

Análise rápida de pesticidas em tabaco com LC/MS/MS e GC/MS/MS



As práticas agrícolas para cultivo, produção e armazenamento de tabaco geralmente envolvem a aplicação de pesticidas para controle de pragas, bactérias e fungos. A grande preocupação com os impactos ambientais e à saúde devido aos pesticidas no tabaco implica que os métodos analíticos para avaliação de segurança devem estar em conformidade com as orientações de níveis de resíduos (GRLs) regulamentadas pelo CORESTA.¹

O tabaco contém uma ampla variedade de ingredientes, incluindo carboidratos, proteínas, ácidos graxos, ceras, pigmentos, alcalóides e nicotina, tornando-o uma matriz desafiadora para a extração dos multirresíduos de pesticidas e a remoção de matriz.

Os métodos comuns de preparo de amostras geralmente envolvem o uso de extração AOAC ou AOAC modificada, seguida de limpeza de SPE dispersiva. O EMR Agilent Captiva com cartuchos Carbon S aplica a metodologia de limpeza de passagem para remoção rápida e eficiente da matriz de amostras. Os cartuchos Captiva de remoção avançada de matriz com pigmentos secos em geral (EMR-GPD) e de remoção avançada de matriz com baixo teor de pigmentos secos (EMR-LPD) são destinados especificamente para

matrizes secas complexas. Ambos os cartuchos contêm os sorventes adequados Carbon S e Captiva EMR-Lipid da Agilent misturados com amina primária e secundária (PSA) e C18 em uma fórmula otimizada.

O sorvente Captiva EMR-Lipid proporciona uma remoção lipídica altamente seletiva e eficiente, enquanto o sorvente PSA remove eficientemente os ácidos graxos. O sorvente Carbon S remove de forma eficaz o pigmento e o EC-C18 fornece limpeza de matriz hidrofóbica adicional. A fórmula combinada foi cuidadosamente desenvolvida e otimizada para oferecer o melhor equilíbrio entre a remoção da matriz e a recuperação do analito para as matrizes secas complexas com diferentes níveis de componentes pigmentados. Para a matriz seca pigmentada em geral, o EMR-GPD Captiva é normalmente recomendado, enquanto para a matriz seca botânica complexa com baixo teor de pigmentação, o EMR-LPD Captiva é o ideal.

O tabaco é considerado uma matriz seca de pigmentação leve, portanto, o EMR-LPD Captiva é mais adequado para esta matriz. Após a extração AOAC original, os cartuchos EMR-LPD Captiva foram usados para limpeza de passagem (Figura 1).²

