

МНОГОКОМПОНЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ОСТАТОЧНОГО СОДЕРЖАНИЯ ПЕСТИЦИДОВ УЛУЧШЕНИЕ ФОРМЫ ПИКОВ



Передовая технология: система ГХ Agilent 9000 Intuvo
с МС-МС



Введение

Анализ остаточного содержания пестицидов стал распространенным методом анализа продуктов питания, поскольку он обеспечивает одновременное определение сразу нескольких пестицидов, число которых постоянно растет. Предпочтительным методом пробоподготовки является QuEChERS. Он снижает содержание матрицы, но не дает чистой пробы. Несмотря на очистку проб, при анализе пестицидов с течением времени может наблюдаться снижение отклика и растущая асимметрия пиков. При использовании традиционных систем газовой хроматографии разумным решением этих проблем может быть уменьшение количества пробы, замена грязного лайнера или техническое обслуживание колонки и предколонки.

Газовый хроматограф Agilent 9000 Intuvo позволяет бороться с этими затруднениями и имеет дополнительное преимущество — инновационный инертный тракт¹.

Новый дизайн модульного тракта с инновационной предколонкой позволяет защитить аналитическую колонку от матрицы и исключает необходимость в обрезке колонки. Инновационный тракт дает возможность поддерживать хроматографическую целостность (отклик и форму пиков) даже при работе с самыми сложными аналитами. Кроме того, ширина ГХ 9000 Intuvo составляет всего лишь 27 см, что обеспечивает универсальность, особенно в лабораториях с ограниченной полезной площадью.

Подробнее:

www.agilent.com/chem/intuvo



Agilent Technologies

Экспериментальная часть

ГХ 9000 Intuvo использовали совместно с трехкврупольным масс-спектрометром Agilent серии 7000, чтобы подчеркнуть преимущества прибора. Использовали испаритель с делением и без деления потока со стандартной 15-метровой колонкой Ultra Inert Intuvo HP-5ms. Стандарт пестицидов был приобретен по специальному заказу в компании Ultra Scientific, а калибровочные стандарты в диапазоне от 1 ppb до 5 ppb разбавляли ацетоном. Для мониторинга множественных реакций (MRM) использовали базу данных MRM для пестицидов и экотоксикантов (кат. № G9250AA, версия A.1.01). Экстракт черного чая готовили с помощью экстракционных пробирок Agilent Bond Elut QuEChERS EN (кат. № 5982-5650) с последующим применением пробирок для дисперсионной твердофазной экстракции Agilent Bond Elut QuEChERS EN (кат. № 5982-5256). Трехслойный ввод выполняли с помощью стандарта, матрицы и раствора протектора аналитов. Подробная информация о методике представлена в отдельных рекомендациях по применению².

Результаты и обсуждение

После калибровки чайным экстрактом (24 ввода) была выполнена оценка стандарта 50 ppb, чтобы проверить, находится ли степень извлечения в допустимом пределе 70–120%. После подтверждения соответствия этим техническим условиям были проведены 60 вводов стандарта 50 ppb (с матрицей). После завершения 60 вводов матрицы с целью имитации технического обслуживания, часто выполняемого после анализа серии на традиционных системах ГХ, были заменены лайнер и чип Intuvo Guard Chip. На рис. 1 представлен стандарт 50 ppb при проверке степени извлечения определяемого вещества после калибровки, после 60 вводов матрицы и после замены лайнера и чипа Intuvo Guard Chip. В течение анализа процесс хроматографии подвергся лишь незначительным изменениям. Форма пиков и степень извлечения практически не менялись. На рис. 2 выделен метакрифос, соседствующий внутренний стандарт аценафтен-d10 и пиракlostробин. Небольшое различие в высоте пиков связано с нормализацией по отношению к внутренним стандартам. Отсутствует заметное изменение формы пиков, а степень извлечения находится в пределах диапазона от 70 до 120%.

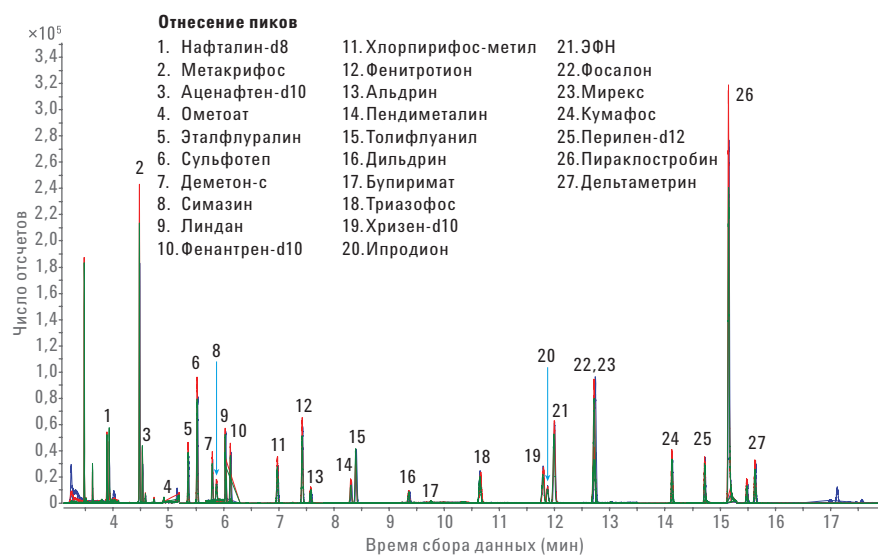


Рис. 1. Совмещенные хроматограммы стандарта пестицида 50 ppb, измеренного после калибровки (синий), после 60 вводов матрицы (красный) и после замены лайнера и чипа Intuvo Guard Chip (зеленый)

