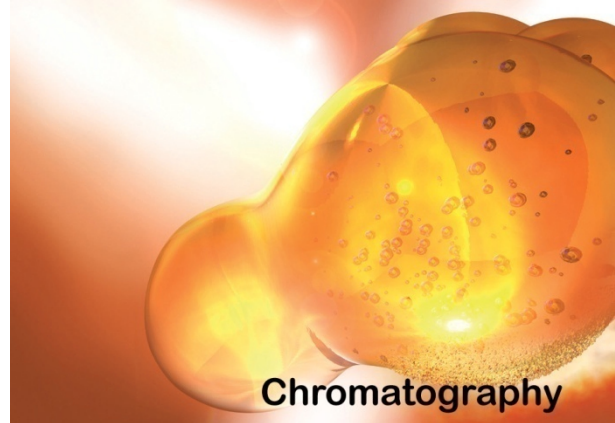


Application Note

Анализ пестицидов методом газовой хроматомасс-спектрометрии



Определение остаточных концентраций пестицидов остается важнейшей задачей при контроле качества пищевой продукции. Количество определяемых пестицидов постоянно увеличивается. Так, например, в Японии число пестицидов, содержание которых в пищевых продуктах должно контролироваться в обязательном порядке, составляет ~ 240. Наиболее предпочтительным методом анализа этих пестицидов является использование газовой хроматомасс-спектрометрии.

Анализ пестицидов с использованием режима ионизации электронным ударом (EI)

Ниже приведен пример одновременного анализа 86 пестицидов с использованием газового хроматомасс-спектрометра Shimadzu GCMS-QP2010S.

Условия анализа:

Прибор:	Shimadzu GCMS-QP2010S
Хроматографическая колонка:	DB-1 (30 м (д) * 0,25 мм (в.д.) * 0,25 мкм (п.н.ф.))
Температурная программа:	50°C (2 мин) – 130°C @ 20°C/мин – 300°C @ 3°C/мин (7 мин)
Температура инжектора:	280°C
Температура интерфейса:	280°C
Газ-носитель:	гелий, режим программирования давления на входе в колонку
Давление газа-носителя: 1	20 кПа (2 мин) – 250 кПа @ 2 кПа/мин
Режим ионизации:	электронный удар (EI)

Таб. 1. Определяемые пестициды

№	Компонент	Молекулярный вес
1	Methamidophos	141
2	Dichlorvos	220
3	Propamocarb	188
4	Acephate	183
5	Isoprocarb	193
6	Fenobucarb	207
7	Ethoprophos	242
8	Chlorproham	213
9	Bendaiocarb	223
10	Dimethipin	210
11	α-BHC	288
12	Dimethoate	229
13	Thiometon	246
14	β-BHC	288
15	μ-BHC	288
16	δ-BHC	288
17	Terbufos	288
18	Diazinon	304
19	Ethiofencarb	225
20	Etrimfos	292
21	Pirimicarb	238
22	Metribuzin	214
23	Bentazone	254
24	Parathion-methyl	263
25	Carbaryl	201
26	Heptachlor	370
27	Fenitrothion	277
28	Methiocarb	225
29	Dichlofluanid	332
30	Esprocarb	265
31	Pirimifos-methyl	305
32	Thiobencarb	257
33	Malathion	330
34	Aldrin	362
35	Fenthion	278
36	Parathion	291
37	Chlorpyrifos	349
38	Diethofencarb	267
39	Captan	299
40	Heptachlor epoxide	386
41	Pendimethalin	281
42	α-Chlorfenvinphos	358
43	Pyrifenox	294
44	Chinomethionat	234
45	β-Chlorfenvinphos	358

46	Quinalphos	298
47	Phenthoate	320
48	Triadimenol	295
49	Vamidothion	287
50	Trichlamide	339
51	Methoprene	310
52	Flutolanil	323
53	Dieldrin	378
54	Prothiofos	344
55	Myclobutanil	288
56	p,p'-DDE	316
57	Pretilachlor	311
58	Endrin	378
59	Fensulfothion	308
60	Chlorobenzilate	324
61	p,p'-DDD	318
62	o,p'-DDT	352
63	Mepronil	269
64	Lenacil	234
65	Edifenphos	310
66	Captafol	347
67	p,p'-DDT	352
68	Propiconazole	341
69	EPN	323
70	Dicofol	370
71	Phosalone	367
72	Mefenacet	298
73	Amitraz	293
74	Cyhalothrin	449
75	Bitertanol	337
76	Pyridaben	364
77	Inabenfide	338
78	Permethrin	390
79	Cyfluthrin	363
80	Cypermethrin	415
81	Flucythrinate	451
82	Fenvalerate	419
83	Fluvalinate	502
84	Pyrazoxyfen	437
85	Deltamethrin	503
86	Tralomethrin	661

