

Analisi GC/MS/MS rapida, flessibile e affidabile di pesticidi in verdure a foglia ad alto contenuto di clorofilla con l'uso di backflush a metà colonna



L'analisi di routine ad alta produttività di residui di pesticidi a livello di tracce nei prodotti alimentari è condotta non senza importanti difficoltà analitiche. I metodi per l'analisi dei residui di pesticidi richiedono dati affidabili e ad elevata sensibilità, nel rispetto di rigidi vincoli normativi e temporali. Centinaia di residui di pesticidi appartenenti a differenti classi chimiche vengono regolarmente sottoposti a screening con durate del ciclo che variano da 25 fino a meno di 10 minuti.

Quando la matrice si accumula riducendo la qualità dei dati, può incidere significativamente sulla capacità analitica. L'analisi viene arrestata per eseguire la manutenzione ordinaria: spurgare il sistema MS, tagliare le colonne e sostituire le parti di consumo dell'iniettore. L'imprevisto fermo macchina è estremamente costoso per il laboratorio. In aggiunta, le interruzioni che si verificano correntemente a causa dell'irregolarità nelle forniture di elio possono portare a ulteriori fermi macchina non programmati. I metodi che possono essere facilmente convertiti a idrogeno come gas di trasporto offrono un ulteriore livello di sicurezza contro le interruzioni legate alla fornitura dei gas di trasporto.

I due metodi di screening di residui mediante GC/MS/MS descritti offrono la rapidità e la sensibilità necessarie per metodi di routine ad elevata capacità analitica. Entrambi i metodi utilizzano la tecnica di backflush a metà colonna che inverte il flusso a fine analisi e rimuove le interferenze indesiderate dovute alla matrice, prolungando così gli intervalli tra una manutenzione e l'altra. Questo limita i tempi di inattività degli strumenti e migliora l'affidabilità dei dati.

Metodi di screening high-throughput Agilent

Le prestazioni di calibrazione sono state dimostrate su un ampio intervallo di concentrazioni e soddisfano le linee guida SANTE/11312/2021 e le esigenze sia di agenzie governative e aziende private che producono, confezionano e vendono alimenti al pubblico, sia dei laboratori che eseguono controlli sulla sicurezza alimentare.

I backflush a metà colonna in combinazione con una procedura di preparazione del campione a elevata rimozione della matrice, sono stati utilizzati per ridurre i tempi di corsa, limitare il taglio delle colonne e ridurre la contaminazione della sorgente ionica. Si è utilizzato il database MRM Agilent P&EP 4.0 con blocco del tempo di ritenzione (retention time locking, RTL) per consentire sviluppo e traduzione rapidi dei metodi e per garantire efficienza nelle operazioni quotidiane. Questo metodo può anche essere convertito all'idrogeno come gas di trasporto con l'integrazione di una sorgente HydroInert e regolando le dimensioni della colonna, come illustrato.

La dimostrazione del flusso di lavoro è stata eseguita sullo spinacio, una verdura a foglie particolarmente complessa, a abbondante contenuto di clorofilla. Questo flusso di lavoro può anche essere esteso all'analisi di pesticidi in altre verdure a foglie a elevato contenuto di clorofilla.

Sono inoltre stati progettati software e hardware Agilent per facilitare i flussi di lavoro per pesticidi. Il database MRM P&EP 4.0 garantisce i migliori time-to-value e blocco del tempo di ritenzione (RTL); inoltre, grazie alle sorgenti HydroInert, è possibile passare all'idrogeno come gas di trasporto.

L'incorporazione del backflush a metà colonna, la preparazione del campione, la traduzione del metodo e le tecniche del blocco del tempo di ritenzione (RTL) contribuiscono a risparmi sui costi legati allo sviluppo, alla manutenzione e alla traduzione di metodi, a supporto delle operazioni quotidiane. Questa metodologia può anche essere convertita all'idrogeno come gas di trasporto con l'integrazione di una sorgente HydroInert.