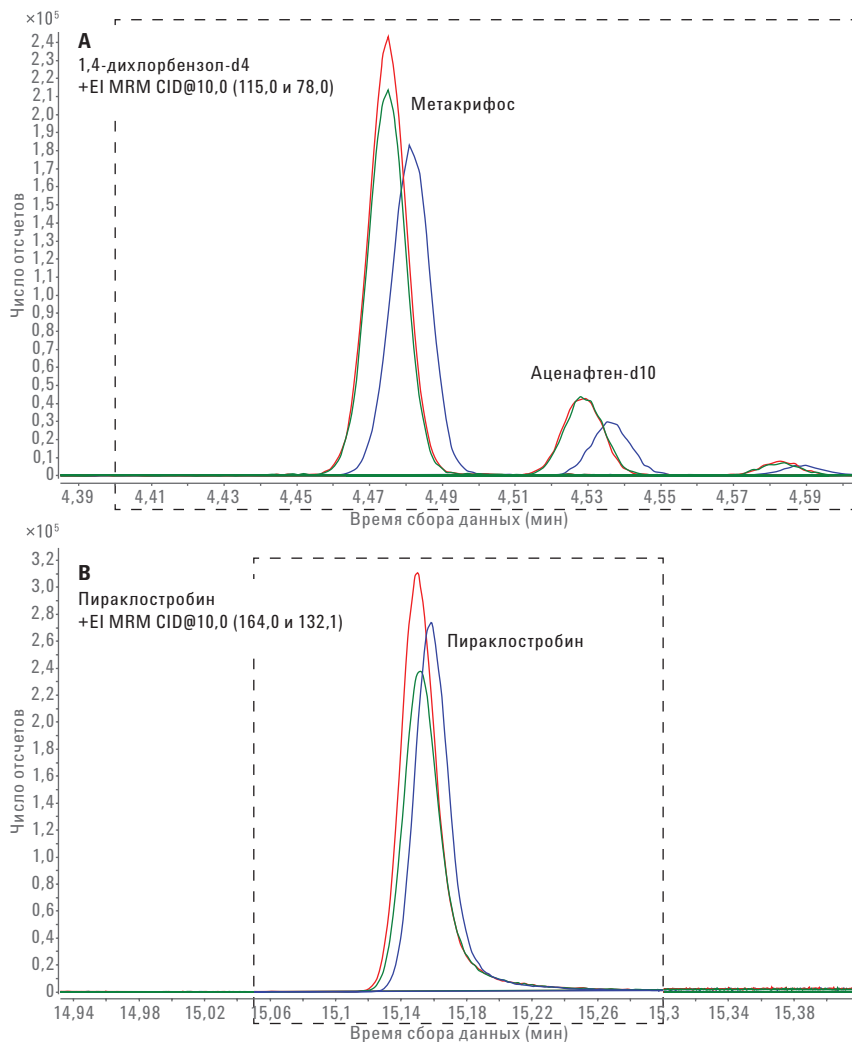


Рис. 2. Показано, что метакрифос и пиракlostробин демонстрируют точность воспроизведения пиков, сохраняющуюся в течение всего курса из почти 100 вводов матрицы с использованием 15-метровой колонки Ultra Inert Intuvo HP-5ms; пунктиром выделена область использования MRM-перехода

Выводы

Анализ пестицидов посредством системы ГХ Agilent 9000 Intuvo с использованием 15-метровой колонки Ultra Inert Intuvo HP-5ms обеспечивает единообразие результатов по всей серии. Форма пиков хорошо сохраняется в пределах калибровки и проб матрицы. В случае с представленной здесь методикой до выполнения технического обслуживания было осуществлено почти 100 вводов. Техническое обслуживание ГХ 9000 Intuvo упростилось в результате использования чипа Intuvo Guard Chip и инновационной предколонки. Интервалы времен удерживания сохраняются после замены чипа Intuvo Guard Chip, что еще больше упрощает анализ.

Литература

1. Analysis of Semivolatiles Intuvo Guard Chip Protection, *Agilent Technologies*, publication number 5991-7182EN, **2016**.
2. Veeneman, R.; Stevens, J. Multiresidue Pesticide Analysis with the Agilent Intuvo 9000 GC and Agilent 7000 Series Mass Spectrometer. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-7216EN, **2016**.

www.agilent.com/chem/intuvo
Информация, описания и спецификации
в настоящем документе могут быть изменены
без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2016
Напечатано в США 1 сентября 2016 г.
5991-7175RU



Agilent Technologies