Agilent CrossLab
From Insight to Outcome

Guía de pedidos para el flujo de trabajo con consumibles

Análisis por GC/MS/MS rápido, flexible y fiable de pesticidas en verduras de hoja con alto contenido de clorofila mediante retroflujo en mitad de la columna

El análisis de rutina en un número elevado de muestras de trazas de pesticidas en productos alimenticios supone importantes desafíos analíticos. Los métodos para residuos de pesticidas requieren datos fiables y de elevada sensibilidad bajo estrictas limitaciones normativas y de tiempo. Residuos de cientos de pesticidas, de diferentes clases químicas, se analizan de manera rutinaria con tiempos de ciclo que van desde 25 minutos hasta menos de 10 minutos.

El número de muestras analizadas puede verse afectado significativamente cuando se acumula la matriz y se reduce la calidad de los datos. El análisis se detiene para realizar las tareas de mantenimiento de rutina: purgar el MS, cortar las columnas y cambiar los consumibles del inyector. Este tiempo de inactividad no planificado es extremadamente costoso para el laboratorio. Además, hoy en día, las interrupciones intermitentes en el suministro de helio pueden provocar un tiempo de inactividad no planificado adicional. Los métodos que pueden pasar fácilmente al uso de hidrógeno como gas portador ofrecen un nivel adicional de seguridad frente a las interrupciones del suministro de gases portadores.

Los dos métodos de análisis de residuos por GC/MS/MS que se muestran ofrecen la velocidad y la sensibilidad necesarias para los métodos de rutina con un elevado número de muestras analizadas. Ambos utilizan una técnica de retroflujo en mitad de la columna, que invierte el flujo después del análisis y elimina interferencias no deseadas de la matriz, lo que amplía el tiempo necesario entre intervalos de mantenimiento. Esto limita el tiempo de inactividad de los instrumentos y mejora la fiabilidad de los datos.

Métodos de Agilent

El calidad de la calibración se demostró en un amplio intervalo de concentraciones. Esto cumple con las directrices SANTE/11312/2021 y satisface las necesidades de las agencias gubernamentales y empresas privadas que producen, envasan y venden alimentos al público, así como de los laboratorios que controlan la seguridad alimentaria.

Se utilizó un retroflujo en mitad de la columna, en combinación con un procedimiento de preparación de muestras con eliminación de matrices complejas, para reducir los tiempos de análisis, limitar el corte de la columna y reducir la contaminación de la fuente de iones. Se utilizó la base de datos de MRM P&EP 4.0 de Agilent con congelación de tiempos de retención (RTL) para permitir un rápido desarrollo y transferencia de métodos y facilitar unas operaciones cotidianas eficientes. Esta metodología también admite la transición a hidrógeno como gas portador mediante la incorporación de una fuente HydroInert y el ajuste de las dimensiones de la columna, tal como se indica.

Se efectuó una demostración del flujo de trabajo con espinacas, una verdura de hoja especialmente compleja con alto contenido en clorofila. Este flujo de trabajo también se puede ampliar al análisis de pesticidas en otras verduras de hoja con alto contenido en clorofila.

El software y el hardware de Agilent también se han diseñado para facilitar su uso en los flujos de trabajo de pesticidas. La base de datos de MRM P&EP 4.0 ofrece la mejor relación calidad-precio y la mejor congelación de tiempos de retención (RTL) de su clase, mientras que las fuentes HydroInert permiten la transición al hidrógeno como gas portador.

La incorporación de técnicas de retroflujo en mitad de la columna, preparación de muestras, conversión de métodos y congelación de tiempos de retención (RTL) posibilita el ahorro de costes en el desarrollo, mantenimiento y conversión de métodos, facilitando las operaciones cotidianas. Esta metodología también se puede transformar para el uso de hidrógeno como gas portador mediante la incorporación de una fuente HydroInert.

Recomendaciones para optimizar la configuración del sistema para el análisis de pesticidas

Preparación de muestras: Se empleó un proceso simplificado de dos pasos para mejorar la eliminación de la matriz (Figura 1): extracción de la muestra mediante extracción QuEChERS convencional, ya sea extracción AOAC o EN, seguida de eliminación mejorada de la matriz (EMR) con Captiva con limpieza mediante paso a través de Carbon S. La espinaca se considera una matriz de hoja con alto contenido de clorofila, donde la eliminación del pigmento resulta fundamental. Captiva EMR-HCF1 y HCF2 se centran específicamente en la limpieza de matrices de verduras de hoja con alto contenido en clorofila. Ambos cartuchos consiguen una eliminación con alta eficiencia de la clorofila (pigmento), pero sin comprometer la recuperación de pesticidas sensibles, incluidos los compuestos con geometría plana.

