



Introduzione

L'analisi dei pesticidi rappresenta una doppia sfida analitica: lo screening e l'identificazione di pesticidi target e l'identificazione di composti sconosciuti non target.

Le tecniche GC/MS, GC/MS/MS ed LC/MS/MS abbinata alla preparazione del campione con metodo QuEChERS (quick, easy, cheap, effective, rugged, and safe) (Anastassiades, Lehotay J. AOAC (2003)) [1,2] consentono di eseguire lo screening di routine in modo affidabile, di identificare e quantificare a livello di ultra tracce i pesticidi normati.

Comparata alle metodiche classiche di preparazione/purificazione del campione la "preparativa rapida QuEChERS" risulta essere più rapida, più semplice e più economica e più ecologica impiegando quantità estremamente ridotte di solvente. Inoltre i metodi di preparazione QuEChERS possono essere utilizzati per gestire una vasta gamma di matrici alimentari, infatti mantenendo la stessa procedura è possibile cambiare alcuni dei reagenti o aggiungere miscele di purificazione specifiche.

Automazione del metodo di estrazione QuEChERS per la determinazione e la conferma di residui di fitofarmaci in matrici alimentari

I metodi di preparazione del campione QuEChERS sono stati sviluppati per l'analisi di antiparassitari in un'ampia serie di campioni di prodotti alimentari. Il metodo prevede numerosi passaggi manuali tra cui: agitazione, centrifugazione, purificazione su SPE a letto fluido. La soluzione strumentale proposta da SRA automatizza le fasi di preparazione del campione, inclusa la purificazione degli estratti con SPE dispersiva, la centrifugazione, l'iniezione e si avvale della sensibilità e della selettività delle tecniche LC/MS/MS e GC/MS/MS per soddisfare tutti i requisiti per il calcolo dei valori LRM imposti dagli organi normativi.

Strumentazione

GC 7890 Agilent Technologies

TDU Gerstel: 3 min solvent vent (50 mL/min)

100°C (3 min), 720°C/min, 280°C (3 min)

CIS Gerstel: splitless (1.2 min)

25°C (0.2 min), 12°C/sec, 280°C (3 min)

2 μL injected

Colonna: 30 m Rxi®-5Sil MS (Restek), di 0.25 mm df 0.25 μm
Pneumatica: He, constant flow (1 mL/min)

Forno: 60°C (1 min), 10°C/min, 310°C (5 min)

Autocampionatore Gerstel MPS2, equipaggiato con opzione DPX e centrifuga Anatune CF 100

GC-MS/MS 7000B Agilent Technologies

Operation mode MRM (Multiple Reaction Monitoring) Source Temperature : 300°C

Quad temp Q1 e Q3: 150°C

Temperatura Transfer Line: 300°C

Software: Mass Hunter Workstation



opzione DPX per campionatore Gerstel MPS



opzione centrifuga Anatune per campionatore Gerstel MPS



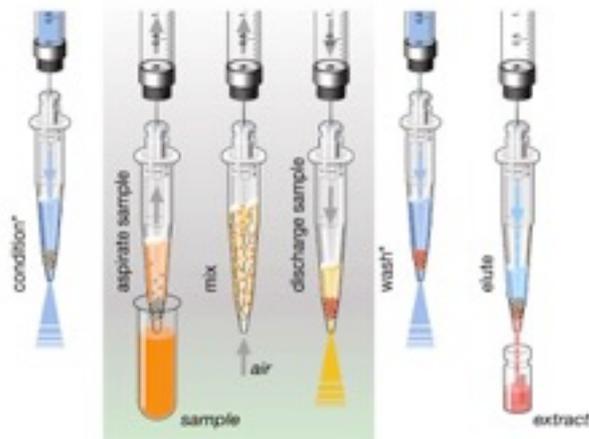
Preparazione del campione

La metodica QuEChERS può essere suddivisa in due parti: la prima consiste nell'omogeneizzazione ed estrazione con acetonitrile; la seconda consiste nelle fasi di purificazione con SPE dispersiva tutti gli step della purificazione compresa la centrifugazione sono automatizzate dal campionatore MPS.

