Pestizidanalytik in Trauben mit LV-DTD/DMI-GC/TOF-MS


Erste Ansätze


In diesem Artikel wird die Kombination eines hochentwickelten, automatisierten Injektionssystems mit einem Time-of-Flight-Massenspektrometer für die Pestizid-Rückstandsanalytik in einer Traubenmatrix vorgestellt. Die Linearität und die Reproduzierbarkeit der Methode wurde mit einer dotierten Traubenmatrix-Probe überprüft.

Material und Methoden


Die Proben werden in Standard-Vials auf dem Autosampler-Rack positioniert.

SJAAK DE KONING*, RALF LÖSCHER* UND PETER HORST TABLACK**

* S. de Koning, R. Lösch, Leco Instruments GmbH, 41199 Mönchengladbach
** P. H. Tablack, Atlas Deutschland GmbH, 99441 Magdeburg

HOCHDURCHSATZANALYTIK

1 Eine Systemkombination zur Pestizidanalytik: Leco Pegasus III GC/TOF-MS, Agilent GC6890N, Atlas Focus xyz Autosampler und Atlas Optic Multiinjektor mit DTD-Injektorkorb

2a Gefrattert DTD-Liner mit magnetischer Verschlussskappe und Mikro-Vial
2b DTD-Liner mit Mikro-Vial nach Gebrauch

66

LaborPraxis - Dezember 2002

**Ergebnisse**

*Linearität der Injektion*

In einer Serie von Injektionen wurde die Linearität der Injektion bezogen auf das Injektionsvolumen getestet. Hierzu

4 **Linearität der Injektion:**
Ein Pesticid-Mix wurde im LV-DTD-Modus mit einem Injektionsvolumen von 1, 2, 3, 4 und 5 μl injiziert. Am Beispiel von Chlormephos (links) und Quinalphos (rechts) wird gezeigt, dass die Response über den gesamten Injektionsbereich linear ist.

5 **Matrixkalibrierung:**
Eine Traubenmatrix mit einer Matrixkonzentration von 4,68 mg/ml wurde mit einem Pesticid-Mix auf verschiedenen Konzentrationsleveln gespickt. Die Endkonzentrationen waren 0,01; 0,025; 0,05; 0,1 und 0,2 μg/ml. Am Beispiel von Vinclozolin (links) und Oxadiazon (rechts) ist die Linearität der Kalibrierung über den gesamten Kalibrationsbereich gezeigt.

LaborPraxis – Dezember 2002
wurde ein Pestizid-Mix (je ca. 0,4 ng/µl) in Ethylacetat mit einem Volumen von 1, 2, 3, 4 bzw. 5 µl injiziert. Die Wiederfindung war über den gesamten Volumenbereich linear (Abb. 4), so dass für die nachfolgenden Experimente mit einem Injektionsvolumen von 5 µl gearbeitet wurde, um eine hohe Nachweisempfindlichkeit zu erzielen.

**Matrixkalibrierung**

Matrixstandards wurden auf der Basis einer pestizidfreien Traubenmatrix hergestellt, die mit einem Pestizid-Mix auf unterschiedliche Konzentrationen von 0,01, 0,025, 0,05, 0,1 und 0,2 µg/ml dotiert wurde. Die Extraktkonzentration in den Proben lag bei 4,68 mg/ml. Die eingestellten Konzentrationen entsprechen Gehalten von ca. 2 bis 40 ppb, was im unteren Konzentrationsbereich der Diät-VO bezüglich Babynahrungsmitteln (10 ppb) entspricht. Von jedem Dotierungslevel wurde eine Doppelbestimmung durchgeführt. Die resultierenden Datensätze wurden mit der Leco ChromaTOF Software prozessiert und eine Kalibrierkurve aufgebaut. Einige Kalibrierungen sind in Abbildung 5 dargestellt.

**Dekonvolution**


**Reproduzierbarkeit**

Von größtem Interesse ist die Reproduzierbarkeit eines komplexen Injektionsvorganges wie der LV-DTD/DMI Injektion. Um die Reproduzierbarkeit der Analysemethode zu überprüfen, wurde Traubenmatrix mit einer Pestizidmischung auf eine Konzentration von 0,05 µg/ml dotiert. Zehn Wiederholungsproben über LV-DTD/DMI-Injektion wurden durchgeführt und die Datensätze über die ChromaTOF Software unter Verwendung der oben genannten Matrixkalibrierung ausgewertet. Mittelwerte und Standardabweichungen der Retentionszeit und der ermittelten Flächenwerte der einzelnen Pestizide wurden ermittelt (s. Bildunterschrift Abb.6).

**Fazit**


**Danksagungen**

Für die Herstellung und Überlassung von Matrix-Extrakten und Pestizid-Standardmischungen sowie die fachliche Unterstützung danken wir der Fa. Dr. Specht & Partner, Hernburg, speziell Herrn Dr. Günter Lach, Herrn Dr. Manfred Linkerhängr sowie Herrn Markus Oeßen.

**Literatur**


**Weitere Informationen über:**

[www.laborpraxis.de](http://www.laborpraxis.de)

- Hier erfahren Sie mehr zum Pegasus III GC/TOF-MS von Leco
- Weitere Details zum Optic 3 von Atas
- Weitere Details zum Focus von Atas
- Zahlreiche Applikationen mit GC/TOF-MS zum Download

**Kennziffer:**

302