

## Analyse rapide des pesticides dans le tabac par LC/MS/MS et GC/MS/MS



Les pratiques agricoles en matière de culture, de production et de conservation du tabac impliquent généralement l'application de pesticides pour lutter contre les nuisibles, les bactéries et les champignons. Du fait des fortes préoccupations suscitées par les conséquences environnementales et sanitaires des pesticides utilisés dans le tabac, les méthodes analytiques d'évaluation de la sécurité doivent respecter les teneurs en résidus indicatives (GRL) fixées par le CORESTA<sup>1</sup>.

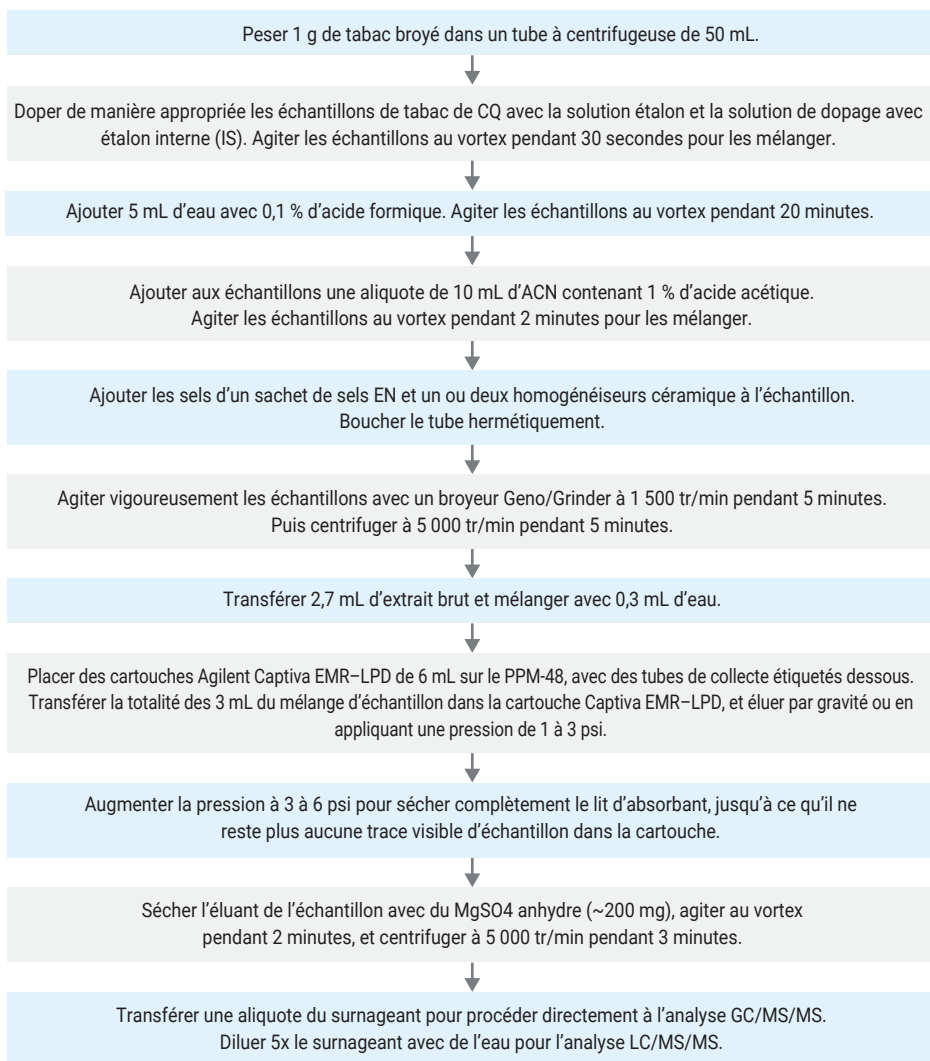
Le tabac contient un vaste éventail de constituants, notamment des glucides, des protéines, des acides gras, des cires, des pigments, des alcaloïdes et de la nicotine, ce qui en fait une matrice complexe à gérer lors de l'extraction multirésidu des pesticides et de l'élimination de la matrice.