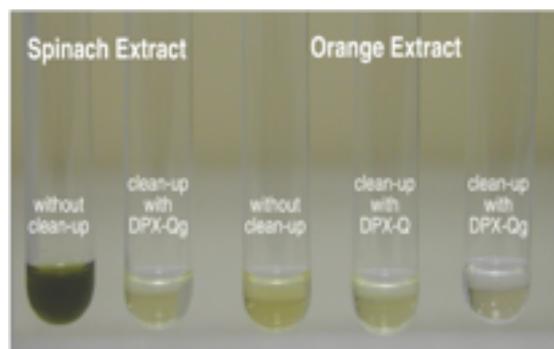
L'iniezione del purificato è eseguita dal campionatore nell'unità di desorbimento TDU al fine di poter introdurre e gestire un più grande volume di campione. La vaporizzazione del campione a monte del liner dell'iniettore del GC consente un più efficiente vent del solvente, un'iniezione large volume solo della frazione desiderata. (la frazione non volatile della matrice resta nel tubo di iniezione del TDU garantendo la pulizia dell'intero sistema). Le performance possono essere ulteriormente migliorate adottando le soluzioni di backflush sulla testa della colonna con la tecnologia Agilent Capillary Flow Technology.

Purificazione SPE Dispersiva DPX

- La tecnica Disposable Pipette Extraction DPX si basa su cartucce monouso SPE a letto fluido uniche e brevettate. Il dispositivo di estrazione consiste in un particolare puntale contenente il materiale assorbente.
- Il campione viene aspirato direttamente all'interno del puntale DPX.
- La fase assorbente e la soluzione del campione sono miscelate da un flusso di bolle d'aria. L'elevata superficie di contatto, dovuta alla sospensione della fase assorbente nel campione, migliora la fase di purificazione/estrazione che risulta altamente efficiente e più rapida rispetto alle tradizionali tecniche SPE.



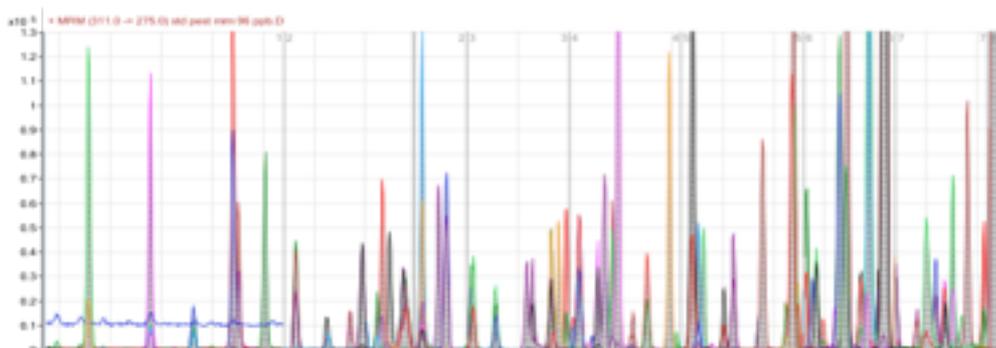
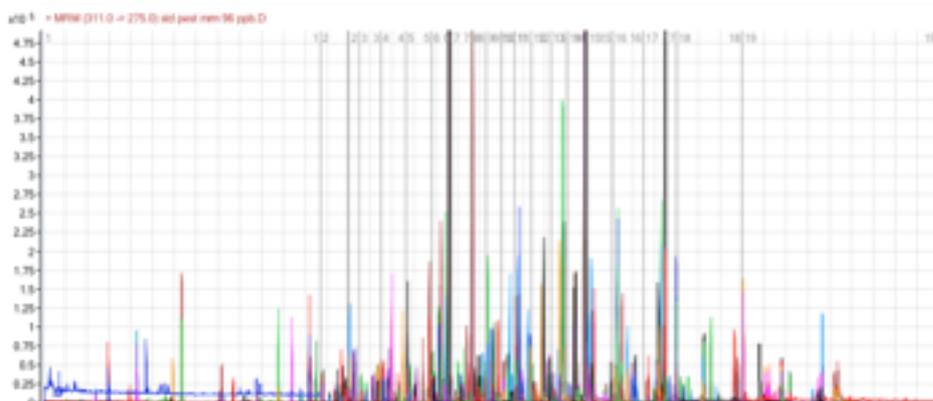
- Tutte le fasi di purificazione sono automatizzate dal campionatore multifunzione Gerstel MPS.
- Il campionatore MPS, oltre alla preparazione/purificazione del campione consente l'iniezione della frazione raccolta in GC e/o in HPLC.



Frammentazioni

Le migliori condizioni di frammentazione MS/MS sono state ottenute iniettando una miscela standard di pesticidi.

