistufiger Prozess eingesetzt (Abb. 1): Probenextraktion durch traditionelle QuEChERS-Extraktion, entweder AOAC- oder EN-Extraktion, gefolgt von Captiva Enhanced Matrix Removal (EMR) mit Carbon S Pass-Through-Aufreinigung. Spinat hat eine Blattmatrix mit hohem Chlorophyllgehalt, bei der die Pigmententfernung von entscheidender Bedeutung ist. Captiva EMR-HCF1 und HCF2 sind speziell für die Aufreinigung einer Blattgemüsematrix mit hohem Chlorophyllgehalt ausgelegt. Beide Kartuschen ermöglichen eine hocheffiziente Entfernung von Chlorophyllpigmenten, ohne jedoch die Wiederfindung empfindlicher Pestizide, einschließlich der planaren Verbindungen, zu beeinträchtigen.

### Probensextraktion

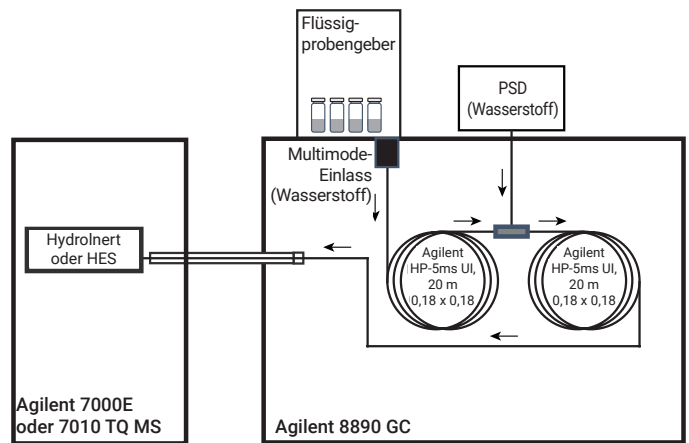
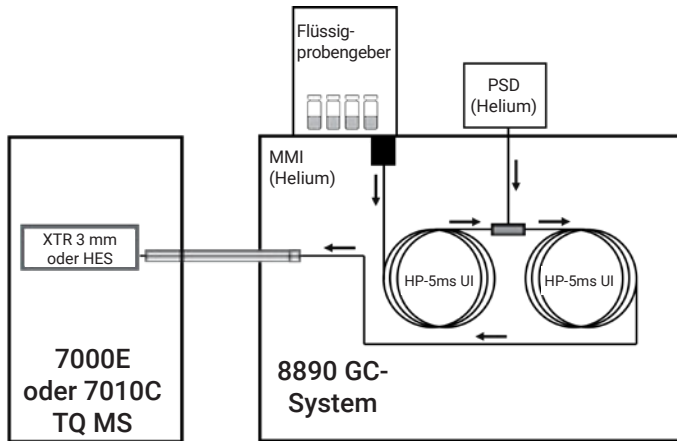


### Probenaufreinigung



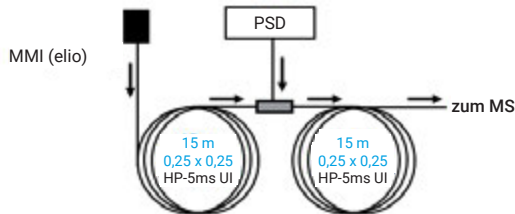
**Abb. 1:** Flussdiagramm der Probenvorbereitung, bestehend aus der herkömmlichen Agilent QuEChERS-Extraktion, gefolgt von der Agilent Captiva EMR-HCF1 oder HCF2-Aufreinigung im Durchlauformat.<sup>1</sup>

**Konfiguration des Systems:** Backflush in der Mitte der Säulenordnung (Abb. 2 und 3) wurde verwendet, um eine Säulenrückspülung nach dem Lauf durchzuführen und so die Häufigkeit der Einlasswartung, des GC-Säulentrimmens, der Reinigung der MS-Ionenquelle oder des erneuten Tunings des MS-Systems zu reduzieren. Es wurden Säulenkonfigurationen mit Helium und mit Wasserstoff als Trägergas bei herkömmlichen Analysezeiten von 20 Minuten und bei Hochdurchsatzanalysen von 10 Minuten gezeigt.