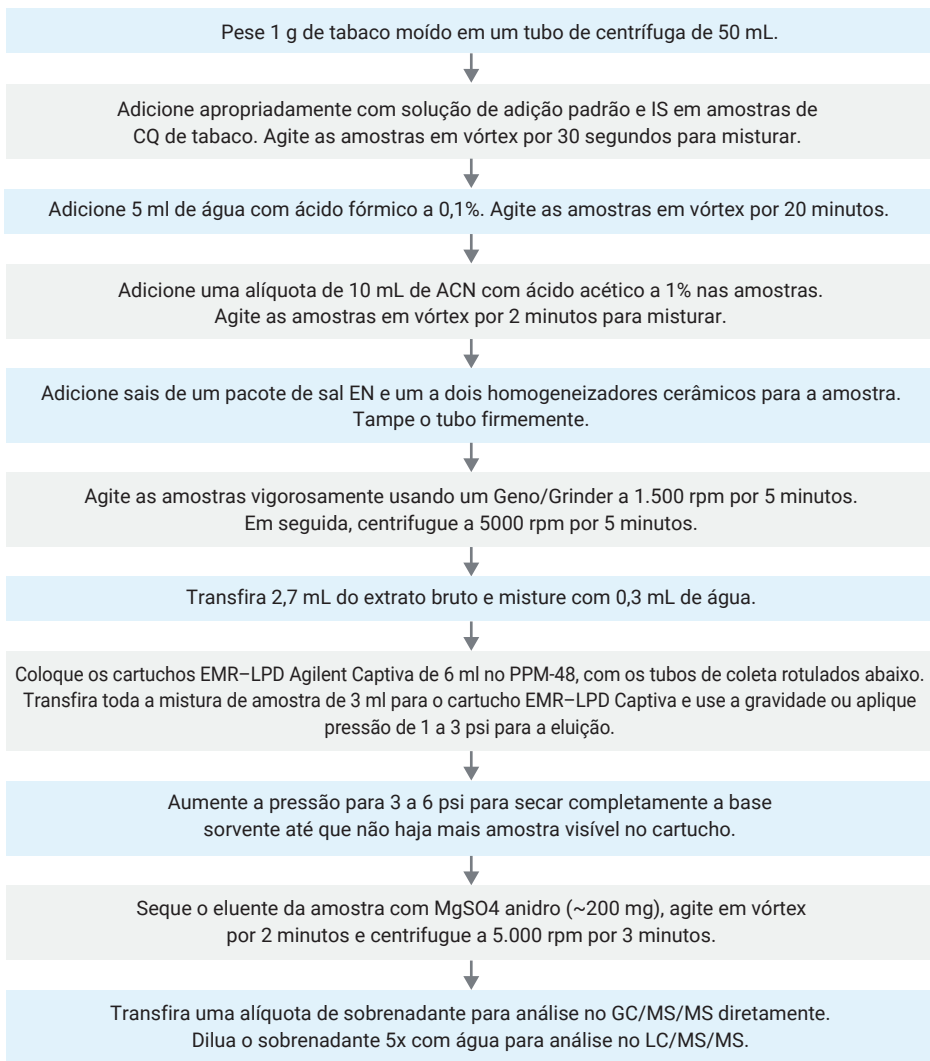


Figura 1. Procedimento de preparo de amostras para amostras de tabaco, usando o kit de extração Agilent Bond Elut QuEChERS método AOAC, seguido de limpeza de passagem com o EMR-LPD Agilent Captiva.

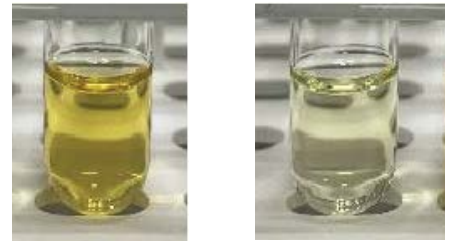


Figura 2. Extrato de tabaco: sem limpeza (à esquerda), após a limpeza com EMR-LPD Agilent Captiva (à direita).

Tabela 1. Condições do método para LC/MS/MS.

| Condições do LC | | | |
|------------------------------|---|-----|----------------|
| Colunas | Coluna C18 Agilent ZORBAX Eclipse Plus, 2,1 × 100 mm, 1,8 µm (p/n 959758-902) Guarda C18 Agilent ZORBAX Eclipse Plus, UHPLC, 2,1 × 5 mm, 1,8 µm (p/n 821725-901) | | |
| Vazão | 0,3 mL/min | | |
| Temperatura da coluna | 40 °C | | |
| Volume de injeção | 2 µL | | |
| Fase móvel | A: Formato de amônio de 10 mm, fluoreto de amônio de 0,5 mm em água, 0,125% de ácido fórmico (FA) B: Formato de amônio de 10 mm, fluoreto de amônio de 0,5 mm em 95:5 ACN:água, 0,125% de FA | | |
| Lavagem da agulha | 1:1:1:1 ACN:MeOH:IPA:água, 0,2% de FA | | |
| Gradiente | Tempo (min) | %B | Fluxo (ml/min) |
| | 0,0 | 15 | 0,3 |
| | 6,0 | 95 | 0,3 |
| | 8,01 | 100 | 0,3 |
| Tempo final | 10 min | | |
| Tempo posterior | 2,3 min | | |
| Condições do MS | | | |
| Modo de ionização | Ionização eletrospray (ESI) | | |
| Temperatura do gás | 120 °C | | |
| Fluxo do gás | 20 L/min | | |
| Nebulizador | 40 psi | | |
| Aquecedor do gás de impulsão | 225 °C | | |
| Fluxo do gás de impulsão | 11 L/min | | |
| Voltagem do capilar | 4.500 V (positivo e negativo) | | |
| Voltagem do nozzle | 0 V (positivo e negativo) | | |
| Parâmetros iFunnel | RF de alta pressão: 150 V (positivo), 90 V (negativo) RF de baixa pressão: 60 V (positivo), 60 V (negativo) | | |
| Polaridade | Positivo e negativo, consulte a Tabela 4 da referência 1. | | |

Observação: Para GC/MS/MS, o eluente da amostra precisa ser seco usando o pó de MgSO₄ anidro. Use uma pequena espátula de MgSO₄ de anidro em pó (200 a 300 mg) da bolsa de polimento de EMR–Lipid do Kit Agilent Bond Elut QuEChERS.