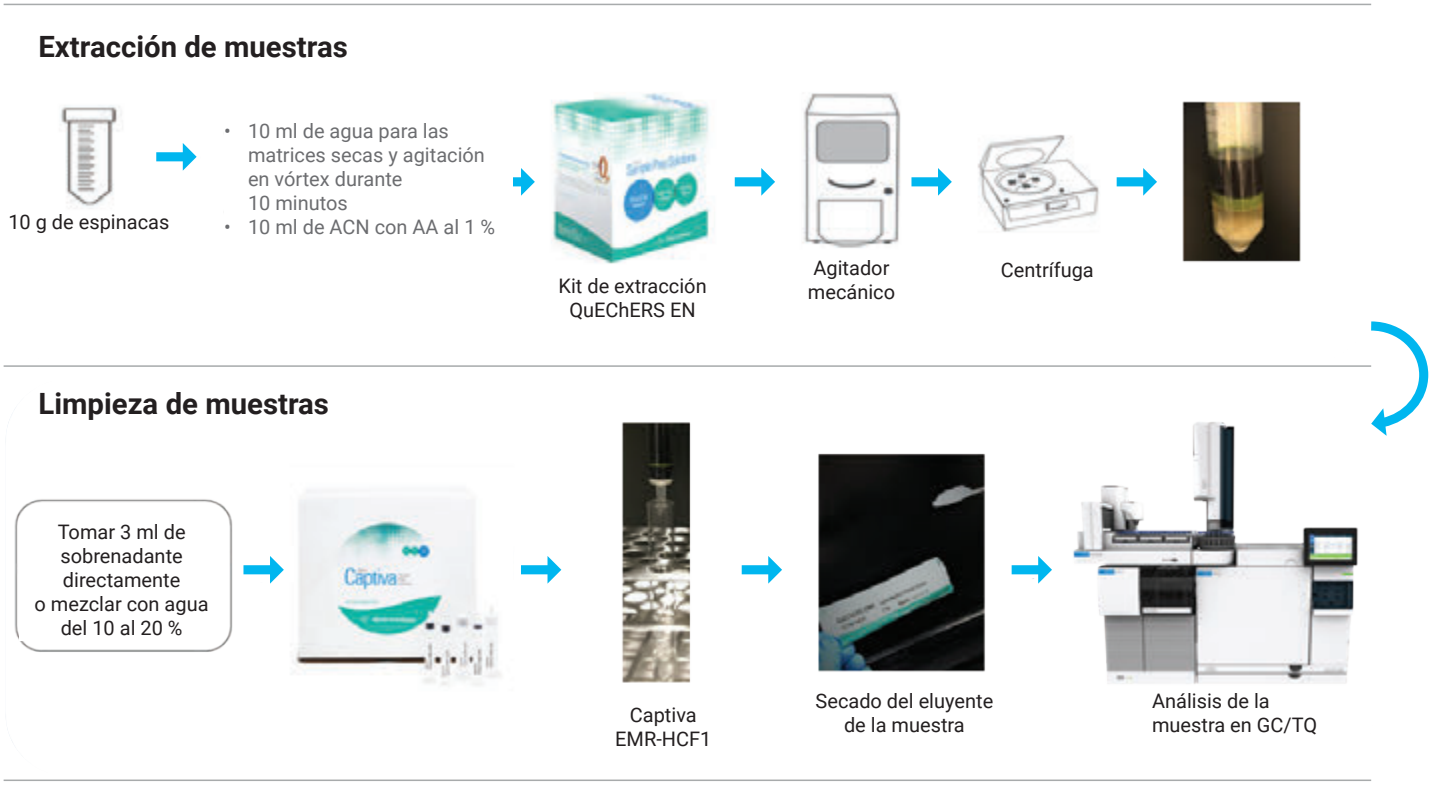
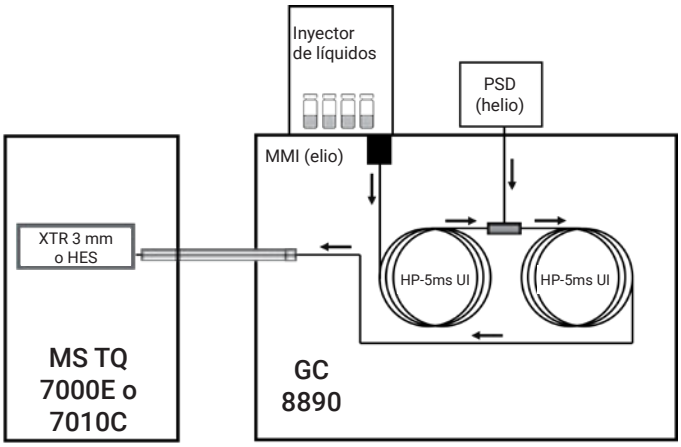
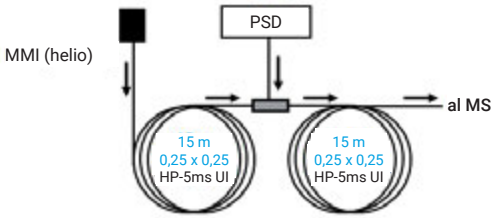