Les méthodes de préparation d'échantillons consistent habituellement en une extraction QuEChERS ou en une extraction QuEChERS modifiée, suivie d'un traitement de purification par SPE dispersive. Les cartouches Agilent Captiva EMR au Carbon S reposent sur une méthodologie de traitement par filtration assurant une élimination rapide et efficace de la matrice des échantillons. Les cartouches Captiva EMR General Pigmented Dry (EMR-GPD) et EMR Low Pigmented Dry (EMR-LPD) sont spécifiquement destinées aux matrices sèches

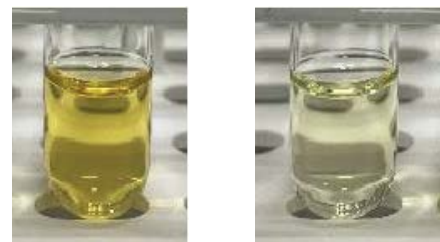
complexes. Ces deux cartouches contiennent du Carbon S et le produit Captiva EMR-Lipid, deux absorbants exclusifs, mélangés à une amine primaire secondaire (PSA) et une chaîne en C18 dans une formule optimisée.

L'absorbant Captiva EMR-Lipid assure une élimination des lipides extrêmement sélective et efficace, tandis que le PSA retire efficacement les acides gras. L'absorbant Carbon S élimine efficacement les pigments, et l'EC-C18 applique un traitement complémentaire hydrophobe à la matrice. Le mélange a été développé et optimisé avec soin de façon à offrir le meilleur compromis entre élimination de la matrice et recouvrement des analytes cibles dans les matrices sèches complexes avec différentes concentrations de composants pigmentés. Captiva EMR-GPD est habituellement recommandé pour les matrices sèches pigmentées en général, tandis que Captiva EMR-LPD est conseillé pour les matrices sèches botaniques complexes faiblement pigmentées.

Le tabac étant considéré comme une matrice sèche faiblement pigmentée, Captiva EMR-LPD est la solution la plus adaptée pour cette matrice. Après l'extraction QuEChERS traditionnelle, des cartouches Captiva EMR-LPD ont été appliquées pour procéder à un traitement par filtration (figure 1)<sup>2</sup>.



**Figure 1.** Procédure de préparation appliquée aux échantillons de tabac impliquant une extraction AOAC avec un kit Agilent Bond Elut QuEChERS puis un traitement par filtration sur Agilent Captiva EMR-LPD.



**Figure 2.** Extrait de tabac : sans traitement (à gauche), et après traitement avec Agilent Captiva EMR-LPD (à droite).

**Tableau 1.** Paramètres de la méthode de LC/MS/MS.

Paramètres de LC			
Colonnes	Colonne Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 2,1 × 100 mm, 1,8 µm (réf. 959758-902) Colonne Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, colonne de garde UHPLC, 2,1 × 5 mm, 1,8 µm (réf. 821725-901)		
Débit	0,3 mL/min		
Température de colonne	40 °C		
Volume d'injection	2 µL		
Phase mobile	A : formiate d'ammonium 10 mm, fluorure d'ammonium 0,5 mm dans de l'eau, 0,125 % d'acide formique (AF) B : formiate d'ammonium 10 mm, fluorure d'ammonium 0,5 mm dans un mélange ACN/eau 95/5, 0,125 % d'AF		
Rinçage de l'aiguille	ACN/MeOH/IPA/eau 1/1/1/1, 0,2 % d'AF		
Gradient	<b>Temps (min)</b>	<b>% de B</b>	<b>Débit (mL/min)</b>
	0,0	15	0,3
	6,0	95	0,3
	8,01	100	0,3
Fin d'analyse	10 min		
Durée postanalyse	2,3 min		
Paramètres MS			
Mode d'ionisation	Ionisation électrospray (ESI)		
Température du gaz	120 °C		
Débit du gaz	20 L/min		
Nébuliseur	40 psi		
Chauffage pour gaz de gainage	225 °C		
Débit de gaz de gainage	11 L/min		
Tension capillaire	4 500 V (positive et négative)		
Tension de la buse	0 V (positive et négative)		
Paramètres iFunnel	RF haute pression : 150 V (positive), 90 V (négative) RF basse pression : 60 V (positive), 60 V (négative)		
Polarité	Positive et négative, se référer au tableau 4 de la référence 1.		