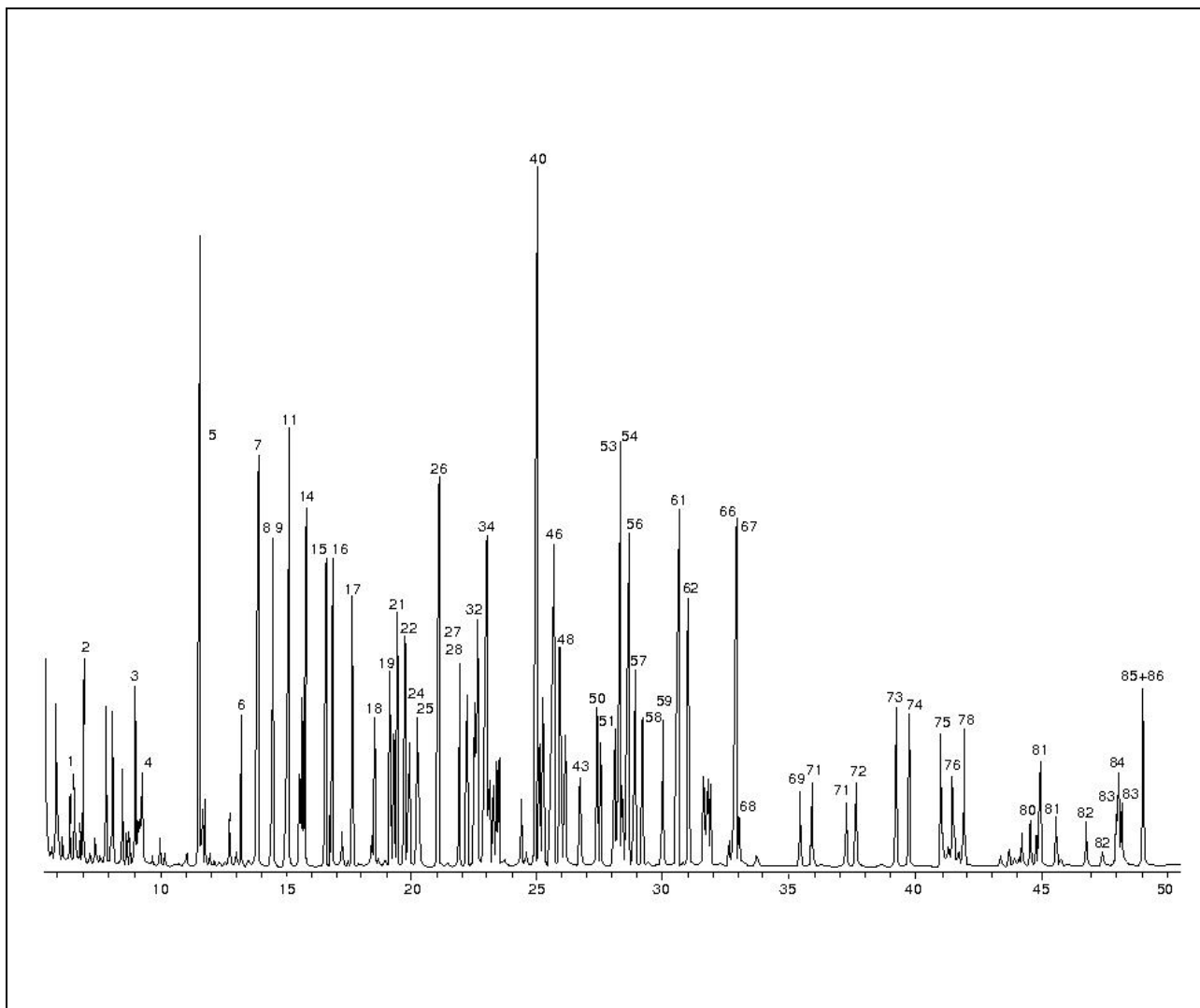


Рис. 1. Хроматограмма в режиме измерения полного ионного тока. Анализ 86 пестицидов с использованием Shimadzu GCMS-QP2010S и капиллярной колонки DB-1.

Анализ пестицидов с использованием режима отрицательной химической ионизации (NCI).