Consigli per ottimizzare la configurazione del sistema per l'analisi dei pesticidi

Preparazione del campione: Un processo in due fasi semplificato è stato adottato per migliorare la rimozione della matrice (Figura 1): estrazione del campione mediante la tradizionale estrazione QuEChERS, con metodo AOAC o EN, seguito da rimozione più efficiente dalla matrice (enhanced matrix removal, EMR) Captiva mediante purificazione con Carbon S pass-through. Lo spinacio è considerato una matrice a foglia ad alto contenuto di clorofilla, per cui risulta critica la rimozione del pigmento. Captiva EMR-HCF1 e HCF2 sono impiegate specificatamente per la purificazione della matrice di verdure a foglia ad alto contenuto di clorofilla. Entrambe le cartucce garantiscono la rimozione efficiente del pigmento clorofilla, senza tuttavia compromettere il recupero di pesticidi sensibili, inclusi i composti planari.

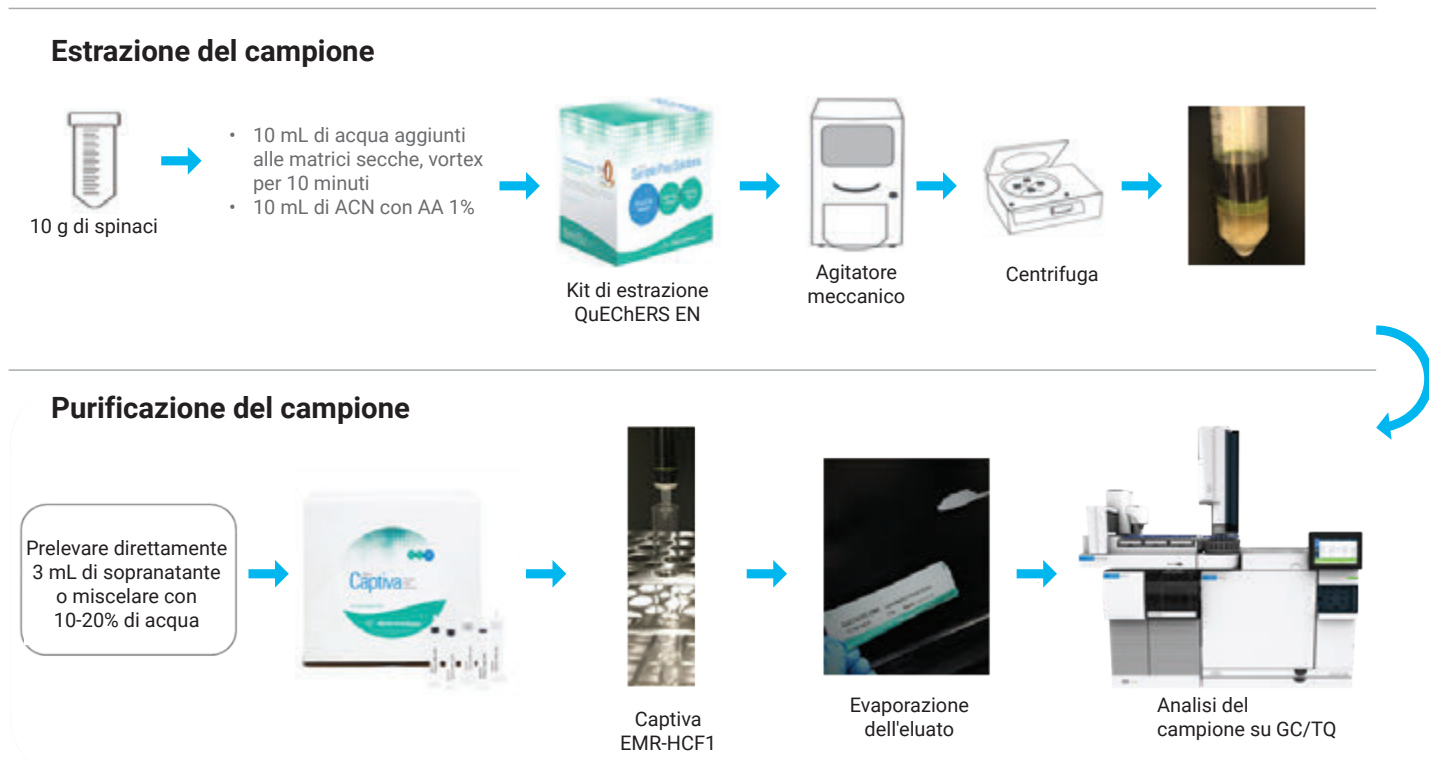
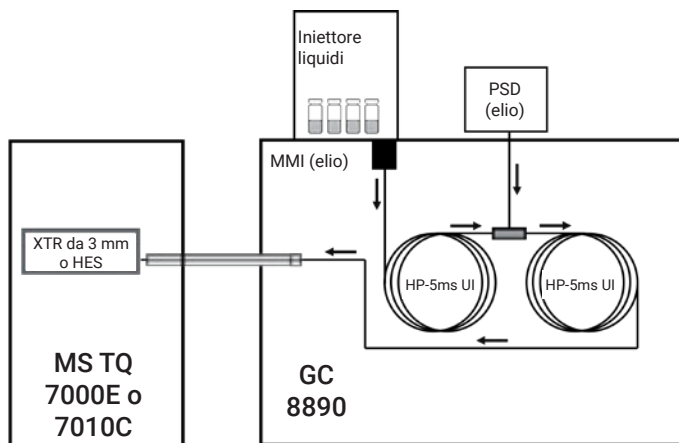
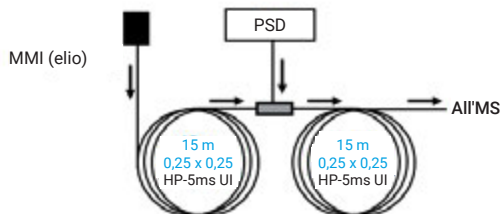