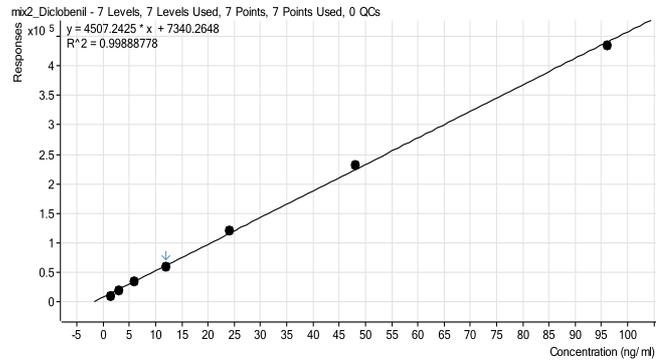
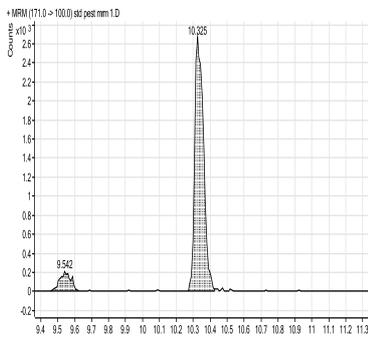
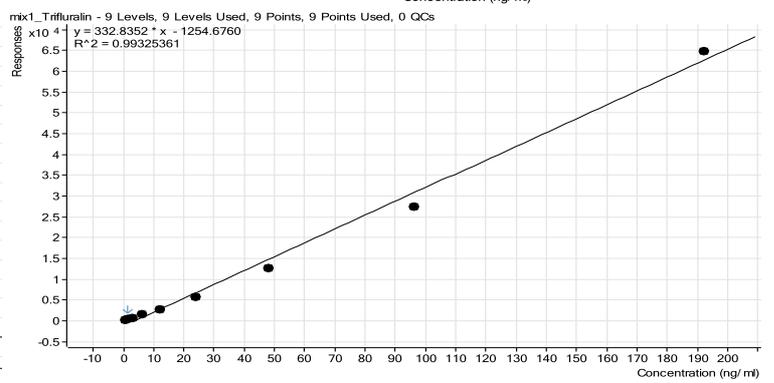
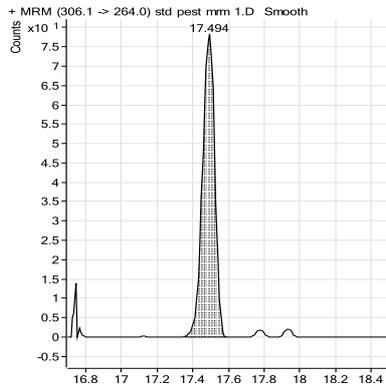
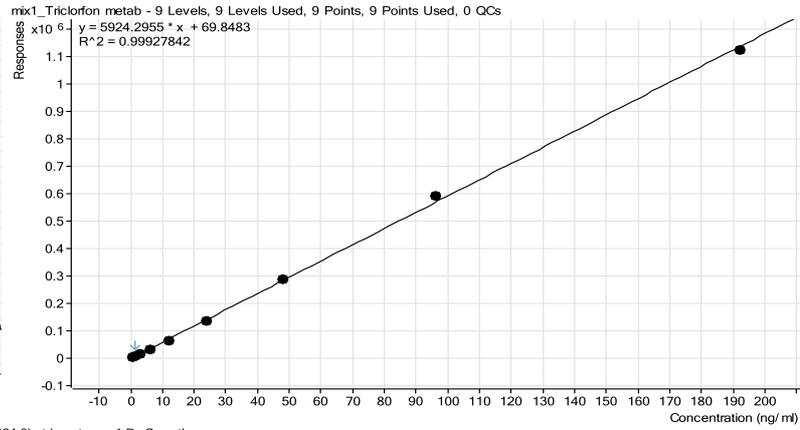
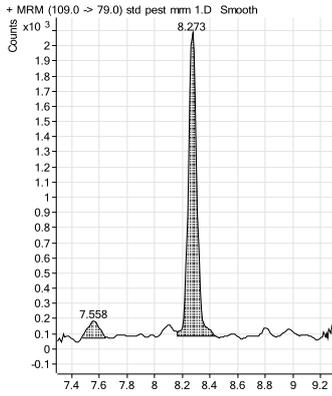
Iniezione della miscela di 277 pesticidi