При определении следовых количеств пестицидов присутствие компонентов матрицы продукта в экстракте может приводить к существенному снижению селективности анализа или даже сделать анализ невозможным. Эффективным способом решения этой проблемы является использование режима отрицательной химической ионизации.

Условия анализа:

Прибор:	Shimadzu GCMS-QP2010Plus
Хроматографическая колонка:	DB-1 (30 м (д) * 0,25 мм (в.д.) * 0,25 мкм (п.н.ф.))
Температурная программа:	50°C (2 мин) – 130°C @ 20°C/мин – 300°C @ 3°C/мин (7 мин)
Температура инжектора:	280°C
Температура интерфейса:	280°C
Газ-носитель:	гелий, режим программирования давления на входе в колонку
Давление газа-носителя:	120 кПа (2 мин) – 250 кПа @ 2 кПа/мин
Режим ионизации:	отрицательная химическая ионизация (NCI)

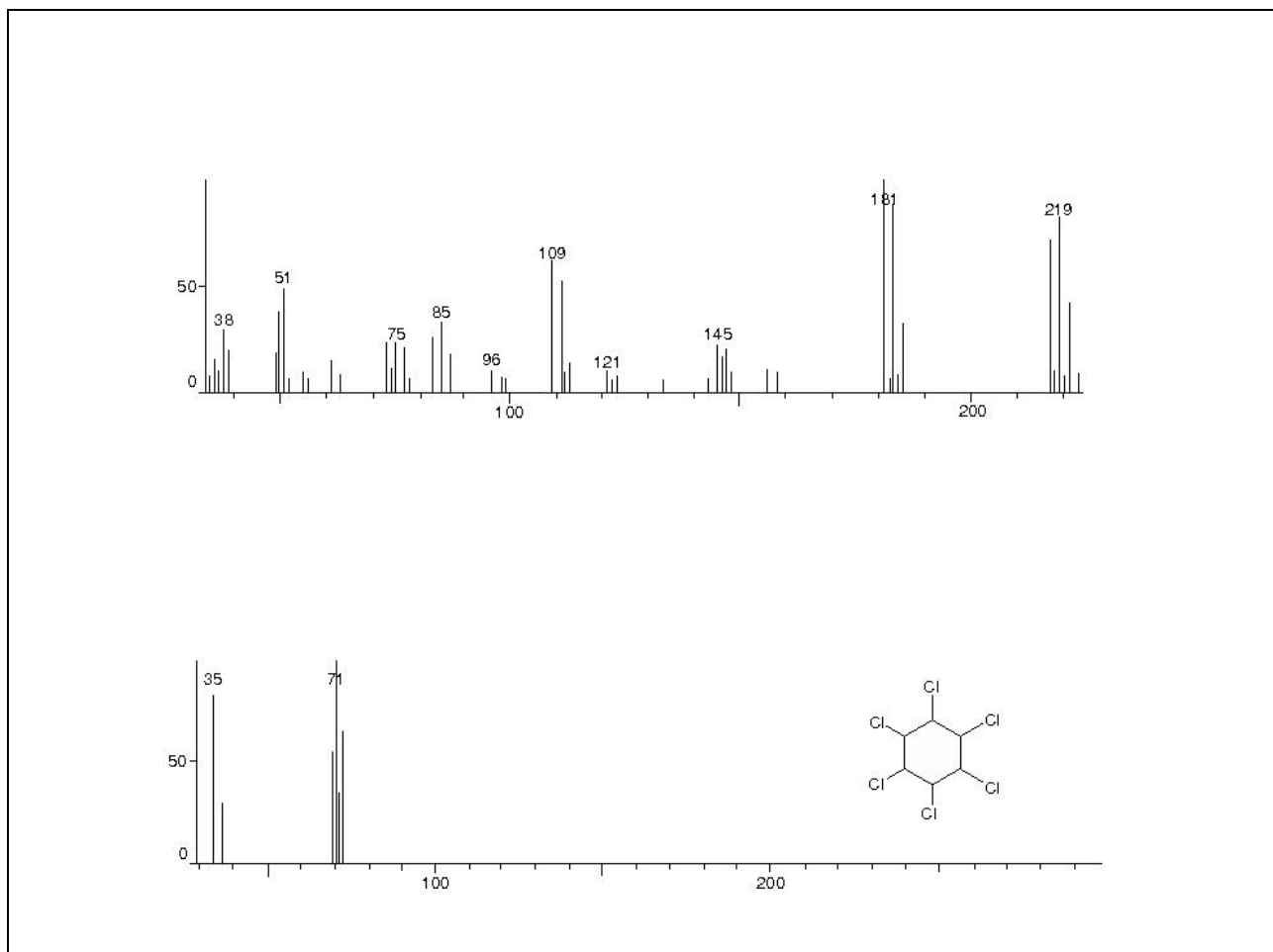


Рис. 2. Масс-спектр α -ВНС (вверху – режим EI; внизу – режим NCI)