A Tabela 1 lista as condições do LC/MS/MS. Para obter os parâmetros de monitoramento dinâmico de múltiplas reações (dMRM) do analito, consulte a nota de aplicação em Zhao.³

Tabela 2. Condições do método para GC/MS/MS.

| Condições do GC | |
|---------------------------------------|--|
| Colunas | Coluna para GC Agilent J&W HP-5ms Ultra Inert, 15 m x 0,25 mm, espessura de filme de 0,25 µm (dois) (p/n 19091S-431UI-KEY) |
| Gás de arraste | Hélio |
| Fluxo de coluna 1 | 1,016 mL/min |
| Fluxo de coluna 2 | 1,216 mL/min |
| Volume de injeção | Splitless a frio de 1 µL |
| Liner do injetor | Liner Agilent Ultra Inert com fenda de 2 mm (p/n 5190-2297) |
| Programa de temperatura da MMI | 60 °C por 0,1 min, 600 °C/min a 280 °C e mantenha |
| Programa de temperatura do forno | 60 °C por 1 min 40 °C/min a 170 °C 10 °C/min a 310 °C e mantenha por 2,25 min |
| Tempo de corrida | 20 min |
| Condições de reversão de fluxo | 1,5 min pós-corrida 310 °C de temperatura do forno Fluxo total pós-corrida de 25 mL/min |
| Temperatura da linha de transferência | 280 °C |
| Fonte | Fonte de extração inerte da Agilent com lente de 3 mm, 280 °C |
| Bomba de vácuo | Desempenho turbo |
| Temperatura do quadrupolo | 150 °C |
| Temperatura da fonte | 280 °C |
| Monitoramento de dados | Modo MRM dinâmico (dMRM) |
| Fator de ganho de tensão EM | 10 |
| Delay de solvente | 3 min |

A Tabela 2 lista as condições do GC/MS/MS. Para obter os parâmetros de dMRM do analito, consulte o Banco de dados MRM de pesticidas e contaminantes ambientais do Agilent MassHunter (P&EP 4, part number [G9250AA](#)).

Referências

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](#)

Fácil seleção e informações sobre pedidos

Para pedir os itens listados na Agilent Online Store, basta clicar nos links MyList no cabeçalho. Em seguida, insira as quantidades de produtos que precisa, clique em "Adicionar ao carrinho" e prossiga para a finalização. A sua lista permanecerá em "Produtos favoritos" para uso em pedidos futuros. Esse recurso é válido apenas nas regiões onde o comércio eletrônico está habilitado.

Caso esta seja a sua primeira vez usando os "Produtos favoritos", será solicitado que digite o seu endereço de e-mail para verificação da conta. Se você tiver uma conta Agilent existente, poderá fazer login. No entanto, se não tiver uma conta Agilent registrada, é necessário se registrar para obter uma. Todos os itens também podem ser solicitados por meio dos canais regulares de vendas e distribuidores.

MyList 1: Consumíveis para preparo de amostras para análise de pesticidas em tabaco

| Descrição | Part number |
|--|-------------|
| Extração | |
| Kit de extração Agilent Bond Elut QuEChERS, AOAC 2007.01, sem homogeneizadores cerâmicos | 5982-5755 |
| Homogeneizadores cerâmicos, tubos de 50 mL, 100/pacote* | 5982-9313 |
| Kit de extração Agilent Bond Elut QuEChERS, AOAC 2007.01, com homogeneizadores cerâmicos | 5982-5755CH |
| Limpeza | |
| Cartucho EMR-LPD Agilent Captiva, 6 mL, 30/pacote | 5610-2092 |
| EMR-Lipid para Kit Agilent Bond Elut QuEChERS com bolsa de polimento, 3,5 g de MgSO ₄ de anidrido | 5982-0102 |
| Outros consumíveis essenciais para preparo de amostras | |
| Manifold de pressão positiva Agilent com 48 processadores | 5191-4101 |
| Tubo de centrifuga e tampa, polipropileno, 50 mL, 25/pacote | 5610-2049 |
| Rack de cartuchos SPE de 6 mL para PPM-48** | 5191-4104 |
| Rack de cartuchos SPE de 3 mL para PPM-48** | 5191-4103 |
| Rack de coleta para tubos de 16 x 100 mm** | 5191-4108 |

*Necessário apenas quando são usados kits de extração sem homogeneizadores cerâmicos.

**Compra única.

MyList 2: Colunas e consumíveis para análise de LC/MS/MS de pesticidas em especiarias secas e tabaco

| Descrição | Part number |
|--|-------------|
| Padrões* | |
| Mistura de padrões de 254 compostos pronta para uso, 8 x 1 mL, 100 µg/ml cada | 5190-0551 |
| Colunas para HPLC | |
| Coluna C18 Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus, 95Å, 2,1 x 100 mm, 1,8 µm, limite de pressão de 1.200 bar | 959758-902 |
| Guarda C18 Agilent ZORBAX Eclipse Plus, UHPLC, 2,1 x 5 mm, 1,8 µm | 821725-901 |
| Consumíveis para HPLC | |
| Filtro em linha Agilent 1290 Infinity 0,3 µm | 5067-6189 |
| Conjunto de troca rápida InfinityLab, 0,12 x 105 mm, para conexão no injetor da coluna com o UHPLC | 5067-5957 |
| Conjunto de troca rápida InfinityLab, 0,17 x 105 mm, para conexão no injetor da coluna com o HPLC | 5067-6166 |