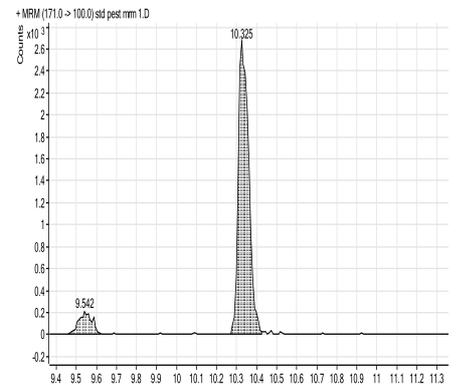
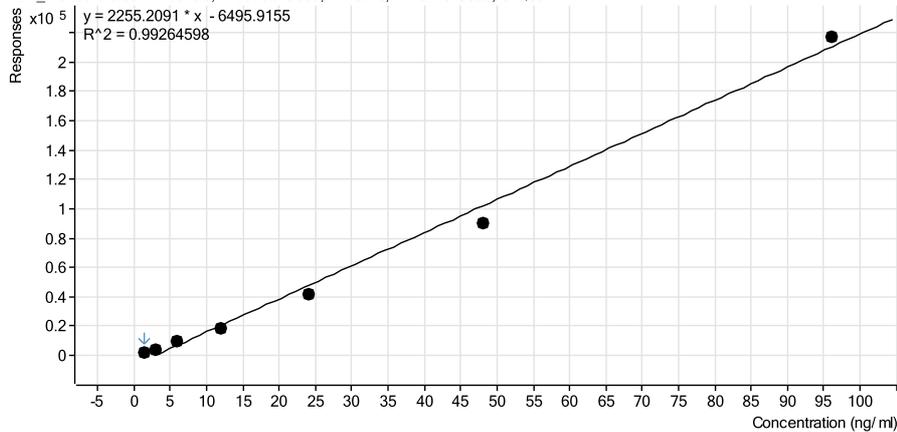
Per ciascun pesticida sono stati acquisiti almeno due transizioni, a fine di soddisfare i requisiti delle linee guida europee

Calibrazioni:

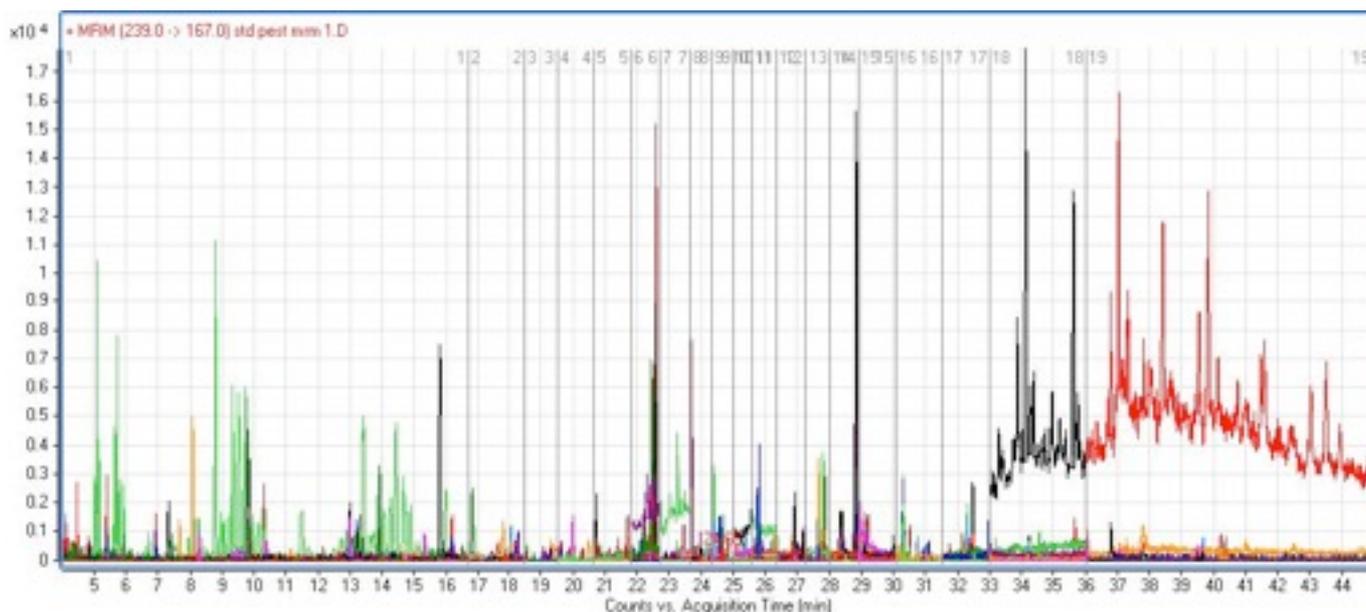
le curve di calibrazione sono state acquisite da 1 ng/mL a 200ng/mL