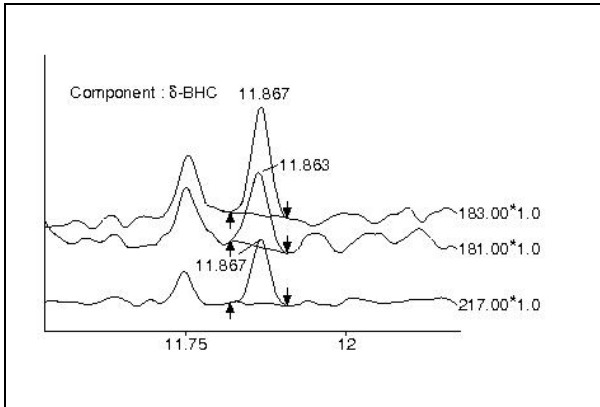


Рис. 3. Хроматограмма в режиме измерения полного ионного тока, режим ионизации – EI

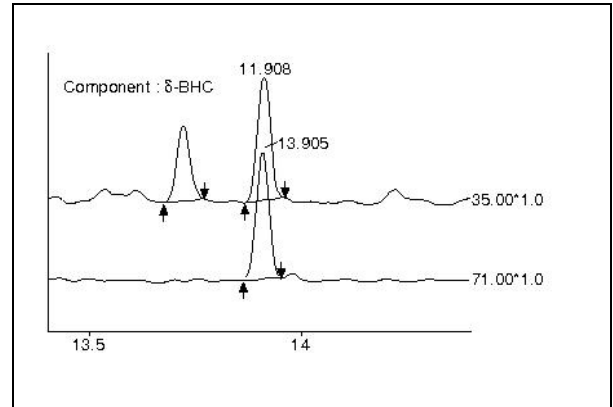


Рис. 4. Хроматограмма в режиме измерения полного ионного тока, режим ионизации - NCI

