

Análisis rápido de pesticidas en tabaco mediante LC/MS/MS y GC/MS/MS



Las prácticas agrícolas de cultivo, producción y almacenamiento de tabaco suelen conllevar la aplicación de pesticidas para el control de plagas, bacterias y hongos. La gran preocupación por el impacto medioambiental y sanitario de los pesticidas en el tabaco hace que los métodos analíticos para la evaluación de la seguridad deban cumplir los niveles orientativos de residuos (GRL) regulados por CORESTA.¹

El tabaco contiene una gran variedad de componentes, como hidratos de carbono, proteínas, ácidos grasos, ceras, pigmentos, alcaloides y nicotina, lo que lo convierte en una matriz difícil para la extracción de pesticidas multiresiduales y la eliminación de matrices.

Los métodos habituales de preparación de muestras suelen implicar el uso de extracción QuEChERS o QuEChERS modificada, seguida de purificación SPE dispersiva. Los cartuchos Agilent Captiva EMR con carbono S aplican la metodología de limpieza de paso para una eliminación rápida y eficiente de la matriz de la muestra. Los cartuchos Captiva EMR General Pigmented Dry (EMR-GPD) y EMR Low Pigmented Dry (EMR-LPD) están específicamente diseñados para matrices complejas secas. Ambos cartuchos contienen

los sorbentes patentados por Agilent carbono S y Captiva EMR-Lipid, mezclados con amina primaria-secundaria (PSA) y C18 en una formulación optimizada.

El sorbente Captiva EMR-Lipid consigue una eliminación de lípidos muy selectiva y eficiente, mientras que el sorbente PSA elimina con eficacia los ácidos grasos. El sorbente carbono S elimina eficazmente los pigmentos y EC-C18 consigue una mayor limpieza de las matrices hidrófobas. La fórmula mezclada se desarrolló y optimizó minuciosamente para ofrecer el mejor equilibrio entre la eliminación de la matriz y recuperación de la diana para matrices complejas secas con diferentes niveles de componentes pigmentarios. Para matrices pigmentadas secas en general, se suele recomendar el cartucho Captiva EMR-GPD, mientras que para matrices secas botánicas complejas poco pigmentadas, es mejor Captiva EMR-LPD.

El tabaco se considera una matriz seca ligeramente pigmentada, por lo que es más adecuado utilizar Captiva EMR-LPD. Tras la extracción tradicional QuEChERS, se utilizaron cartuchos Captiva EMR-LPD para la limpieza de paso (Figura 1).²