**Remarque :** Pour la GC/MS/MS, l'éluant de l'échantillon doit être séché avec de la poudre de MgSO<sub>4</sub> anhydre. Vous pouvez utiliser une petite spatule de poudre de MgSO<sub>4</sub> anhydre (200 à 300 mg) provenant du sachet de finition Agilent Bond Elut QuEChERS EMR–Lipid (amélioration de la matrice lipidique).

Le tableau 1 récapitule les paramètres de LC/MS/MS. Pour connaître les paramètres dMRM (« multiple reaction monitoring » dynamique) cibles, veuillez consulter la note d'application de Zhao<sup>3</sup>.

**Tableau 2.** Paramètres de la méthode de GC/MS/MS.

Paramètres de GC	
Colonnes	Colonne de GC Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m × 0,25 mm, épaisseur de film 0,25 µm (deux) (réf. 19091S-431UI-KEY)
Gaz vecteur	Hélium
Débit de la colonne 1	1,016 mL/min
Débit de la colonne 2	1,216 mL/min
Volume d'injection	1 µL splitless à froid
Insert d'injection	Insert Agilent Ultra Inert de 2 mm, à encoches (réf. 5190-2297)
Programme de température du MMI	60 °C pendant 0,1 min ; 600 °C/min jusqu'à 280 °C ; palier
Programme de température du four	60 °C pendant 1 min, montée à 40 °C/min jusqu'à 170 °C, montée à 10 °C/min jusqu'à 310 °C, palier de 2,25 min
Temps d'analyse	20 min
Paramètres de rétrobalayage	Temps postanalyse 1,5 min température du four 310 °C débit total postanalyse 25 mL/min
Température de la ligne de transfert	280 °C
Source	Source d'ions inerte avec extracteur Agilent et lentille de 3 mm, 280 °C
Pompe à vide	turbo Performance
Température du quadripôle	150 °C
Température de la source	280 °C
Suivi des données	Mode MRM dynamique (dMRM)
Facteur de gain de tension d'EM	10
Délai du solvant	3 min

Le tableau 2 récapitule les paramètres de GC/MS/MS. Pour connaître les paramètres dMRM cibles, veuillez consulter la base de données MRM Agilent MassHunter de pesticides et de polluants environnementaux (P&EP 4, référence [G9250AA](#)).

## Références

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](#)

## Aide pour sélectionner facilement vos produits et informations pour commander

Pour commander sur la boutique en ligne d'Agilent les produits listés, il vous suffit de cliquer sur les liens d'en-tête « MaListe ». Indiquez ensuite les quantités de produit dont vous avez besoin, cliquez sur Ajouter au panier, puis procédez au paiement. Votre liste sera disponible dans la rubrique Produits favoris pour faciliter vos futures commandes. Cette fonctionnalité n'est valide que dans les régions où le commerce en ligne est disponible.

Si vous utilisez la rubrique Produits favoris pour la première fois, vous serez invité(e) à saisir votre adresse e-mail pour vérifier votre compte. Si vous possédez déjà un compte Agilent, vous pourrez vous y connecter. Toutefois, si vous n'en avez pas, vous devrez vous inscrire pour en créer un. Tous ces produits peuvent aussi être commandés auprès de vos canaux de vente et de distribution habituels.