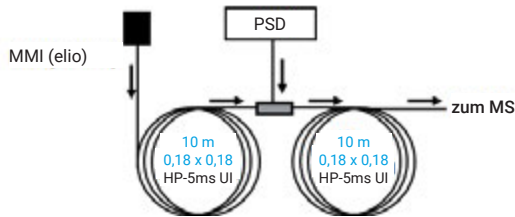


**Abb. 3:** Das Agilent 8890/7010C GC/TQ-System in der Konfiguration mit Wasserstoff als Trägergas.<sup>2</sup>

Konventionelle 15 x 15 m-Konfiguration mit Backflush in der Mitte der Säulenordnung



Narrow-Bore 10 x 10 m-Konfiguration mit Backflush in der Mitte der Säulenordnung



**Abb. 2:** Das Agilent 8890/7010C GC/TQ-System (oben) mit zwei Konfigurationen mit Backflush in der Mitte der Säulenordnung (unten).<sup>1</sup>

### Säulenabmessungen:

**Tabelle 1:** Empfohlene Säulenabmessungen für die schnelle 10-Minuten-Analyse von über 200 Pestiziden.

	Analysendauer bei der herkömmlichen Technik	Analysendauer bei der Hochdurchsatzanalyse
Trägergas: Helium	(2) HP-5ms UI 15 m x 0,25 mm x 0,25 µm	(2) HP-5ms UI 10 m x 0,18 mm x 0,18 µm
Alternatives Trägergas: Wasserstoff	(2) HP-5ms UI 20 m x 0,18 mm x 0,18 µm	(2) HP-5ms UI 10 m x 0,18 mm x 0,18 µm

**Flussrate:** Optimaler Bereich 0,9–1,4 ml/min, abhängig von der Säulenkonfiguration und dem Trägergas.

## Temperaturen

**Tabelle 2:** Beispiel für ein Ofenprogramm mit Helium-Trägergas.<sup>1</sup>

GC-Ofenbedingungen		
	Mit 15 × 15 m	Mit 10 × 10 m
Anfängliche Ofentemperatur	60 °C	60 °C
Anfängliche Ofen-Haltezeit	1 min	0,5 min
Anstiegsrate 1	80 °C/min	80 °C/min
Endtemperatur 1	170 °C	170 °C
Endtemperatur-Haltezeit 1	0 min	0 min
Anstiegsrate 2	35 °C/min	20 °C/min
Endtemperatur 2	310 °C	310 °C
Endtemperatur-Haltezeit 2	3,625 min	1,125 min
Gesamtlaufzeit	10 min	10 min
Nachlaufzeit	1,5 min	1,5 min
Äquilibrierungszeit	0,25 min	0,25 min

**Tabelle 3:** Beispiel für ein Ofenprogramm mit Wasserstoff als Trägergas.<sup>2</sup>

GC-Ofenbedingungen	
Anfängliche Ofentemperatur	60 °C
Anfängliche Ofen-Haltezeit	1 min
Anstiegsrate 1	40 °C/min
Endtemperatur 1	170 °C
Endtemperatur-Haltezeit 1	0 min
Anstiegsrate 2	10 °C/min
Endtemperatur 2	310 °C
Endtemperatur-Haltezeit 2	2,25 min
Gesamtlaufzeit	20 min
Nachspülzeit (Backflush-Dauer)	1,5 min
Äquilibrierungszeit	0,5 min

Mit den gezeigten Arbeitsabläufen lassen sich Verbesserungen in puncto Produktivität und Flexibilität bei der Analyse von Pestiziden mehrerer Klassen erzielen. Die Analysendauer kann bei herkömmlichen 20 Minuten oder – bei Verwendung hocheffizienter Minibore-Säulen – bei unter 10 Minuten liegen. Ein Wechsel auf Wasserstoff als Trägergas ist möglich (unter Beibehaltung von Retention Time Locking), indem die Säulenabmessungen wie gezeigt angepasst werden und eine Hydrolnert-Quelle installiert wird. Der Backflush in der Mitte der Säulenordnung reduziert Matrixverunreinigungen und verlängert somit das Intervall zwischen Routinewartungen.

