

Análise de GC/MS/MS rápida, flexível e confiável de pesticidas em vegetais folhosos com alto teor de clorofila usando backflush entre colunas



A análise de rotina de alto rendimento de resíduos de pesticidas em nível residual em produtos alimentícios apresenta desafios analíticos significativos. Os métodos de resíduos de pesticidas exigem dados confiáveis e de alta sensibilidade sob rígidas restrições regulatórias e de tempo. Centenas de resíduos de pesticidas, de diferentes classes químicas, são rotineiramente analisados com tempos de ciclo que variam de 25 minutos a menos de 10 minutos.

A produtividade das amostras pode ser significativamente afetada devido ao acúmulo de matriz e redução da qualidade dos dados. A análise é interrompida para realizar manutenção de rotina – quebrar o vácuo do MS, aparar colunas e trocar consumíveis de injetores. Esse tempo de parada não planejado é extremamente caro para o laboratório. Além disso, atualmente, interrupções intermitentes no suprimento de hélio podem causar tempos de inatividade adicionais não planejados. Métodos que podem ser facilmente convertidos para uso com gás de arraste hidrogênio oferecem um nível adicional de segurança contra interrupções no suprimento de gás de arraste.

Os dois métodos de triagem de resíduos por GC/MS/MS mostrados oferecem a velocidade e a sensibilidade necessárias para métodos de rotina com alta produtividade das amostras. Ambos utilizam uma técnica de backflush entre colunas, que reverte o fluxo após a análise e remove interferências indesejadas na matriz, ampliando o tempo necessário entre intervalos de manutenção. Isto limita o tempo de parada dos instrumentos e melhora a confiabilidade dos dados.

Métodos de triagem de alta produtividade Agilent

O desempenho da calibração foi demonstrado em uma ampla faixa de concentrações. Isso atende às diretrizes SANTE/11312/2021 e atende às necessidades de agências governamentais e empresas privadas que produzem, embalam e vendem alimentos ao público, bem como de laboratórios que controlam a segurança alimentar.

O backflush entre colunas, em combinação com um procedimento de preparo de amostras com alta remoção de matriz, foi usado para reduzir os tempos de corrida, limitar cortes de colunas e diminuir a contaminação da fonte de íons. O banco de dados Agilent MRM P&EP 4.0 foi usado com travamento do tempo de retenção (RTL) para permitir desenvolvimento e tradução rápidos de métodos e oferecer suporte e eficiência às operações diárias. Esta metodologia também pode ser convertida para uso com gás de arraste hidrogênio adicionando uma fonte HydroInert e ajustando as dimensões das colunas, conforme mostrado.

O fluxo de trabalho foi demonstrado em espinafre, um vegetal folhoso significativamente desafiador com presença abundante de clorofila. Este fluxo de trabalho também pode ser estendido à análise de pesticidas em outros vegetais folhosos com alto teor de clorofila.

O software e o hardware Agilent também foram projetados para facilitar o uso em fluxos de trabalho de pesticidas. O banco de dados MRM P&EP 4.0 oferece o melhor tempo de retorno de valor e travamento do tempo de retenção (RTL), e as fontes HydroInert permitem a transição para o gás de arraste hidrogênio.

A incorporação de técnicas de backflush entre colunas, preparo de amostras, tradução de métodos e travamento do tempo de retenção (RTL) pode proporcionar economia de custos no desenvolvimento, manutenção e tradução de métodos, apoiando as operações diárias. Esta metodologia também pode ser convertida para uso com gás de arraste hidrogênio adicionando uma fonte HydroInert.

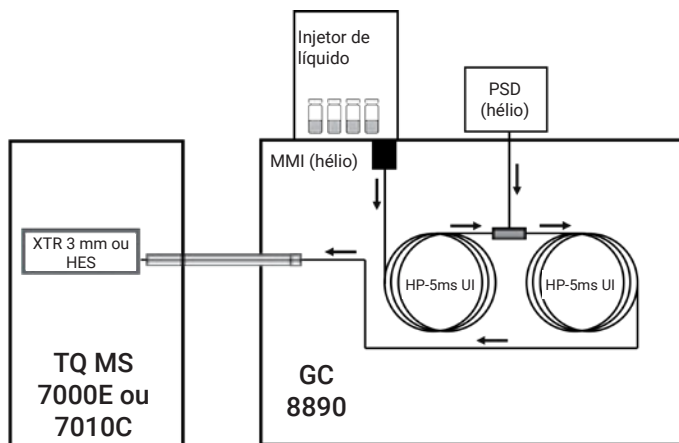
Recomendações para otimizar a configuração de sistema para análise de pesticidas