### MaListe 1 : Consommables de préparation d'échantillons pour l'analyse de pesticides dans le tabac

Description	Référence
<b>Extraction</b>	
Kit d'extraction Agilent Bond Elut QuEChERS, méthode AOAC 2007.01, sans homogénéiseurs céramique	5982-5755
Homogénéiseurs céramique, pour tube de 50 mL, 100/pqt*	5982-9313
Kit d'extraction Agilent Bond Elut QuEChERS, méthode AOAC 2007.01, avec homogénéiseurs céramique	5982-5755CH
<b>Traitement</b>	
Cartouche Agilent Captiva EMR-LPD, 6 mL, 30/pqt	5610-2092
Sachet de finition Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid (amélioration de la matrice lipidique), 3,5 g de MgSO <sub>4</sub> anhydre	5982-0102
<b>Autres consommables essentiels pour la préparation d'échantillons</b>	
Processeur d'échantillons à collecteur à pression positive 48 positions Agilent**	5191-4101
Tube à centrifugeuse et bouchon, polypropylène, 50 mL, 25/pqt	5610-2049
Portoir à cartouches SPE de 6 mL pour PPM-48**	5191-4104
Portoir à cartouches SPE de 3 mL pour PPM-48**	5191-4103
Portoir de collecte pour tubes de 16 x 100 mm**	5191-4108

\* Uniquement nécessaires en cas d'utilisation de kits d'extraction sans homogénéiseurs céramique.

\*\* Achat ponctuel.

### MaListe 2 : Colonnes et consommables de LC/MS/MS pour l'analyse des pesticides dans les épices sèches et le tabac

Description	Référence
<b>Étalons*</b>	
Mélange étalon de 254 composés prêt à l'emploi, 8 x 1 mL, 100 µg/mL de chaque	5190-0551
<b>Colonnes de HPLC</b>	
Colonne Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 95 Å, 2,1 x 100 mm, 1,8 µm, limite de pression de 1 200 bar	959758-902
Colonne Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, colonne de garde UHPLC, 2,1 x 5 mm, 1,8 µm	821725-901
<b>Consommables pour HPLC</b>	
Filtre en ligne pour Agilent 1290 Infinity, 0,3 µm	5067-6189

Description	Référence
Ensemble raccord rapide Quick Connect InfinityLab, 0,12 x 105 mm, pour raccord d'injecteur de colonne sur UHPLC	5067-5957
Ensemble raccord rapide Quick Connect InfinityLab, 0,17 x 105 mm, pour raccord de tête de colonne sur HPLC	5067-6166
Raccord rapide Quick Turn InfinityLab, pour sortie de colonne	5067-5966
Capillaire Quick Turn, 0,12 x 280 mm, pour le raccord de la colonne au détecteur	5500-1191
Kit de bouchon à déchets Stay Safe GL45 avec 4 ports et bidon de collecte de déchets de 6 L	5043-1221
Filtre à charbon avec indicateur de date pour récipient à déchets	5043-1193
Filtre d'entrée de solvant en inox, diamètre de pore de 10 µm	01018-60025
<b>Solvants et réactifs</b>	
Acétonitrile ultrapur pour LC/MS InfinityLab	5191-4496
Méthanol ultrapur pour LC/MS InfinityLab	5191-4497
Eau ultrapure pour LC/MS InfinityLab	5191-4498
Solution MS, acide formique, 99,5 % de pureté, 10 mL**	US-700002341
Solution de formiate d'ammonium 5 M	G1946-85021
<b>Ensemble de filtration de solvant***</b>	
Ensemble de filtration de solvants InfinityLab, comprenant entonnoir en verre, 250 mL, support de membrane en verre, fiole en verre, 1 L, et pince en aluminium	5191-6776
Filtre-membrane en cellulose régénérée, 47 mm, 0,20 µm, 100/pqt	5191-4340
<b>Capsules et flacons</b>	
Flacons ambrés à visser Agilent A-line, certifiés, 100/pqt	5190-9590
Inserts de flacons désactivés Agilent, 400 µL, 500/pqt	5183-2086
Capsules à visser Agilent, septa en PTFE/silicone/PTFE, taille de capsule : 12 mm, 100/pqt	5190-7024

\* Veuillez contacter Agilent si vous avez besoin d'étalons de pesticides prémélangés personnalisés.

