

Schnelle Analyse von Pestiziden in Tabak mit LC/MS/MS und GC/MS/MS



Beim Anbau, der Herstellung und Lagerung von Tabak werden in der Regel Pestizide eingesetzt, um Schädlinge, Bakterien und Pilze zu bekämpfen. Mit Blick auf die Auswirkungen von Pestiziden in Tabak auf die Umwelt und die Gesundheit besteht große Sorge. Aus diesem Grund müssen die analytischen Methoden zur Beurteilung der Sicherheit die von CORESTA vorgegebenen empfohlenen Rückstandswerte (Guidance Residue Level, GRL) berücksichtigen.¹

Tabak enthält viele verschiedene Inhaltsstoffe einschließlich Kohlenhydrate, Proteine, Fettsäuren, Wachse, Pigmente, Alkaloide und Nikotin. Aus diesem Grund erschwert die Matrix von Tabakproben die Multirückstands-Pestizidextraktion und die Matrixentfernung.

Zu den häufig verwendeten Methoden zur Probenvorbereitung gehören QuEChERS- und modifizierte QuEChERS-Extraktionen, gefolgt von einer Aufreinigung mittels dispersiver SPE. Agilent Captiva EMR-Kartuschen mit Carbon S ermöglichen die Aufreinigung im Durchlaufformat, was die Probenmatrixentfernung beschleunigt und effizienter macht. Captiva EMR-GPD-Kartuschen (für allgemeine, pigmentierte, trockene Proben) und EMR-LPD-Kartuschen (für leicht pigmentierte, trockene Proben) wurden speziell für komplexe, trockene Matrices entwickelt. Beide Kartuschen

enthalten die proprietären Sorbenzien Carbon S und Captiva EMR-Lipid von Agilent. Diese wurden mit einem PSA (primären, sekundären Amin) und C18 gemäß einer optimierten Formulierung fein abgestimmt.

Das Captiva EMR-Lipid Sorbens sorgt für eine hochselektive und effiziente Lipidentfernung und das PSA-Sorbens für eine effiziente Entfernung von Fettsäuren. Das Carbon S-Sorbens entfernt Pigmente effektiv und EC-C18 unterstützt die weitere hydrophobe Matrixaufreinigung. Die fein abgestimmte Formulierung wurde sorgfältig entwickelt und optimiert, um das beste Verhältnis zwischen Matrixentfernung und Zielsubstanzwiederfindung in komplexen, trockenen Matrices mit verschiedenen Pigmentkomponenten zu erzielen. Normalerweise wird Captiva EMR-GPD für allgemeine, pigmentierte, trockene Matrices empfohlen. Bei komplexen, botanischen, trockenen Matrices mit niedrigem Pigmentgehalt ist Captiva EMR-LPD die erste Wahl.

Die Matrix von Tabak zählt zu den leicht pigmentierten, trockenen Matrices. Daher eignet sich Captiva EMR-LPD für diese Matrix besser. Nach der herkömmlichen QuEChERS-Extraktion wurden Captiva EMR-LPD Kartuschen für eine Aufreinigung im Durchlaufformat verwendet (Abb. 1).²