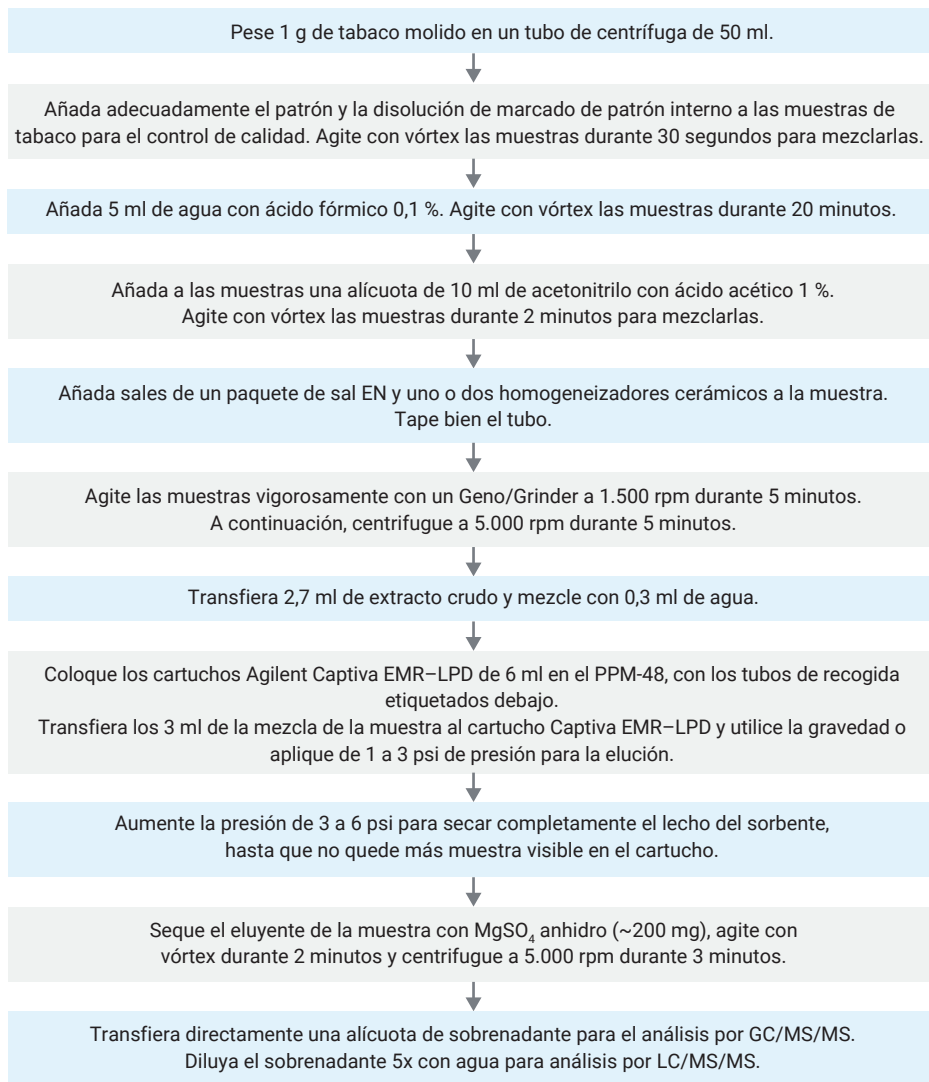


Figura 1. Procedimiento para la preparación de muestras de tabaco mediante extracción Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC seguida de limpieza de paso con Agilent Captiva EMR-LPD.



Figura 2. Extracto de tabaco: sin limpieza (izquierda), después de limpieza con Agilent Captiva EMR-LPD (derecha).

Tabla 1. Condiciones del método de LC/ MS/MS.

Condiciones del sistema de LC			
Columnas	Columna Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 2,1 × 100 mm, 1,8 µm (ref. 959758-902) Columna Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, precolumna para UHPLC, 2,1 × 5 mm, 1,8 µm (ref. 821725-901)		
Flujo	0,3 ml/min		
Temperatura de la columna	40 °C		
Volumen de inyección	2 µl		
Fase móvil	A: Formiato de amonio 10 mm, fluoruro de amonio en agua 0,5 mm, ácido fórmico (AF) 0,125 % B: Formiato de amonio 10 mm, fluoruro de amonio 0,5 mm en acetonitrilo:agua 95:5, AF 0,125 %		
Lavado de la aguja	ACN:MeOH:IPA agua, 1:1:1:1 con AF al 0,2 %		
Gradiente	Tiempo (min)	% B	Flujo (ml/min)
	0,0	15	0,3
	6,0	95	0,3
	8,01	100	0,3
Tiempo de parada	10 min		
Tiempo posterior	2,3 min		
Condiciones del MS			
Modo de ionización	Ionización por electrospray (ESI)		
Temperatura del gas	120 °C		
Flujo de gas	20 l/min		
Nebulizador	40 psi		
Calentador del gas de impulsión	225 °C		
Flujo de gas de focalización	11 l/min		
Voltaje del capilar	4.500 V (positiva y negativa)		
Tensión de la boquilla	0 V (positiva y negativa)		
Parámetros de iFunnel	RF de alta presión: 150 V (positiva), 90 V (negativa) RF de baja presión: 60 V (positiva), 60 V (negativa)		
Polaridad	Positiva y negativa, consultar la Tabla 4 de la referencia 3.		

Nota: En GC/MS/MS, el eluyente de la muestra tiene que secarse utilizando polvo de MgSO₄ anhidro. Puede utilizar una pequeña espátula de polvo de MgSO₄ anhidro (de 200 a 300 mg) de la bolsa de pulido Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid.

En la Tabla 1 se enumeran las condiciones del LC/MS/MS. Para conocer los parámetros de la monitorización de reacciones múltiples dinámica (dMRM), consulte la nota de aplicación de Zhao.³

Tabla 2. Condiciones del método de GC/MS/MS.