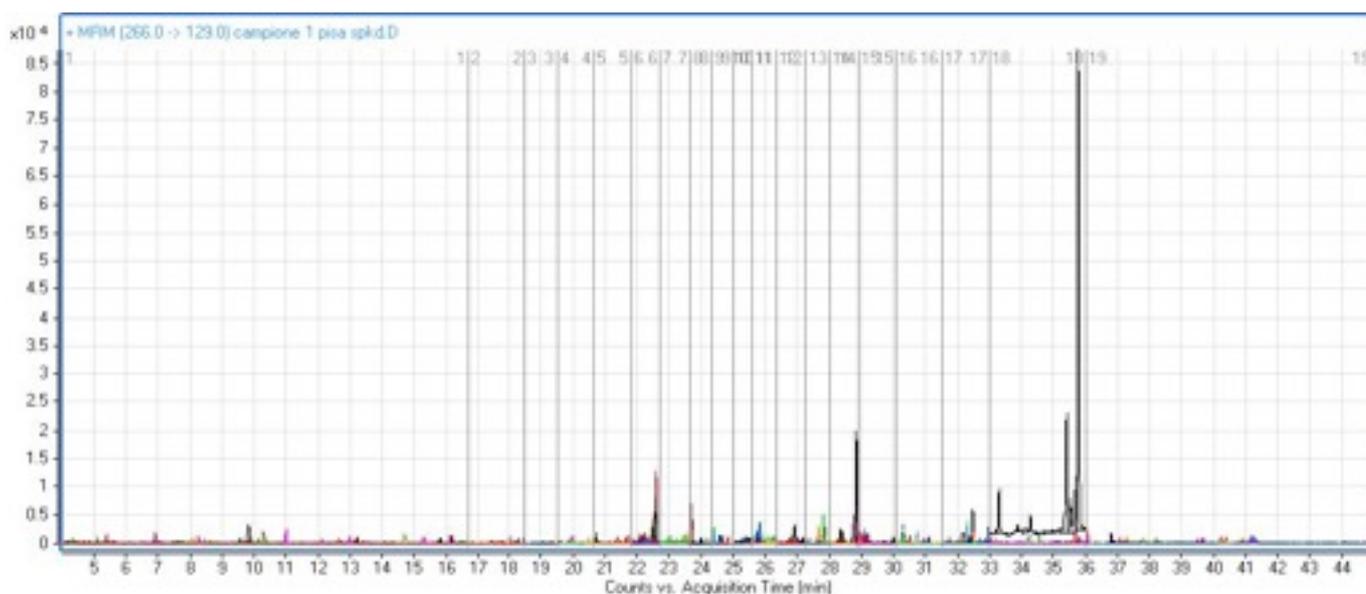
mix1_Monocrotofos - 7 Levels, 7 Levels Used, 7 Points, 7 Points Used, 0 QCs

$$y = 2255.2091 \cdot x - 6495.9155$$
$$R^2 = 0.99264598$$


Cromatogramma ottenuto dall'iniezione di un campione addizionata a concentrazione di 1ppb



Cromatogramma di un campione reale



Conclusioni:

La soluzione strumentale automatizza molte delle fasi di preparazione del campione tra cui: agitazione, centrifugazione e aggiunta di ISTD, purificazione degli estratti con SPE dispersiva e iniezione in GC o LC. La sensibilità e la selettività delle tecniche GC/MS/MS e LC/MS/MS consentono di raggiungere limiti sufficientemente bassi di determinazione da soddisfare i criteri previsti dagli organi normativi.

Nel complesso la produttività del flusso di lavoro migliora con la semplificazione dell'intero processo analitico.



SRA Instruments S.p.A
Via alla Castellana, 3
20063 Cernusco S/N

Tel +39 02 9214 3258
www.srainstruments.com
info@srainstruments.com