Preparo de amostras: Um processo simplificado de duas etapas foi empregado para melhorar a remoção da matriz (Figura 1): extração de amostras por extração QuEChERS tradicional, seja AOAC ou EN, seguida por remoção avançada de matriz Captiva (EMR) com limpeza de passagem com Carbon S. O espinafre é considerado uma matriz folhosa com alto teor de clorofila, onde a remoção do pigmento é crítica. EMR-HCF1 e HCF2 Captiva focam especificamente na limpeza da matriz vegetal folhosa com alto teor de clorofila. Ambos os cartuchos proporcionam remoção altamente eficiente do pigmento de clorofila, mas sem comprometer a recuperação de pesticidas sensíveis, incluindo os compostos planares.

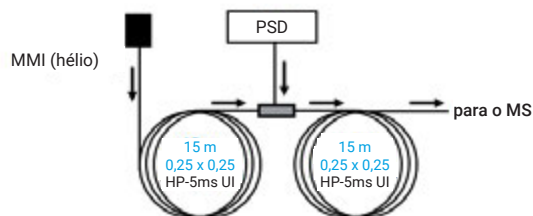


Figura 1. Fluxograma de preparo de amostras, incluindo extração AOAC Agilent tradicional, seguida de limpeza por permeabilidade EMR-HCF1 ou HCF2 Agilent Captiva.¹

Configuração do sistema: Configurações de backflush entre colunas (Figura 2 e 3) foram empregadas para permitir o backflush das colunas pós-corrida, reduzindo a frequência de manutenção do injetor, o corte das colunas para GC, a limpeza da fonte de MS ou a necessidade de retuning do MS. As configurações de colunas foram mostradas com gás de arraste hélio e hidrogênio e com tempos de análise convencionais de 20 minutos e de alto rendimento de 10 minutos.



Configuração convencional de backflush entre colunas de 15 x 15 m:



Configuração do backflush entre colunas para 10 x 10 com tubo estreito

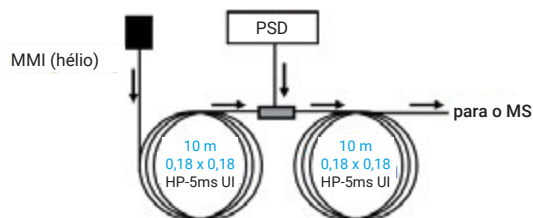


Figura 2. O sistema de GC/TQ Agilent 8890/7010C (parte superior) usando duas configurações de backflush entre colunas (parte inferior).¹

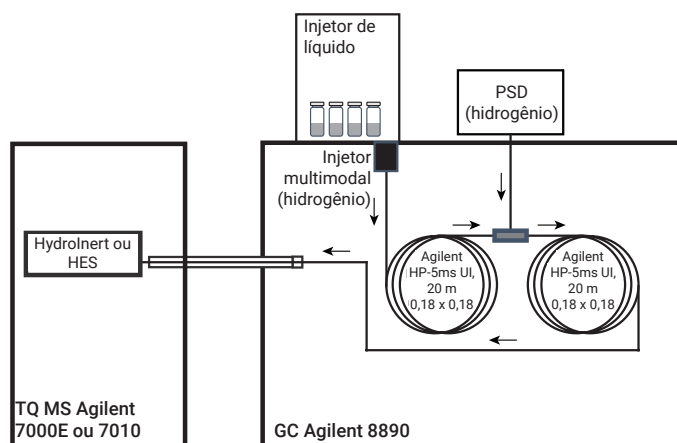


Figura 3. A configuração de sistema de GC/TQ Agilent 8890/7010C com gás de arraste hidrogênio.²

Dimensões de coluna:

Tabela 1. Dimensões de coluna recomendadas para análise rápida de mais de 200 pesticidas em 10 minutos.

	Tempos de análise convencionais	Tempos de análise de alta produtividade
Gás de arraste hélio	(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
Gás de arraste hidrogênio 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

Vazão: Faixa ideal de 0,9 a 1,4 mL/min, dependendo da configuração das colunas e do gás de arraste.