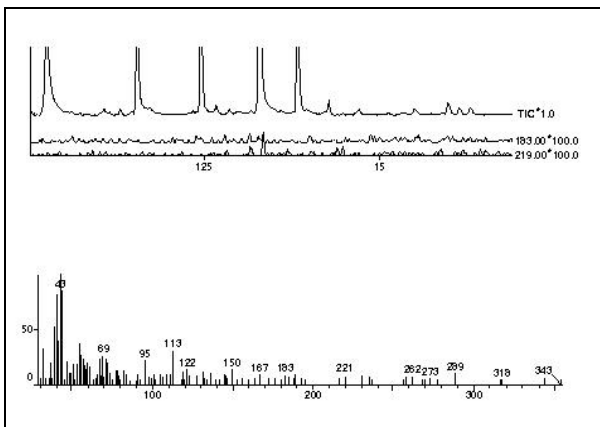


Рис. 5. Хроматограмма и масс-спектр, режим ионизации - EI

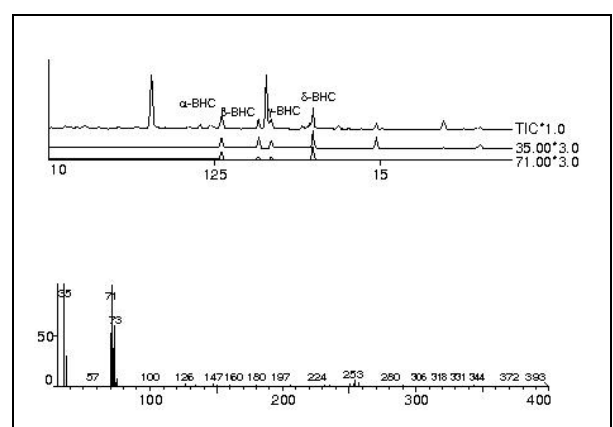


Рис. 6. Хроматограмма и масс-спектр, режим ионизации - NCI

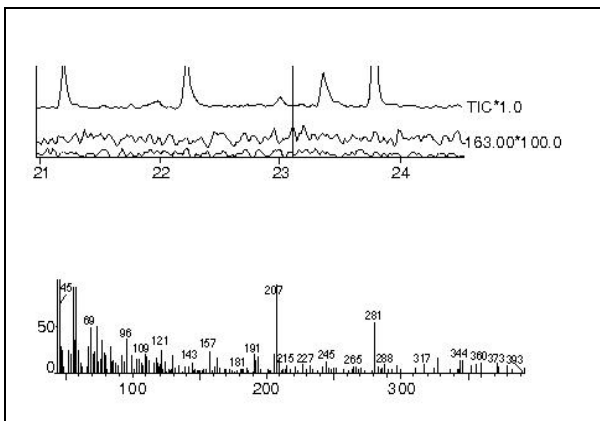


Рис. 7. Хроматограмма и масс-спектр, режим ионизации - EI

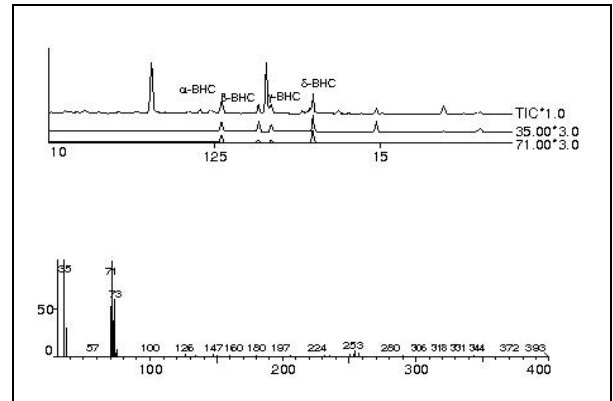


Рис. 8. Хроматограмма и масс-спектр, режим ионизации – NCI

Таб. 2. Сравнение чувствительности определения пестицидов в режимах EI и NCI

Более высокая чувствительность в режиме NCI			Одинаковая чувствительность		Более высокая чувствительность в режиме EI		
> 10 раз	2-10 раз				2-10 раз	>10 раз	
Bifenox	Dichlofluanid		p,p'- DDT	Aldrin	Fosthiazate	Chlofentezine deg	Mepronil
Fenvalerate	Fenlimol	Dicofol bunkaibutu-malathion	Dimethoate	Thiobencarb	Acephate	Methamidophos	Fropiconazol
Chlorfenapyr	Pendimethalin	Parathion	delta-Lindane	Permethrin	Terbacil	EPTC	Lenacil
Cyfluthrin	Dieldrin	Dimethylvinphos	Cafenstrole	Pyributicarb	Pyraclufos	Propamocarb	Tebuconazole
Pyrethrin-2	Edifenphos	Pyrifenox-Z	Fluvalinate-1	p,p'-DDD	Penconzanol	Chlorpropham	Etoazole
MEP	Tefluthrin	Parathion-methyl	Pyrifenox-E	Chlorpyrifos	Uniconazolep	Terbufos	Tebufenpyrad
EPN	Cypermethrin	Kresoxim-methyl	Diflufenican	Bitertanol	Fensulfothion	Benfuresate	Pyriproxyfen
Fenpropathrin	Thifluzamide	Folpet	Hexaconazole	Isofenphos	Cyhalofop-buthyl	Dimethenamid	Pyrimidifen
Acrinthrin	Acetamidrid	Cyanazine	Thiometon	Quinalphos	Butachlor	Alachlor	Mefenacet
Trifluralin	PAP;	Cadusafos	Diazinon	p,p'-DDE		Metolachlor	Triadimenol
Phosalone	Phenthoate	Tolclofos methyl	Prothiofos	Rrimiphos-methyl		Diethofencarb	Etrimfos
Cyhalothrin	Endrin	Pretilachlor	Difenoconazole	o,p'-DDT		Fenthion	Chlorobenzilate
β-CVP	Deltamethrin	Malathion	Pyridaben	Halfenprox		Fludioxonil	Esprocarb
Flucythrinate	β-BHC	Captafol	Teraconazole	Bhoprophos		Methoprene	Thenylchlor
Butamifos	α-BHC	Flutolanil	Chiomethionate	Dichlorvos		Paclobotrazol	Tricyclazole
γ-BHC			Bifenthrin			Flusilazole	Isoprocarb
Captan			Inabenfide			Cyproconazole	
Imibenconazole			Myclobutanil				

Следует отметить, что в случае одинаковой чувствительности анализа в режимах EI и NCI последний является более предпочтительным при анализе образцов со сложной матрицей.