## Literatur

Liste der für diesen Arbeitsablauf verwendeten Application Notes:

1. Schnelle und robuste GC/MS/MS-Analyse von 203 Pestiziden in Spinat in 10 Minuten  
[5994-4967DEE](#)
2. Hydrogen Carrier Gas for Analyzing Pesticides in Pigmented Foods with GC/MS/MS  
[5994-6505EN](#)

## Informationen für eine einfache Auswahl und Bestellung

Um Artikel im Agilent Online Store zu bestellen, klicken Sie auf die Hyperlinks mit den Bestellnummern in der Tabelle. Geben Sie dann die Stückzahl der gewünschten Artikel ein, wählen die Option „In den Warenkorb“ und gehen Sie zur Kasse.

Alternativ können Sie die Artikel in der Tabelle in Ihrer Liste „Produktfavoriten“ speichern, indem Sie auf den entsprechenden Link in der Kopfzeile „MeineListe“ klicken. Geben Sie die Stückzahl der gewünschten Artikel ein, wählen die Option „In den Warenkorb“ und gehen Sie zur Kasse. Die Liste bleibt in den Produktfavoriten und kann erneut verwendet werden.

Wenn Sie das erste Mal online bestellen, werden Sie zur Eingabe Ihrer E-Mail-Adresse aufgefordert, um das Kundenkonto zu bestätigen. Wenn Sie bereits über ein Agilent Konto verfügen, können Sie sich einfach anmelden. Wenn Sie noch kein Agilent Konto eingerichtet haben, müssen Sie sich für eines [registrieren](#).

Alle Artikel können auch über die üblichen Verkaufs- und Vertriebskanäle bestellt werden.

Beschreibung	Bestellnummer
<a href="#">MeineListe für Probenvorbereitung</a>	
Bond Elut QuEChERS EN-Extraktionskit	<a href="#">5982-5650CH</a>
Bond Elut QuEChERS AOAC-Extraktionskit	<a href="#">5982-5755CH</a>
Captiva EMR-HCF1, 3 ml Kartusche	<a href="#">5610-2088</a>
Captiva EMR-HCF2, 3 ml Kartusche	<a href="#">5610-2089</a>
MgSO <sub>4</sub> , wasserfrei	<a href="#">5982-0102</a>
Überdruckverteiler-Prozessor 48	<a href="#">5191-4101</a>
<a href="#">MeineListe für analytische Säulen</a>	
J&W HP-5ms Ultra Inert GC-Säule, 15 m, 0,25 mm, 0,25 µm, mit Smart-Key, 1 St. (2 erforderlich) (empfohlen für die konventionelle und schnelle Helium-Trägergasmethode mit konventioneller Säulenkonfiguration)	<a href="#">19091S-431UI-KEY</a>
J&W HP-5ms Ultra Inert GC-Säule, 10 m, 0,18 mm, 0,18 µm, 7-Zoll-Käfig, 1 St. (2 erforderlich) (empfohlen für die schnelle Helium- oder schnelle Wasserstoff-Trägergasmethode)	<a href="#">19091S-571UI</a>
J&W HP-5ms Ultra Inert GC-Säule, 20 m, 0,18 mm, 0,18 µm, 7-Zoll-Käfig, 1 St. (2 erforderlich) (empfohlen für die konventionelle Wasserstoff-Trägergasmethode)	<a href="#">19091S-577UI</a>
<a href="#">MeineListe für GC-Zubehör</a>	
Agilent Ultra Inert 2 mm Liner mit Verwirbelungszone	<a href="#">5190-2297</a>
Vergoldete flexible Metall-Ferrulen	<a href="#">G2855-28501</a>
Selbstsichernde Säulenmutter mit Schraubfixierung für GC-Einlass	<a href="#">G3440-81011</a>