Figura 1. Diagramma di flusso della preparazione del campione articolata nell'estrazione Agilent QuEChERS tradizionale seguita dalla purificazione con Agilent Captiva EMR-HCF1 o HCF2 pass-through.¹

Configurazione del sistema: Le configurazioni con backflush a metà colonna (Figure 2 e 3) sono state impiegate per consentire il backflush della colonna dopo la corsa, riducendo così la frequenza di manutenzione dell'iniettore, il taglio della colonna GC, la pulizia della sorgente MS o la regolazione dell'MS. Sono state mostrate le configurazioni della colonna sia con elio sia con idrogeno come gas di trasporto a tempi di analisi convenzionali di 20 minuti e ad alta produttività di 10 minuti.



Configurazione convenzionale con backflush a metà colonna da 15 x 15 m:



Configurazione con backflush a metà colonna narrow-bore 10 x 10

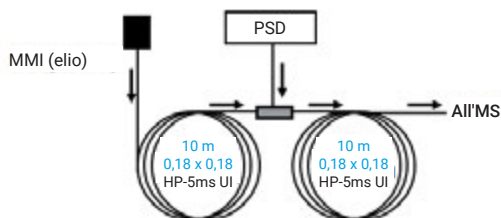


Figura 2. Sistema GC/TQ Agilent 8890/7010C (in alto) che utilizza due configurazioni con backflush a metà colonna (in basso).¹

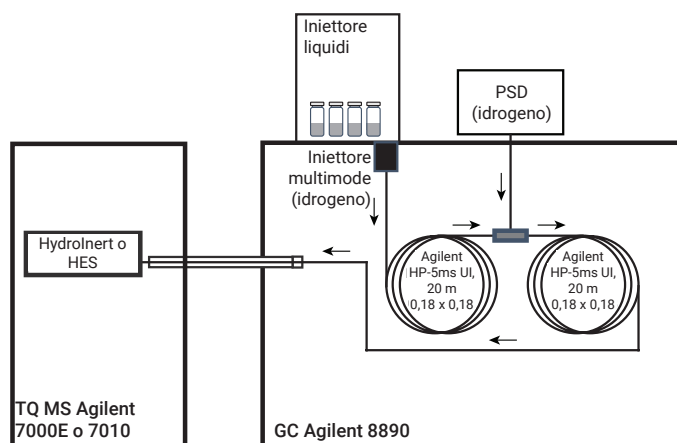


Figura 3. Configurazione del sistema GC/TQ Agilent 8890/7010C con idrogeno come gas di trasporto.²

Dimensioni delle colonne:

Tabella 1. Dimensione delle colonne consigliate per l'analisi rapida di 10 minuti di oltre 200 pesticidi.

	Tempi di analisi convenzionali	Tempi di analisi ad alta produttività
Gas di trasporto elio	(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
Gas di trasporto idrogeno alternativo	(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

Flusso: Intervallo ottimale da 0,9 a 1,4 mL/min, in base alla configurazione della colonna e al gas di trasporto.