Figura 1. Diagrama de flujo de la preparación de muestras con extracción QuEChERS convencional de Agilent seguida de una limpieza mediante paso a través de Agilent Captiva EMR-HCF1 o HCF2.[1]

Configuración del sistema: Se emplearon configuraciones de retroflujo en mitad de la columna (Figuras 2 y 3) para permitir el retroflujo de la columna en el tiempo posterior al análisis, lo que reduce la frecuencia del mantenimiento del inyector, el corte de la columna para GC, la limpieza de la fuente de MS o la resintonización del MS. Se mostraron configuraciones de columnas con helio e hidrógeno como gas portador, y con tiempos de análisis convencional de 20 minutos y corto, de 10 minutos.



Configuración convencional de 15 × 15 m con retroflujo en mitad de la columna



Configuración de retroflujo en mitad de la columna con columna de diámetro estrecho de 10 × 10

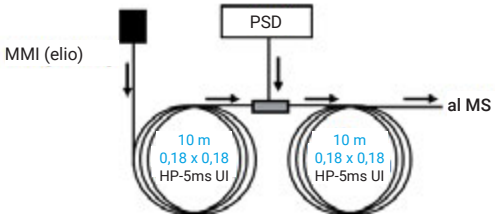


Figura 2. Sistema de GC/TQ Agilent 8890/7010C (arriba) con dos configuraciones de retroflujo en mitad de la columna (abajo).[1]

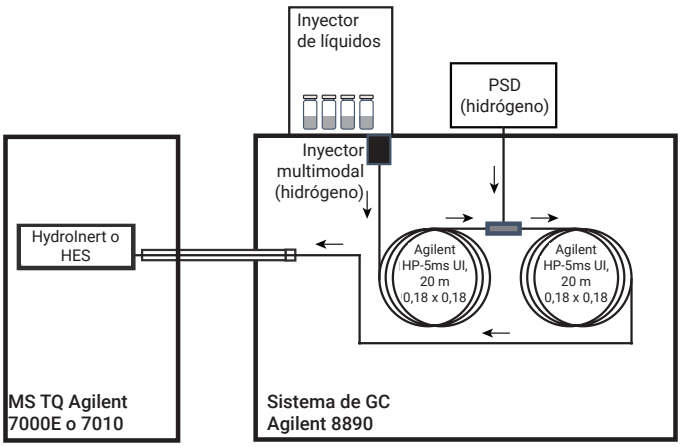


Figura 3. Configuración del sistema de GC/TQ Agilent 8890/7010C con hidrógeno como gas portador.[2]

Dimensiones de la columna:

Tabla 1. Dimensiones de columna recomendadas para el análisis rápido en 10 minutos de más de 200 pesticidas.

	Tiempos de análisis convencionales	Tiempos de análisis cortos
Helio como gas portador	(2) HP-5ms UI 15 m × 0,25 mm × 0,25 µm	(2) HP-5ms UI 10 m × 0,18 mm × 0,18 µm
Hidrógeno como gas portador alternativo	(2) HP-5ms UI 20 m × 0,18 mm × 0,18 µm	(2) HP-5ms UI 10 m × 0,18 mm × 0,18 µm

Flujo: Intervalo óptimo de 0,9 a 1,4 ml/min, según la configuración de la columna y del gas portador.