Condiciones del sistema de GC	
Columnas	Columna para GC Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m x 0,25 mm, espesor de película de 0,25 µm (dos) (ref. 19091S-431UI-KEY)
Gas portador	Helio
Flujo de la columna 1	1,016 ml/min
Flujo de la columna 2	1,216 ml/min
Volumen de inyección	1 µl, splitless en frío
Liner de inyector	Liner Agilent Ultra Inert 2 mm biselado (ref. 5190-2297)
Programa de temperatura del inyector multimodal	60 °C durante 0,1 min, 600 °C/min hasta 280 °C y mantener
Programa de temperatura del horno	60 °C durante 1 min 40 °C/min hasta 170 °C 10 °C/min hasta 310 °C Mantener durante 2,25 min
Tiempo de análisis	20 min
Condiciones de retroflujo	Tiempo posterior al análisis de 1,5 min Temperatura del horno de 310 °C Flujo total posterior al análisis de 25 ml/min
Temperatura de la línea de transferencia	280 °C
Fuente	Fuente extractora inerte de Agilent con lente de 3 mm, 280 °C
Bomba de vacío	Turbo de alto rendimiento
Temperatura del cuadrupolo	150 °C
Temperatura de la fuente	280 °C
Monitorización de datos	Modo MRM dinámica (dMRM)
Factor de ganancia de tensión del EM	10
Retardo del disolvente	3 min

En la Tabla 2 se enumeran las condiciones del GC/MS/MS. Para los parámetros objetivo de la dMRM, consulte la base de datos Agilent MassHunter de MRM de pesticidas y contaminantes medioambientales (P&EP 4, número de referencia G9250AA).

Referencias

1. GUÍA CORESTA N.º 1, Niveles orientativos de residuos de productos agroquímicos, 2021
2. Determinación de más de 300 plaguicidas en tabaco mediante limpieza de paso con Agilent Captiva EMR-LPD y detección por LC/MS/MS y GC/MS/MS [5994-5777EN](#)
3. Determinación de distintos plaguicidas multiresiduales en mezclas de hojas de primavera utilizando Captiva EMR-HCF y LC/MS/MS [5994-4765EN](#)

Selección sencilla e información para pedidos

Para pedir los artículos de la lista en la tienda en línea de Agilent, solo tiene que hacer clic en los enlaces de la cabecera de Mi Lista. A continuación, introduzca las cantidades que necesita de cada producto, haga clic en Añadir a la cesta y proceda al pago. Su lista permanecerá guardada en Productos favoritos para que pueda usarla en futuros pedidos. Esta función solo es válida en las regiones que tengan habilitado el comercio electrónico.

Si es la primera vez que utiliza Productos favoritos, se le pedirá que introduzca su dirección de correo electrónico para verificar la cuenta. Si ya tiene cuenta de Agilent, podrá iniciar sesión. En cambio, si no tiene una cuenta registrada de Agilent, deberá registrarse para hacerse una. Todos los artículos se pueden pedir también a través de sus canales habituales de venta y distribución.

Mi lista 1: Consumibles de preparación de muestras para el análisis de pesticidas en el tabaco

Descripción	Referencia
Extracción	
Kit de extracción Agilent Bond Elut QuEChERS, AOAC 2007.01, sin homogeneizadores cerámicos	5982-5755
Homogeneizadores cerámicos para tubos de 50 ml, 100/paq.*	5982-9313
Kit de extracción Agilent Bond Elut QuEChERS, AOAC 2007.01, con homogeneizadores cerámicos	5982-5755CH
Limpieza	
Cartucho Agilent Captiva EMR-LPD, 6 ml, 30/paq.	5610-2092
Bolsa de pulido Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid, 3,5 g MgSO ₄ anhidro	5982-0102
Otros consumibles fundamentales para la preparación de muestras	
Procesador 48 para colector de presión positiva de Agilent**	5191-4101
Tubos de centrifuga y tapones, polipropileno, 50 ml, 25/paq.	5610-2049
Gradilla de cartuchos SPE de 6 ml para PPM-48**	5191-4104
Gradilla de cartuchos SPE de 3 ml para PPM-48**	5191-4103
Gradilla de recogida para tubos de ensayo de 16 x 100 mm**	5191-4108

*Solo se necesita cuando se utilizan kits de extracción sin homogeneizadores cerámicos.
**Compra única.

Mi lista 2: Columnas para LC/MS/MS y consumibles para el análisis de pesticidas en especias secas y tabaco

Descripción	Referencia
Patrones*	
Mezcla de patrones de 254 compuestos lista para usar, 8 x 1 ml, 100 µg/ml cada uno	5190-0551
Columnas para HPLC	
Columna Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 95Å, 2,1 x 100 mm, 1,8 µm, límite de presión de 1.200 bar	959758-902
Columna Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, precolumna para UHPLC, 2,1 x 5 mm, 1,8 µm	821725-901
Consumibles para HPLC	
Filtro en línea Agilent 1290 Infinity 0,3 µm	5067-6189
Conjunto de conexión rápida InfinityLab, 0,12 x 105 mm, para conexión del inyector de la columna en UHPLC	5067-5957