Temperature

Tabella 2. Programma del forno per campioni con elio come gas di trasporto.¹

Condizioni forno GC		
	Con 15 × 15 m	Con 10 × 10 m
Temperatura iniziale del forno	60 °C	60 °C
Mantenimento della temperatura iniziale del forno	1 min	0,5 min
Velocità di rampa 1	80 °C/min	80 °C/min
Temperatura finale 1	170 °C	170 °C
Mantenimento della temperatura finale 1	0 min	0 min
Velocità di rampa 2	35 °C/min	20 °C/min
Temperatura finale 2	310 °C	310 °C
Mantenimento della temperatura finale 2	3,625 min	1,125 min
Tempo di corsa totale	10 min	10 min
Tempo post-corsa	1,5 min	1,5 min
Tempo di equilibratura	0,25 min	0,25 min

Tabella 3. Programma del forno per campioni con idrogeno come gas di trasporto.²

Condizioni forno GC	
Temperatura iniziale del forno	60 °C
Mantenimento della temperatura iniziale del forno	1 min
Velocità di rampa 1	40 °C/min
Temperatura finale 1	170 °C
Mantenimento della temperatura finale 1	0 min
Velocità di rampa 2	10 °C/min
Temperatura finale 2	310 °C
Mantenimento della temperatura finale 2	2,25 min
Tempo di corsa totale	20 min
Tempo post-corsa (durata di backflush)	1,5 min
Tempo di equilibratura	0,5 min

I flussi di lavoro hanno dimostrato di essere in grado di garantire produttività e flessibilità migliorate per le analisi di pesticidi di diverse classi. I tempi di analisi variano da 20 minuti per tempi di analisi convenzionali a meno di 10 minuti quando si utilizzano colonne minibore ad alta efficienza. Con questi flussi di lavoro è possibile passare all'idrogeno come gas di trasporto e mantenere comunque il blocco del tempo di ritenzione, regolando le dimensioni delle colonne, come mostrato, e installando una sorgente HydroInert. È possibile impiegare il backflush a metà colonna per estendere gli intervalli di manutenzione ordinaria dovuta a contaminazione della matrice.

Bibliografia

Elenco delle note applicative utilizzate nel flusso di lavoro:

1. Analisi GC/MS/MS rapida e affidabile in 10 minuti di 203 pesticidi negli spinaci [5994-4967ITE](#)
2. Hydrogen Carrier Gas for Analyzing Pesticides in Pigmented Foods with GC/MS/MS [5994-6505EN](#)

Informazioni per scegliere e ordinare facilmente

Per ordinare gli articoli da Agilent Online Store, fare clic sui collegamenti ipertestuali dei codici nella tabella. Inserire quindi le quantità dei prodotti richieste, aggiungere gli articoli al carrello e procedere al pagamento.

In alternativa, salvare gli articoli nella tabella all'elenco Prodotti preferiti facendo clic al collegamento corrispondente dell'interfaccia Il mio elenco. Inserire le quantità dei prodotti richieste, aggiungere gli articoli al carrello e procedere al pagamento. L'elenco verrà conservato nei Prodotti preferiti per usi futuri.

Se è la prima volta che si eseguono ordini online, verrà richiesto di inserire il proprio indirizzo e-mail per la verifica dell'account. I titolari di un account Agilent esistente potranno eseguire l'accesso. Se ancora non si dispone di un account Agilent, sarà necessario [registrarne](#) uno.

Tutti gli articoli possono essere ordinati anche tramite i normali canali di vendita e distribuzione.

Descrizione	Codice prodotto
Il mio elenco per la preparazione del campione	
Kit di estrazione Agilent Bond Elut QuEChERS EN	5982-5650CH
Kit di estrazione Bond Elut QuEChERS AOAC	5982-5755CH
Captiva EMR-HCF1, cartuccia da 3 mL	5610-2088
Captiva EMR-HCF2, cartuccia da 3 mL	5610-2089
MgSO anidro ₄	5982-0102
Processore per collettore a pressione positiva 48	5191-4101
Il mio elenco di colonne analitiche	
Colonna GC Ultra Inert J&W HP-5ms, 15 m, 0,25 mm, 0,25 µm, con smart key, 1/conf. (quantità richiesta 2) (consigliata per metodo convenzionale e con elio come gas di trasporto e con configurazione della colonna convenzionale)	19091S-431UI-KEY
Colonna GC Ultra Inert J&W HP-5ms, 10 m, 0,18 mm, 0,18 µm, con supporto 7", 1/conf. (quantità richiesta 2) (consigliata per metodo rapido con elio o idrogeno come gas di trasporto)	19091S-571UI
Colonna GC Ultra Inert J&W HP-5ms, 20 m, 0,18 mm, 0,18 µm, con supporto 7", 1/conf. (quantità richiesta 2) (consigliata per metodo convenzionale con idrogeno come gas di trasporto)	19091S-577UI
Il mio elenco di prodotti di consumo per GC	
Liner svasato Agilent Ultra Inert da 2 mm	5190-2297
Ferrule metalliche flessibili dorate	G2855-28501
Dado autoserrante per colonna con collare per iniettore GC	G3440-81011