Temperaturas

Tabela 2. Programa do forno de amostra com gás de arraste hélio.¹

Condições do forno de GC		
	Com 15 × 15 m	Com 10 × 10 m
Temperatura inicial do forno	60 °C	60 °C
Tempo de espera inicial do forno	1 min	0,5 min
Taxa de aumento 1	80 °C/min	80 °C/min
Temp final 1	170 °C	170 °C
Tempo de espera final 1	0 min	0 min
Taxa de aumento 2	35 °C/min	20 °C/min
Temp final 2	310 °C	310 °C
Tempo de espera final 2	3,625 min	1,125 min
Tempo de corrida total	10 min	10 min
Tempo pós-corrida	1,5 min	1,5 min
Tempo de equilíbrio	0,25 min	0,25 min

Tabela 3. Programa do forno de amostra com gás de arraste hidrogênio.²

Condições do forno de GC	
Temperatura inicial do forno	60 °C
Tempo de espera inicial do forno	1 min
Taxa de aumento 1	40 °C/min
Temp final 1	170 °C
Tempo de espera final 1	0 min
Taxa de aumento 2	10 °C/min
Temp final 2	310 °C
Tempo de espera final 2	2,25 min
Tempo de corrida total	20 min
Tempo pós-corrida (duração do backflush)	1,5 min
Tempo de equilíbrio	0,5 min

Os fluxos de trabalho demonstrados podem proporcionar maior produtividade e flexibilidade para análises de pesticidas de classes variadas. Os tempos de análise podem variar entre tempos de análise convencionais de 20 minutos ou de menos de 10 minutos usando colunas de alta eficiência com diâmetro reduzido. Esses fluxos de trabalho podem ser traduzidos para uso com gás de arraste hidrogênio, mantendo o travamento do tempo de retenção, ajustando as dimensões das colunas, conforme mostrado, e instalando uma fonte HydroInert. O backflush entre colunas pode ser aplicado para estender a necessidade de manutenção de rotina devido à contaminação da matriz.

Referências

Lista de notas de aplicação usadas neste fluxo de trabalho:

1. Análise de GC/MS/MS rápida e robusta de 203 pesticidas em espinafre em 10 minutos
[5994-4967PTBR](#)
2. Hydrogen Carrier Gas for Analyzing Pesticides in Pigmented Foods with GC/MS/MS
[5994-6505EN](#)

Fácil seleção e informações sobre pedidos

Para solicitar itens da Agilent Online Store, clique nos links dos part numbers na tabela. Em seguida, insira as quantidades de produtos que precisa, clique em Add to Cart (Adicionar ao carrinho) e prossiga para a finalização.

Ou então, salve os itens da tabela em sua lista de produtos favoritos clicando no link correspondente do cabeçalho MyList (Minha lista). Insira as quantidades de produtos que precisa, clique em Add to Cart (Adicionar ao carrinho) e prossiga para a finalização. A lista permanecerá em seus produtos favoritos para uso futuro.

Caso seja sua primeira vez fazendo um pedido online, será solicitado que você digite o seu endereço de e-mail para verificar a sua conta. Se você tiver uma conta Agilent, poderá fazer login. Se não tiver uma conta Agilent registrada, é necessário se [registrar](#) para obter uma.

Todos os itens também podem ser solicitados através dos canais regulares de vendas e distribuidores.