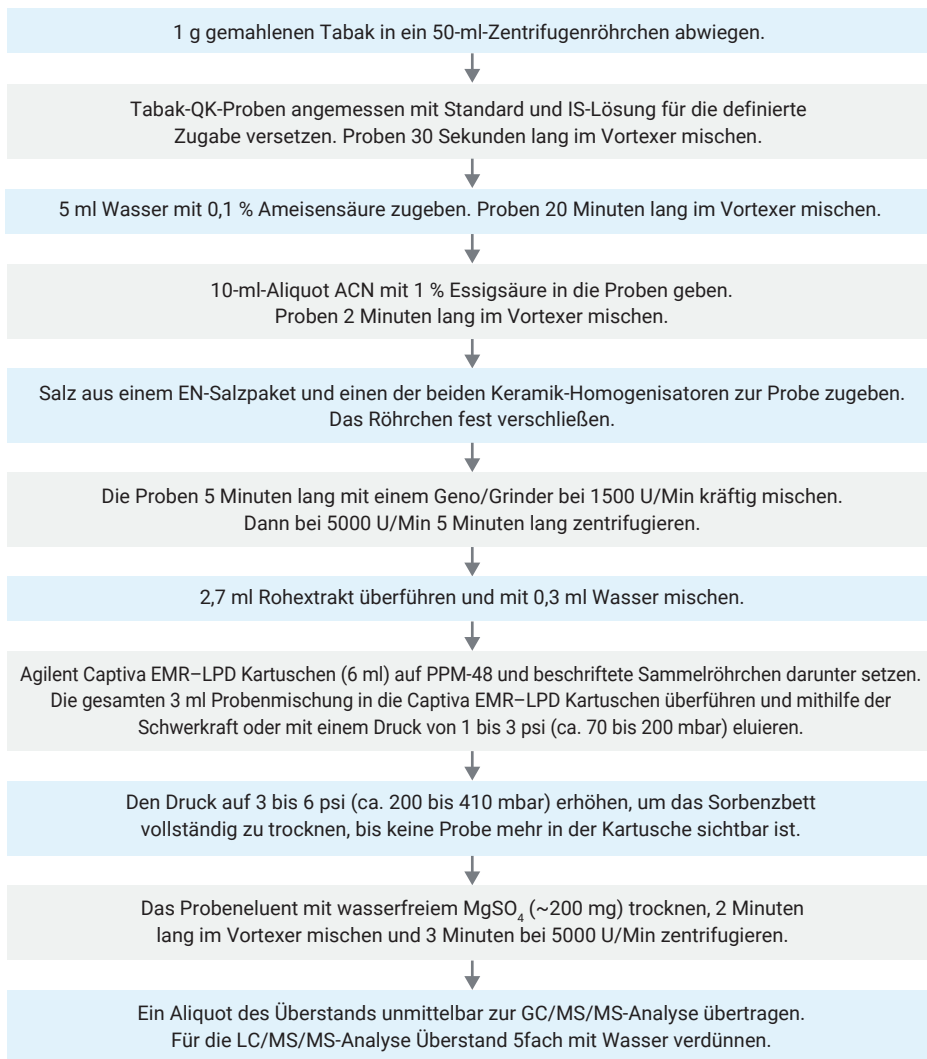


Abbildung 1: Verfahren zur Probenvorbereitung von Tabakproben mit Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC-Extraktion gefolgt von einer Aufreinigung im Durchlaufformat mit Agilent Captiva EMR-LPD.

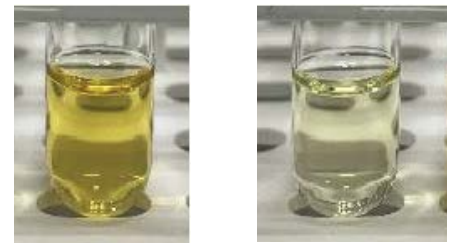


Abbildung 2: Tabakextrakt: keine Aufreinigung (links), nach der Aufreinigung mit Agilent Captiva EMR-LPD (rechts).

Tabelle 1: LC/MS/MS-Methodenbedingungen.