| Descrição | Part number |
|---|--------------|
| Conexão InfinityLab Quick Turn para saída de coluna | 5067-5966 |
| Capilar Quick Turn, 0,12 x 280 mm, para conexão da coluna com o detector | 5500-1191 |
| Kit de tampa de recipiente de resíduos Stay Safe GL45 com 4 portas e recipiente de resíduos de 6 L | 5043-1221 |
| Filtro de carvão com faixa sinalizadora de tempo de uso para recipiente de resíduos | 5043-1193 |
| Filtro de injetor de solvente de aço inoxidável, medida de poro de 10 µm | 01018-60025 |
| Solventes e reagentes | |
| Acetonitrila ultrapura InfinityLab para LC/MS | 5191-4496 |
| Metanol ultrapuro InfinityLab para LC/MS | 5191-4497 |
| Água ultrapura InfinityLab para LC/MS | 5191-4498 |
| Solução para MS, ácido fórmico, 99,5% de pureza, 10 mL** | US-700002341 |
| Solução de formato de amônio 5M | G1946-85021 |
| Conjunto de filtração de solvente*** | |
| Conjunto de filtração de solvente InfinityLab; inclui funil de vidro (250 mL), base de vidro para suporte da membrana, frasco de vidro (1 L) e grampo de alumínio | 5191-6776 |
| Membrana de filtro de celulose regenerada 47 mm, 0,20 µm 100/pacote | 5191-4340 |
| Vials e tampas | |
| Vials Agilent A-Line certificado âmbar (rosqueável), 100/pacote | 5190-9590 |
| Inserts de vial desativado Agilent, 400 µL, 500/pacote | 5183-2086 |
| Tampas rosqueáveis Agilent, septos de PTFE/silicone/PTFE, tamanho da tampa: 12 mm, 100/pacote | 5190-7024 |

*Entre em contato com a Agilent para obter padrões personalizados de pesticidas pré-misturados.

** Indisponível para vendas online. Entre em contato com seu representante da Agilent local para obter informações sobre pedidos.

***Recomendado ao usar solventes diferentes dos listados nesta tabela.

MyList 3: Colunas GC/MS/MS e consumíveis para análise de pesticidas em especiarias secas e tabaco

| Descrição | Part number |
|---|-------------------|
| Colunas para GC | |
| Agilent HP-5ms UI, 15 m x 0,25 mm, espessura de filme de 0,25 µm (dois) | 19091S-431 UI-KEY |
| Consumíveis para GC | |
| Liner com fenda de 2 mm Ultra Inert Agilent | 5190-2297 |
| Agilent Blue Line, 10 µL, seringa com êmbolo afunilado e ponteira de PTFE | G4513-80203 |
| Advanced Green, septo antiaderente de 11 mm | 5183-4759 |
| Porca da coluna, com colar, de ajuste automático, injetor/detector | G3440-81011 |
| Porca da coluna, com colar, de ajuste automático, MSD | G3440-81013 |
| Anilha de metal flexível, revestido em ouro, diâmetro interno de 0,4 mm, para tubulação de sílica fundida de 0,1 a 0,25 mm de diâmetro interno, 10/pacote | G2855-28501 |
| Consumíveis para MS | |
| Filamento HES para GC/MS 7010 triplo quadrupolo | G7002-60001 |
| Lente extratora, 3 mm | G7000-20444 |
| Vials e tampas | |
| Vials Agilent A-Line certificado âmbar (rosqueável), 100/pacote | 5190-9590 |
| Inserts de vial desativado Agilent, 250 µL, 100/pacote | 5181-8872 |
| Tampas rosqueáveis Agilent, septos de PTFE/silicone/PTFE, tamanho da tampa: 12 mm, 100/pacote | 5190-7024 |

Observação: O banco de dados de pesticidas e contaminantes ambientais inclui mais de 1.100 pesticidas e poluentes ambientais que representam várias classes de compostos para configuração fácil e rápida da análise GC/MS/MS. Solicite ao seu representante local pelo part number G9250AA.

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 adicionais sobre pedidos acessando: www.agilent.com/chem/ordering-guides

Encontre um centro de atendimento ao cliente da Agilent no seu país:

www.agilent.com/chem/contactus

Brasil

0800 7281405

chem_vendas@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Ásia e Pacífico

inquiry_lsca@agilent.com

DE52679435

Essas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2023
Impresso nos EUA, 4 de maio de 2023
5994-6119PTBR