\*\* Non disponible à la vente en ligne. Pour obtenir des informations pour commander, contactez un représentant Agilent local.

\*\*\* Recommandé si vous utilisez des solvants autres que ceux indiqués dans ce tableau.

### MaListe 3 : Colonnes et consommables de GC/MS/MS pour l'analyse des pesticides dans les épices sèches et le tabac

Description	Référence
<b>Colonnes de GC</b>	
Agilent HP-5ms UI, 15 m x 0,25 mm, film de 0,25 µm d'épaisseur (deux)	19091S-431 UI-KEY
<b>Consommables pour la GC</b>	
Insert Agilent Ultra Inert de 2 mm, à encoches	5190-2297
Gamme bleue Agilent, 10 µL, seringue à piston avec embout conique en PTFE	G4513-80203
Agilent Advanced Green, antiadhérent, septum de 11 mm	5183-4759
Écrou de colonne, à collier, autoserrant, injecteur/détecteur	G3440-81011
Écrou de colonne, à collier, autoserrant, MSD	G3440-81013
Ferrule métallique flexible, plaquée or, d.i. 0,4 mm, pour colonne silice fondue de 0,1 à 0,25 mm de d.i., 10/pqt	G2855-28501
<b>Consommables pour MS</b>	
Filament HES pour GC/MS triple quadripôle Agilent 7010	G7002-60001
Lentille d'extracteur, 3 mm	G7000-20444
<b>Capsules et flacons</b>	
Flacons ambrés à visser Agilent A-line, certifiés, 100/pqt	5190-9590
Inserts de flacons désactivés Agilent, 250 µL, 100/pqt	5181-8872
Capsules à visser Agilent, septa en PTFE/silicone/PTFE, taille de capsule : 12 mm, 100/pqt	5190-7024

**Remarque :** La base de données MRM de pesticides et de polluants environnementaux comprend plus de 1 100 pesticides et polluants environnementaux représentant de multiples classes de composés, pour paramétrer rapidement et facilement votre analyse par GC/MS/MS. Pour la référence G9250AA, demandez à votre représentant local.

## Agilent CrossLab : Une expertise réelle pour des résultats concrets

Agilent CrossLab va bien au-delà de l'instrumentation pour vous proposer des services, des consommables et une gestion des ressources à l'échelle du laboratoire, afin que vous puissiez améliorer l'efficacité, optimiser le fonctionnement, augmenter la disponibilité des instruments, développer les compétences des utilisateurs, et plus encore.

Pour en savoir plus sur Agilent CrossLab et voir des exemples d'excellents résultats obtenus grâce aux conseils de nos experts, rendez-vous sur :

[www.agilent.com/crosslab](http://www.agilent.com/crosslab)

Pour en savoir plus ou trouver d'autres guides de références, rendez-vous sur :

[www.agilent.com/chem/ordering-guides](http://www.agilent.com/chem/ordering-guides)

Pour trouver un centre de service client Agilent dans votre pays, rendez-vous sur :

[www.agilent.com/chem/contactus](http://www.agilent.com/chem/contactus)

France

0810 446 446

[customercare\\_france@agilent.com](mailto:customercare_france@agilent.com)

États-Unis et Canada

1-800-227-9770

[agilent\\_inquiries@agilent.com](mailto:agilent_inquiries@agilent.com)

Europe

[info\\_agilent@agilent.com](mailto:info_agilent@agilent.com)

Asie et Pacifique

[inquiry\\_lsca@agilent.com](mailto:inquiry_lsca@agilent.com)