LC-Bedingungen			
Säulen	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18-Säule, 2,1 × 100 mm, 1,8 µm (Bestell-Nr. 959758-902) Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18-Säule, UHPLC, Vorsäule, 2,1 × 5 mm, 1,8 µm (Bestell-Nr. 821725-901)		
Flussrate	0,3 ml/Min		
Säulentemperatur	40 °C		
Injektionsvolumen	2 µl		
Mobile Phase	A: 10 mM Ammoniumformiat, 0,5 mM Ammoniumfluorid in Wasser, 0,125 % Ameisensäure (FA) B: 10 mM Ammoniumformiat, 0,5 mM Ammoniumfluorid in 95:5 ACN:Wasser, 0,125 % FA		
Nadelspülung	ACN:MeOH:IPA:Wasser 1:1:1:1, 0,2 % FA		
Gradient	Zeit (Min)	%B	Fluss (ml/Min)
	0,0	15	0,3
	6,0	95	0,3
	8,01	100	0,3
Stopzeit	10 Min		
Nachlaufzeit	2,3 Min		
MS-Bedingungen			
Ionisationsmodus	Elektrospray-Ionisierung (ESI)		
Gastemperatur	120 °C		
Gasfluss	20 l/Min		
Zerstäuber	40 psi		
Sheathgas-Heizung	225 °C		
Sheathgas-Fluss	11 l/Min		
Kapillarspannung	4500 V (positiv und negativ)		
Nozzle Voltage	0 V (sowohl positiv als auch negativ)		
iFunnel-Parameter	Hochdruck RF: 150 V (positiv), 90 V (negativ) Tiefdruck -RF: 60 V (positiv), 60 V (negativ)		
Polarität	Positiv und negativ, siehe Tabelle 4 von Referenz 1.		

Hinweis: Für GC/MS/MS muss das Probeneluent mit wasserfreiem MgSO₄-Pulver getrocknet werden. Dazu kann eine kleine Spatelspitze MgSO₄-Pulver (200 bis 300 mg) aus dem Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid Polish-Beutel verwendet werden.

In Tabelle 1 werden die LC/MS/MS-Bedingungen zusammengefasst. Hinweise zu Parametern für das zielgerichtete, dynamische Multiple Reaction Monitoring (dMRM) siehe die Application Note von Zhao.³

Tabelle 2: GC/MS/MS-Methodenbedingungen.

GC-Bedingungen	
Säulen	Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert GC-Säule, 15 m x 0,25 mm, 0,25 µm Filmdicke (zwei) (Bestell-Nr. 19091S-431UI-KEY)
Trägergas	Helium
Fluss von Säule 1	1,016 ml/Min
Fluss von Säule 2	1,216 ml/Min
Injektionsvolumen	1 µl, kalt, splitlos
Einlass-Liner	Agilent Ultra Inert 2-mm-Liner mit Verwirbelungszone (Bestell-Nr. 5190-2297)
MMI-Temperaturprogramm	0,1 Min 60 °C, 600 °C/Min bis 280 °C und halten
Ofentemperaturprogramm	1 Min 60 °C 40 °C/Min bis 170 °C 10 °C/Min bis 310 °C 2,25 Min halten
Analysendauer	20 Min
Backflush-Bedingungen	1,5 Min nach Lauf Ofentemperatur 310 °C Gesamtfluss nach Lauf 25 ml/Min
Übertragungsleitungs-temperatur	280 °C
Quelle	Agilent Inerte Extraktor-Ionenquelle mit 3-mm-Linse, 280 °C
Vakuumpumpe	Performance-Turbopumpe
Quadrupoltemperatur	150 °C
Temperatur der Quelle	280 °C
Datenüberwachung	Dynamischer MRM-Modus (dMRM)
Verstärkungsfaktor EM-Spannung	10
Solvent Delay	3 Min

In Tabelle 2 werden die GC/MS/MS-Bedingungen zusammengefasst. Parameter für das zielgerichtete dMRM sind in der Agilent MassHunter MRM-Datenbank für Pestizide und Umweltschadstoffe (Pesticides & Environmental Pollutant P&EP 4, Bestellnummer [G9250AA](#)) zu finden.