Temperaturas

Tabla 2. Ejemplo de programa del horno con helio como gas portador.[1]

Condiciones del horno de GC		
	Con 15 × 15 m	Con 10 × 10 m
Temperatura inicial del horno	60 °C	60 °C
Mantenimiento inicial del horno	1 min	0,5 min
Velocidad de rampa 1	80 °C/min	80 °C/min
Temperatura final 1	170 °C	170 °C
Mantenimiento final 1	0 min	0 min
Velocidad de rampa 2	35 °C/min	20 °C/min
Temperatura final 2	310 °C	310 °C
Mantenimiento final 2	3,625 min	1,125 min
Tiempo de análisis total	10 min	10 min
Tiempo posterior al análisis	1,5 min	1,5 min
Tiempo de equilibrio	0,25 min	0,25 min

Tabla 3. Ejemplo de programa del horno con hidrógeno como gas portador.[2]

Condiciones del horno de GC	
Temperatura inicial del horno	60 °C
Mantenimiento inicial del horno	1 min
Velocidad de rampa 1	40 °C/min
Temperatura final 1	170 °C
Mantenimiento final 1	0 min
Velocidad de rampa 2	10 °C/min
Temperatura final 2	310 °C
Mantenimiento final 2	2,25 min
Tiempo de análisis total	20 min
Tiempo posterior al análisis (duración del retroflujo)	1,5 min
Tiempo de equilibrio	0,5 min

Los flujos de trabajo demostrados pueden proporcionar mayor productividad y flexibilidad para el análisis de pesticidas de distintas clases. Los tiempos de análisis pueden oscilar entre los convencionales de 20 minutos o los de menos de 10 minutos cuando se utilizan columnas de diámetro reducido de alta eficiencia. Estos flujos de trabajo admiten la transición a hidrógeno como gas portador, manteniéndose la congelación de tiempos de retención mediante el ajuste de las dimensiones de la columna, como se muestra, e instalando una fuente HydroInert. Se puede emplear el retroflujo en mitad de la columna para espaciar las tareas de mantenimiento de rutina debido a la contaminación por la matriz.

Referencias

Lista de notas de aplicación empleadas en este flujo de trabajo:

1. A Fast and Robust GC/MS/MS Analysis of 203 Pesticides in 10 Minutes in Spinach 5994-4967EN
2. Hydrogen Carrier Gas for Analyzing Pesticides in Pigmented Foods with GC/MS/MS 5994-6505EN

Selección fácil e información para pedidos

Para solicitar artículos en la tienda en línea de Agilent, haga clic en los hipervínculos de número de referencia en la tabla. A continuación, introduzca las cantidades que necesita de cada producto, haga clic en Añadir a la cesta y proceda al pago.

También puede guardar los artículos de la tabla en la lista de Productos favoritos haciendo clic en el enlace del encabezado "Mi lista" correspondiente. Introduzca las cantidades que necesita de cada producto, haga clic en Añadir a la cesta y proceda al pago. La lista se mantiene en Productos favoritos para que pueda utilizarla más adelante.

Si es la primera vez que realiza un pedido on-line, se le pedirá que introduzca su dirección de correo electrónico para verificar la cuenta. Si ya tiene cuenta de Agilent, podrá iniciar sesión. Si no tiene una cuenta registrada de Agilent, deberá registrarse para crear una.

Todos los artículos se pueden encargar también a través de los canales habituales de venta y distribución.