Beschreibung	Bestellnummer
Selbstsichernde Säulenmutter mit Schraubfixierung für MS-Übertragungsleitung	<a href="#">G3440-81013</a>
85:15 Vespel/Graphit-Ferrulen, 0,4 mm ID, 10 St.	<a href="#">5181-3323</a>
Einlass-Septa, Advanced Green, nicht klebend, 11 mm, 50 St.	<a href="#">5183-4759</a>
Spritze für automatischen Flüssigprobengeber, 10 µl, feste Nadel, 23/42/Konus, Kolben mit PTFE-Spitze	<a href="#">G4513-80220</a>
Purged Ultimate Union (PUU)-Kit, deaktiviert	<a href="#">G3186-80580</a>
Purged Ultimate Union (PUU)-Einheit, inert	<a href="#">G3186-60581</a>
8890 mit PSD (pneumatische Schaltvorrichtung)	Option 310
<a href="#">MeineListe von Probenbehältern</a>	
Probenflaschen, Schraubverschluss, braun mit Beschriftungsfeld, deaktiviert (silanisiert), zertifiziert, 2 ml	<a href="#">5183-2072</a>
Deckel, Schraubverschluss, blau, zertifiziert, Septa aus PTFE/Silikon/PTFE	<a href="#">5182-0723</a>
Probenflascheneinsatz, 250 µl, deaktiviertes Glas mit Polymerfüßen	<a href="#">5181-8872</a>
<a href="#">Meine Liste für Ersatzteile für MSD-Quelle</a>	
Filament, Hochtemperatur, EI-Ionenquelle	<a href="#">G7005-60061</a>
HydroInert Extraktionslinse, 9 mm* (empfohlen für H <sub>2</sub> -Trägergas)	<a href="#">G7078-20909</a>
Repeller – HydroInert	<a href="#">G7078-20902</a>
<a href="#">MeineListe für Gasfilter</a>	
Gas Clean Trägergas-Kit, mit 1 Position, für 7890, 1/8", inklusive eine Verbindungseinheit mit 1 Position, 1/8"; Gasreiniger: ein Trägergas (Bestell-Nr. CP17973), eine 7890 Halterung	<a href="#">CP17988</a>
Gas Clean-Kit für 8890 und 8860 GC. Inklusive Halterung, Verbindungsstück und Trägergasfilter	<a href="#">CP179880</a>
Gas Clean Ersatzkartusche für Trägergas-Gasreiniger	<a href="#">CP17973</a>
Agilent große Universalfalle (empfohlen für H <sub>2</sub> -Trägergas)	<a href="#">RMSH-2-SS</a>
Agilent Gas Clean Gasreiniger-Kit für Trägergas	<a href="#">CP17976</a>
<a href="#">HydroInert-Ionenquelle für den Wechsel auf H<sub>2</sub> als Trägergas</a>	
Komplette HydroInert Quelleneinheit für 7000 TQ	<a href="#">G7006-67930</a>
HydroInert-GC/TQ-Upgrade	<a href="#">5505-0084</a>
Edelstahl-Installationskit	<a href="#">19199S</a>
<a href="#">Software</a>	
MRM-Datenbank für Pestizide und Umweltschadstoffe, eigenständig	<a href="#">G9250AA</a>
MassHunter GC/MS-Software-Upgrade (einschließlich MassHunter Acquisition und MassHunter Qualitative and Quantitative Analysis)	<a href="#">G6845AA</a>
MassHunter GC/MS-Datenanalysesoftware	<a href="#">G6849AA</a>

## Agilent CrossLab: Echte Erkenntnisse, echte Ergebnisse

CrossLab geht über die Geräte hinaus und bietet Ihnen Services, Verbrauchsmaterialien und laborweites Ressourcenmanagement. Damit kann Ihr Labor die Effizienz steigern, den Betrieb optimieren, die Betriebszeit der Geräte erhöhen, die Anwenderfähigkeiten verbessern und mehr.

Erfahren Sie mehr über Agilent CrossLab und sehen Sie sich an, wie Erkenntnisse zu optimalen Ergebnissen führen: [www.agilent.com/crosslab](http://www.agilent.com/crosslab)

Mehr erfahren oder weitere Bestellinformationen siehe:

[www.agilent.com/chem/ordering-guides](http://www.agilent.com/chem/ordering-guides)

Deutschland

**0800-603 1000**

[CustomerCare-Germany@agilent.com](mailto:CustomerCare-Germany@agilent.com)

Europa

[info\\_agilent@agilent.com](mailto:info_agilent@agilent.com)

Asien und Pazifik

[inquiry\\_lsca@agilent.com](mailto:inquiry_lsca@agilent.com)

DE17956593

Änderungen dieser Informationen ohne vorherige Ankündigung vorbehalten.