Literatur

1. CORESTA GUIDE No. 1, Agrochemical Guidance Residue Levels, 2021
2. Determination of Over 300 Pesticides in Tobacco Using Agilent Captiva EMR-LPD Passthrough Cleanup and LC/MS/MS and GC/MS/MS Detection [5994-5777EN](#)
3. Determination of Multiclass, Multiresidue Pesticides in Spring Leaf Mix Using Captiva EMR-HCF Passthrough Cleanup and LC/MS/MS [5994-4765EN](#)

Informationen für eine einfache Auswahl und Bestellung

Um die aufgeführten Artikel im Agilent Online Store zu bestellen, klicken Sie einfach auf die verlinkten Überschriften in „MeineListe“. Geben Sie dann die Stückzahl der gewünschten Artikel ein, wählen die Option „In den Warenkorb“ und gehen Sie zur Kasse. Ihre Liste bleibt unter „Produktfavoriten“ für Sie zur Verwendung bei künftigen Bestellungen erhalten. Diese Funktion ist nur in Regionen verfügbar, in denen E-Commerce möglich ist.

Wenn Sie „Produktfavoriten“ zum ersten Mal benutzen, 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.

MeineListe 1: Verbrauchsmaterialien für die Vorbereitung von Tabakproben auf die Pestizidanalyse

Beschreibung	Best.-Nr.
Extraktion	
Agilent Bond Elut QuEChERS-Extraktionskit, AOAC 2007.01, ohne Keramik-Homogenisatoren	5982-5755
Keramik-Homogenisatoren, 50-ml-Röhrchen, 100 St.*	5982-9313
Agilent Bond Elut QuEChERS-Extraktionskit, AOAC 2007.01, mit Keramik-Homogenisatoren	5982-5755CH
Aufreinigung	
Agilent Captiva EMR-LPD-Kartusche, 6 ml, 30 St.	5610-2092
Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid Polish-Beutel, 3,5 g wasserfreies MgSO ₄	5982-0102
Andere wichtige Verbrauchsmaterialien für die Probenvorbereitung	
Agilent Überdruckverteiler-Prozessor 48**	5191-4101
Zentrifugenröhrchen und Deckel, Polypropylen, 50 ml, 25 St.	5610-2049
Rack für 6-ml-SPE-Kartuschen für PPM-48**	5191-4104
Rack für 3-ml-SPE-Kartuschen für PPM-48**	5191-4103
Sammelrack für 16 x 100-mm-Röhrchen**	5191-4108

*Werden nur benötigt, wenn Extraktionskits ohne Keramik-Homogenisatoren verwendet werden.

**Einmalige Anschaffung.

MeineListe 2: LC/MS/MS-Säulen und Verbrauchsmaterialien für die Analyse von trockenen Gewürzen und Tabak auf Pestizide

Beschreibung	Best.-Nr.
Standards*	
Gebrauchsfertige Standardmischung von 254 Verbindungen, 8 x 1 ml, je 100 µg/ml	5190-0551
HPLC-Säulen	
Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18-Säule, 95 Å, 2,1 x 100 mm, 1,8 µm, Drucklimit 1200 bar	959758-902
Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18-Säule, UHPLC, Vorsäule, 2,1 x 5 mm, 1,8 µm	821725-901
HPLC-Verbrauchsmaterialien	
Agilent 1290 Infinity Inline-Filter, 0,3 µm	5067-6189

Beschreibung	Best.-Nr.
InfinityLab Quick Connect-Einheit, 0,12 x 105 mm, für Anschluss am Einlass von UHPLC-Säulen	5067-5957
InfinityLab Quick Connect-Einheit, 0,17 x 105 mm, für Anschluss am Einlass von HPLC-Säulen	5067-6166
InfinityLab Quick Turn Fitting, für Säulenauslass	5067-5966
Quick Turn Kapillare, 0,12 x 280 mm, zur Verbindung von Säule zum Detektor	5500-1191
Kit aus Stay Safe Verschlusskappe GL45, mit 4 Anschlüssen und Abfallbehälter, 6 l	5043-1221
Aktivkohlefilter mit Zeitstreifen für den Abfallbehälter	5043-1193
Lösemittelinlassfilter, Edelstahl, Porengröße 10 µm	01018-60025
Lösemittel und Reagenzien	
InfinityLab Ultrapure LC/MS Acetonitril	5191-4496
InfinityLab Ultrapure LC/MS Methanol	5191-4497
InfinityLab Ultrapure LC/MS Wasser	5191-4498
MS-Lösung, Ameisensäure, Reinheit 99,5 %, 10 ml**	US-700002341
Ammoniumformiat-Lösung, 5 M	G1946-85021
Lösemittelfiltrationseinheit***	
InfinityLab Lösemittelfiltrationseinheit, enthält Glasrichter, 250 ml, Glas-Membranhalterbasis, Glaskolben, 1 l, und Aluminiumklammer	5191-6776
Regenerierte Zellulose-Filtermembran, 47 mm, 0,20 µm, 100 St.	5191-4340