Descripción	Número de referencia
Mi lista de preparación de muestras	
Kit de extracción Bond Elut QuEChERS EN	5982-5650CH
Kit de extracción Bond Elut QuEChERS AOAC	5982-5755CH
Cartucho Captiva EMR-HCF1, 3 ml	5610-2088
Cartucho Captiva EMR-HCF2, 3 ml	5610-2089
$MgSO_4$ anhidro	5982-0102
Procesador 48 para colector de presión positiva	5191-4101
Mi lista de columnas analíticas	
Columna para GC J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m, 0,25 mm, 0,25 µm, con llave inteligente, 1/paq. (se necesitan 2) (recomendada para los métodos convencional y rápido con helio como gas portador y con una configuración de columna convencional)	19091S-431UI-KEY
Columna para GC J&W HP-5ms Ultra Inert, 10 m, 0,18 mm, 0,18 µm, soporte de 7 pulgadas, 1/paq. (se necesitan 2) (recomendada para el método rápido con hidrógeno o helio como gas portador)	19091S-571UI
Columna para GC J&W HP-5ms Ultra Inert, 20 m, 0,18 mm, 0,18 µm, soporte de 7 pulgadas, 1/paq. (se necesitan 2) (recomendada para el método convencional con hidrógeno como gas portador)	19091S-577UI
Mi lista de consumibles para GC	
Liner biselado de 2 mm Agilent Ultra Inert	5190-2297
Férrulas metálicas flexibles recubiertas de oro	G2855-28501
Tuercas con autoapriete para columna con collarín para inyector de GC	G3440-81011
Tuercas con autoapriete para columna con collarín para línea de transferencia de MS	G3440-81013
Férrulas de Vespel/grafito (85:15), 0,4 mm de d. i., 10/paq.	5181-3323
Séptum para inyector, Advanced Green, antiadherente, 11 mm, 50/paq.	5183-4759
Jeringa ALS, Blue Line, 10 µl, aguja fija, 23/42/cono, émbolo con punta de PTFE	G4513-80220
Kit de unión definitiva purgada (PUU), desactivado	G3186-80580
Conjunto de unión definitiva purgada (PUU), inerte	G3186-60581
8890 con PSD (dispositivo de conmutación neumático)	Opción n.º 310
Mi lista de recipientes para muestras	
Viales, tapón de rosca, ámbar, zona de escritura, desactivados (silanizados), certificados, 2 ml	5183-2072
Tapones, de rosca, azules, certificados, séptum de PTFE/silicona/PTFE	5182-0723
Inserto de vial, 250 µl, vidrio desactivado con patas de polímero	5181-8872
Mi lista de piezas para la fuente de MSD	
Filamento, alta temperatura, fuente de iones por EI	G7005-60061
Lente de extracción HydroInert de 9 mm* (recomendada para el uso de H2 como gas portador)	G7078-20909
Repeller – HydroInert	G7078-20902
Mi lista de filtros de gas	
Kit purificador de gases para gas portador, 1 posición, para 7890, 1/8 de pulgada. Incluye una unidad de conexión de 1 posición de 1/8 de pulgada; Purificadores: uno de gas portador (ref. CP17973); y un soporte para montaje para sistemas 7890	CP17988
Kit purificador de gases para los sistemas de GC 8890 y 8860. Incluye soporte para montaje, unidad de conexión y filtro de gas portador	CP179880
Cartucho de repuesto para purificador de gas portador	CP17973
Trampa universal grande Agilent (recomendada para el uso de H_2 como gas portador)	RMSH-2-SS
Kit purificador de gases Agilent para gas portador	CP17976
Fuente HydroInert para la transición a H_2 como gas portador	
Conjunto de fuente HydroInert completa para sistemas de triple cuadrupolo 7000	G7006-67930
Actualización de GC/TQ HydroInert	5505-0084
Kit de instalación de acero inoxidable	19199S
Software	
Base de datos independiente de pesticidas y contaminantes medioambientales para MRM	G9250AA
Actualización del software MassHunter para GC/MS (incluido MassHunter Acquisition y MassHunter Qualitative and Quantitative Analysis)	G6845AA
Software de análisis de datos MassHunter para GC/MS	G6849AA

Agilent CrossLab: conocimientos reales, resultados reales

Agilent CrossLab va más allá de los instrumentos: integra servicios, consumibles y gestión de recursos para todo el laboratorio. De este modo, su laboratorio puede mejorar la eficiencia, optimizar el funcionamiento, aumentar el tiempo de uso continuado de los instrumentos, desarrollar las habilidades de los usuarios y mucho más.

Para obtener más información acerca de Agilent CrossLab y conocer ejemplos de casos en los que se han conseguido excelentes resultados, visite **www.agilent.com/crosslab**.

Para obtener más información o guías para pedidos, visite:
www.agilent.com/chem/ordering-guides

España
901 11 68 90
agilent_inquiries@agilent.com

Europa
info_agilent@agilent.com

Asia-Pacífico
inquiry_lsca@agilent.com

DE17956593

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
Impreso en EE. UU., 8 de enero de 2024
5994-7039ES