Descrizione	Codice prodotto
Dado autoserrante per colonna con collare per transfer line MS	G3440-81013
Ferrule Vespel/grafite 85:15, d.i. 0,4 mm, 10/conf.	5181-3323
Setti per iniettore, Advanced Green, non-stick, 11 mm, 50/conf.	5183-4759
Siringa per ALS, Blue Line, 10 µL, ago fisso, 23/42/cono, pistone con punta in PTFE	G4513-80220
Kit raccordo purged Ultimate (Purge Ultimate Union, PUU), disattivato	G3186-80580
Gruppo raccordo purged Ultimate (PUU), inerte	G3186-60581
8890 con dispositivo di commutazione pneumatico (pneumatic switching device, PSD)	Opzione #310
Il mio elenco di contenitori per campioni	
Vial, chiusura a vite, ambrato, con etichetta, disattivato (silanizzato), certificato, 2 mL	5183-2072
Tappi a vite, blu, certificati, setti in PTFE/silicone/PTFE	5182-0723
Inserito per vial, 250 µL, vetro disattivato con supporto polimerico	5181-8872
Il mio elenco di parti per la sorgente MSD	
Filamento, alta temperatura, sorgente ionica EI	G7005-60061
Lente di estrazione Hydrolnert da 9 mm* (consigliata per H2 come gas di trasporto)	G7078-20909
Repeller - Hydrolnert	G7078-20902
Il mio elenco di filtri gas	
Kit gas di trasporto Gas Clean, 1 posizione, per sistema 7890, 1/8". Include un'unità di connessione a 1 posizione da 1/8"; Purificatori: un gas di trasporto (codice CP17973); una staffa di montaggio 7890	CP17988
Kit Gas Clean per GC 8890 e 8860. Include staffa di montaggio, unità di connessione e filtro per gas di trasporto	CP179880
Cartuccia di ricambio per purificatore del gas di trasporto Gas Clean	CP17973
Trappola universale grande Agilent (consigliata per H ₂ come gas di trasporto)	RMSH-2-SS
Kit purificatore Agilent Gas Clean per gas di trasporto	CP17976
Sorgente Hydrolnert per la transizione a H₂ come gas di trasporto	
Gruppo sorgente completo Hydrolnert per sistema TQ 7000	G7006-67930
Aggiornamento per GC/TQ Hydrolnert	5505-0084
Kit di installazione in acciaio inossidabile	19199S
Software	
Database MRM per pesticidi e residui di inquinanti ambientali indipendente	G9250AA
Aggiornamento software GC/MS MassHunter (inclusi MassHunter Acquisition e MassHunter Qualitative e Quantitative Analysis)	G6845AA
Software di analisi dei dati GC/MS MassHunter	G6849AA

Agilent CrossLab: competenza reale, risultati concreti

CrossLab non si limita alla strumentazione ma offre servizi, parti di consumo e gestione delle risorse dell'intero laboratorio. Il tuo laboratorio può così migliorare l'efficienza, ottimizzare le operazioni, aumentare il tempo di operatività degli strumenti, sviluppare le competenze degli utilizzatori e altro ancora.

Maggiori informazioni su Agilent CrossLab, oltre ad esempi pratici che si traducono in ottimi risultati, sono disponibili all'indirizzo

www.agilent.com/crosslab

Per ottenere maggiori informazioni o altre guide per ordinare, visitare il sito:

www.agilent.com/chem/ordering-guides

Stati Uniti e Canada

1-800-227-9770

agilent_inquiries@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asia Pacifico

inquiry_lsca@agilent.com

DE17956593

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.