Probenflaschen und Verschlüsse	
Agilent A-Line zertifizierte braune (Schraubverschluss-) Probenflaschen; 100 St.	5190-9590
Agilent deaktivierte Probenflascheneinsätze; 400 µl, 500 St.	5183-2086
Agilent Schraubverschlüsse, PTFE/Silikon/PTFE-Septen, Deckelgröße: 12 mm; 100 St.	5190-7024

*Erkundigen Sie sich bei Agilent nach kundenspezifischen, vorgemischten Pestizid-Standards.

**Nicht im Online-Handel erhältlich. Bestellinformationen erhalten Sie von Ihrer Agilent Vertretung vor Ort.

***Empfohlen, wenn Lösemittel verwendet werden, die nicht in dieser Tabelle aufgeführt werden.

MeineListe 3: GC/MS/MS-Säulen und Verbrauchsmaterialien für die Analyse von trockenen Gewürzen und Tabak auf Pestizide

Beschreibung	Best.-Nr.
GC-Säulen	
Agilent HP-5ms UI, 15 m x 0,25 mm, Filmdicke 0,25 µm (zwei)	19091S-431 UI-KEY
GC-Verbrauchsmaterialien	
Agilent Ultra Inert 2 mm Liner mit Verwirbelungszone	5190-2297
Agilent Blue Line konische 10-µl-Kolbenspritze mit PTFE-Spitze	G4513-80203
Agilent Advanced Green, nicht klebend, Septum 11 mm	5183-4759
Säulenmutter, mit Kragen, selbstsichernd, Einlass/Detektor	G3440-81011
Säulenmutter, mit Kragen, selbstsichernd, MSD	G3440-81013
Flexible Metall-Ferrule, vergoldet, ID 0,4 mm, für Fused Silica-Kapillaren mit ID 0,1 bis 0,25 mm, 10 St.	G2855-28501
MS-Verbrauchsmaterialien	
HES-Filament für Agilent 7010 Triple Quadrupol-GC/MS	G7002-60001
Extraktorlinse, 3 mm	G7000-20444
Probenflaschen und Verschlüsse	
Agilent A-Line zertifizierte braune (Schraubverschluss-) Probenflaschen; 100 St.	5190-9590
Agilent deaktivierte Probenflascheneinsätze; 250 µl, 100 St.	5181-8872
Agilent Schraubverschlüsse, PTFE/Silikon/PTFE-Septen, Deckelgröße: 12 mm; 100 St.	5190-7024

Hinweis: Die MRM-Datenbank für Pestizide und Umweltschadstoffe umfasst über 1100 Pestizide und Umweltschadstoffe in mehreren Verbindungsklassen für eine einfache und schnelle Konfiguration von GC/MS/MS-Analysen. Erkundigen Sie sich bei der zuständige Niederlassung vor Ort nach der Bestellnummer G9250AA.

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

Mehr erfahren oder weitere Bestellinformationen siehe: www.agilent.com/chem/ordering-guides

Hier finden Sie Ihr Agilent Kundeninformationszentrum in Ihrem Land:

www.agilent.com/chem/contactus

Deutschland

0800-603 1000

CustomerCare_Germany@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asien und Pazifik

inquiry_lsca@agilent.com