Descripción	Referencia
Conjunto de conexión rápida InfinityLab, 0,17 x 105 mm, para conexión del inyector de la columna en HPLC	5067-6166
Conector de giro rápido InfinityLab, para salida de la columna	5067-5966
Capilar de giro rápido, 0,12 x 280 mm, para la conexión de la columna al detector	5500-1191
Kit de tapón de residuos Stay Safe GL45 con 4 puertos y depósito de residuos de 6 l	5043-1221
Filtro de carbón con etiqueta indicadora de tiempo para el depósito de residuos	5043-1193
Filtro de entrada de disolvente de acero inoxidable, tamaño del poro de 10 µm	01018-60025
Disolventes y reactivos	
Acetonitrilo ultrapuro para LC/MS InfinityLab	5191-4496
Metanol ultrapuro para LC/MS InfinityLab	5191-4497
Agua ultrapura para LC/MS InfinityLab	5191-4498
Disolución para MS, ácido fórmico, pureza del 99,5 %, 10 ml**	US-700002341
Disolución de formiato de amonio 5M	G1946-85021
Conjunto de filtración de disolvente***	
El conjunto de filtración de disolvente InfinityLab incluye embudo de vidrio, 250 ml, base de vidrio de soporte de membrana, matraz de vidrio, 1 l, y abrazadera de aluminio	5191-6776
Membrana filtrante de celulosa regenerada de 47 mm, 0,20 µm, 100/paq.	5191-4340
Viales y tapones	
Viales ámbar Agilent A-Line certificados con tapón de rosca, 100/paq.	5190-9590
Insertos de viales desactivados Agilent, 400 µl, 500/paq.	5183-2086
Tapones de rosca Agilent, séptum de PTFE/silicona/PTFE, tamaño de tapón: 12 mm, 100/paq.	5190-7024

*Póngase en contacto con Agilent para solicitar patrones de pesticidas premezclados personalizados.

**No se encuentra disponible para la venta en línea. Contacte con su representante local de Agilent para obtener la información necesaria para poder hacer un pedido.

***Recomendado si se utilizan disolventes distintos de los enumerados en esta tabla.

Mi lista 3: Columnas para GC/MS/MS y consumibles para el análisis de pesticidas en especias secas y tabaco

Descripción	Referencia
Columnas para GC	
Agilent HP-5ms Ultra Inert, 15 m x 0,25 mm, espesor de película de 0,25 µm (dos)	19091S-431 UI-KEY
Consumibles para GC	
Liner biselado de 2 mm Agilent Ultra Inert	5190-2297
Jeringa cónica con émbolo de 10 µl con punta de PTFE Agilent Blue Line	G4513-80203
Verdes avanzados Agilent, antiadherentes, séptum de 11 mm	5183-4759
Tuerca para columna, con collarín, de autoapriete, inyector/detector	G3440-81011
Tuerca para columna, con collarín, de autoapriete, MSD	G3440-81013
Férrula metálica flexible, recubierta de oro, 0,4 mm de d.i., para capilar de sílice fundida de 0,1 a 0,25 mm de d.i., 10/paq.	G2855-28501
Consumibles para MS	
Filamento HES para el sistema GC/MS 7010 de triple cuadrupolo	G7002-60001
Lente de extracción, 3 mm	G7000-20444
Viales y tapones	
Viales ámbar Agilent A-Line certificados con tapón de rosca, 100/paq.	5190-9590
Insertos de viales desactivados Agilent, 250 µl, 100/paq.	5181-8872
Tapones de rosca Agilent, séptum de PTFE/silicona/PTFE, tamaño de tapón: 12 mm, 100/paq.	5190-7024

Nota: La base de datos MRM de pesticidas y contaminantes medioambientales incluye más de 1.100 pesticidas y contaminantes medioambientales que representan diversas clases de compuestos para una configuración sencilla y rápida del análisis por GC/MS/MS. Pregunte a su representante local por el número de referencia G9250AA.

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 actividad de los instrumentos, desarrollar las habilidades de los usuarios y mucho más.

Obtenga más información sobre Agilent CrossLab y vea ejemplos de soluciones que conducen a grandes resultados en

www.agilent.com/crosslab

Para obtener más orientaciones para los pedidos, visite:

www.agilent.com/chem/ordering-guides

Encuentre un centro de atención al cliente de Agilent en su país:

www.agilent.com/chem/contactus

España

901 11 68 90

customercare_spain@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asia-Pacífico

inquiry_lsca@agilent.com