Descrição	Part Number
MyList (Minha lista) de preparo de amostras	
Kit de extração EN Agilent Bond Elut QuEChERS	5982-5650CH
Kit de extração AOAC Bond Elut QuEChERS	5982-5755CH
Captiva EMR-HCF1, cartucho de 3 mL	5610-2088
Captiva EMR-HCF2, cartucho de 3 mL	5610-2089
MgSO ₄ anidro	5982-0102
Manifold de pressão positiva com 48 processadores	5191-4101
MyList (Minha lista) de colunas analíticas	
Coluna para GC J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m, 0,25 mm, 0,25 µm, com chave inteligente, 1/pacote (precisa de 2) (recomendada para método convencional e rápido com gás de arraste hélio com configuração de colunas convencional)	19091S-431UI-KEY
Coluna para GC J&W HP-5ms Ultra Inert, 10 m, 0,18 mm, 0,18 µm, cesto de 7 polegadas, 1/pacote (precisa de 2) (recomendada para método rápido com gás de arraste hélio ou hidrogênio)	19091S-571UI
Coluna para GC J&W HP-5ms Ultra Inert, 20 m, 0,18 mm, 0,18 µm, cesto de 7 polegadas, 1/pacote (precisa de 2) (recomendada para método convencional com gás de arraste hidrogênio)	19091S-577UI
MyList (Minha lista) de consumíveis de GC	
Liner Ultra Inert Agilent com fenda de 2 mm	5190-2297
Anilhas de metal flexível revestidas em ouro	G2855-28501
Porcas para coluna com ajuste automático e com colar para injetor de GC	G3440-81011
Porcas para coluna com ajuste automático e com colar para linha de transferência do MS	G3440-81013

Descrição	Part Number
Anilhas Vespel/de grafite 85:15, 0,4 mm de DI, 10/pacote	5181-3323
Septos de injetor, Advanced Green, antiaderentes, 11 mm, 50/pacote	5183-4759
Seringa ALS, Blue Line, 10 µL, agulha fixa, 23/42/cone, êmbolo com ponteira de PTFE	G4513-80220
Kit Purged Ultimate Union (PUU), desativado	G3186-80580
Conjunto Purged Ultimate Union (PUU), inerte	G3186-60581
8890 com PSD (dispositivo de comutação pneumática)	Opção 310
MyList (Minha lista) de armazenamento de amostras	
Vials, rosqueáveis, âmbar, área para identificação, desativados (silanizados), certificados, 2 mL	5183-2072
Tampas, rosqueáveis, azuis, certificadas, septo de PTFE/silicone/PTFE	5182-0723
Insert de vial, 250 µL, vidro desativado com suporte de polímero	5181-8872
MyList (Minha lista) de peças da fonte de MSD	
Filamento, alta temperatura, fonte de íons de EI	G7005-60061
Lente de extração Hydrolnert de 9 mm* (recomendada para gás de arraste H ₂)	G7078-20909
Repeller - Hydrolnert	G7078-20902
MyList (Minha lista) de filtros de gás	
Kit de limpeza de gás de arraste, 1 posição, para 7890, 1/8 pol. Inclui uma unidade de conexão de 1 posição de 1/8 pol.;	CP17988
Purificadores: um gás de arraste (p/n CP17973); um suporte de montagem para 7890	
Kit de limpeza de gases para GC 8890 e 8860. Inclui suporte de montagem, unidade de conexão e filtro de gás de arraste	CP179880
Cartucho de reposição para purificador de gases de arraste	CP17973
Trap universal grande Agilent (recomendado para gás de arraste H ₂)	RMSH-2-SS
Kit purificador de gases Agilent para gás de arraste	CP17976
Fonte Hydrolnert para transição para gás de arraste H₂	
Conjunto completo de fonte Hydrolnert para TQ 7000	G7006-67930
Atualização Hydrolnert para GC/TQ	5505-0084
Kit de instalação de aço inoxidável	19199S
Software	
Banco de dados MRM de pesticidas e poluentes ambientais independente	G9250AA
Atualização do software MassHunter para GC/MS (incluindo MassHunter Acquisition, MassHunter Qualitative Analysis e MassHunter Quantitative Analysis)	G6845AA
Software de análise de dados MassHunter para GC/MS	G6849AA

Agilent CrossLab: Visão real, resultados reais

O CrossLab vai além da instrumentação para trazer serviços, consumíveis e gerenciamento de recursos em todo o seu laboratório. Assim, seu laboratório pode melhorar a eficiência, otimizar as operações, aumentar o tempo de atividade dos instrumentos, desenvolver as habilidades dos usuários e muito mais.

Saiba mais sobre o Agilent CrossLab e veja exemplos de ideias para obtenção de ótimos resultados, no site www.agilent.com/crosslab

Saiba mais ou obtenha guias de pedidos adicionais acessando: www.agilent.com/chem/ordering-guides

Brasil

0800 7281405

chem_vendas@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Ásia e Pacífico

inquiry_lsca@agilent.com

DE17956593

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
Impresso nos EUA, 8 de janeiro de 2024
5994-7039PTBR