

OpenLab 머무름 시간 고정 마법사를 이용한 8860의 유기염소계 농약 머무름 시간 고정

저자

Ian Eisele

개요

머무름 시간 고정(RTL) 마법사(Agilent OpenLab CDS 기능)를 이용하여 Agilent 8860 가스 크로마토그래피의 머무름 시간 안정성을 입증하였습니다. Heptachlor epoxide를 고정 화합물로 사용한, 20종 염소계 농약을 포함하는 표준물질의 분석은 컬럼 유지보수 전/후의 탁월한 피크 분리능 및 머무름 시간 반복성을 보여줍니다.

서론

정기적인 유지보수 후, 그리고 다양한 기기 간에서 일관된 머무름 시간의 유지는 실험실 생산성 향상을 위한 간단한 방법입니다. 일관된 머무름 시간은 검량 테이블 및 적분 이벤트의 업데이트 필요성을 제거합니다. 또한, 다양한 기기에서의 분석법 공유로 그 결과를 보다 쉽게 비교할 수 있습니다.

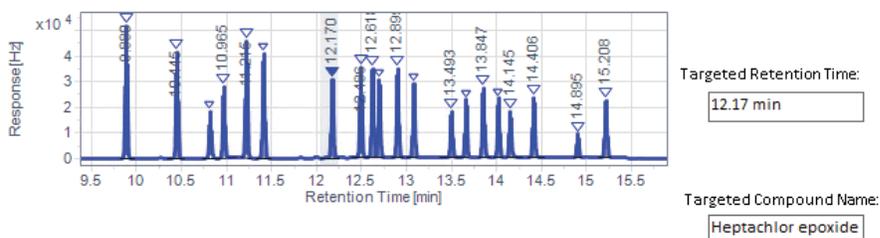
OpenLab CDS에 포함된 RTL 마법사는 고정 프로세스를 통해 새로운 사용자를 가이드하도록 설계되었으며, 숙련된 사용자를 위해서는 충분히 간소화되었습니다. 이 마법사는 다양한 주입구 압력에서 표준물질의 세 번 주입으로 머무름 시간 대 압력(RT 대 P) 검량을 수행함으로써 분석법 고정 프로세스를 자동화합니다. 이 검량은 단 한번의 수행으로 분석법의 주입구 압력을 자동 조정하여 머무름 시간을 재조정하는 데 쓰입니다. 컬럼 교체 또는 끝단 자름, 새로운 시스템으로 이동 또는 대기압에서 진공 검출기로 변경 후 분석법은 재조정해야 할 수 있습니다. 분석법의 재고정은 단일 실행으로 진행합니다.

To complete the RTL calibration, the wizard will perform three runs. The first run is completed at a flow/pressure lower than the method setpoint, the second run is completed at the flow/pressure in the method, and the third run is completed at a higher flow/pressure than the method setpoint. Specify the pressure change for runs 1 and 3, and specify the sample vials for each of the runs. For liquid samples, this can be the same vial. For headspace samples, prepare three separate vials.

Run #	% Change in Pressure	Pressure	Vial Number
1	<input type="text" value="-15%"/>	8.1099 psi	<input type="text" value="202"/>
2		9.5411 psi	<input type="text" value="202"/>
3	<input type="text" value="+15%"/>	10.972 psi	<input type="text" value="202"/>

Injection Source:

From the chromatogram or table below, please select the retention time of your locking compound. If you wish to set that retention time to a specific value, please enter that in the "Targeted Retention Time" box.

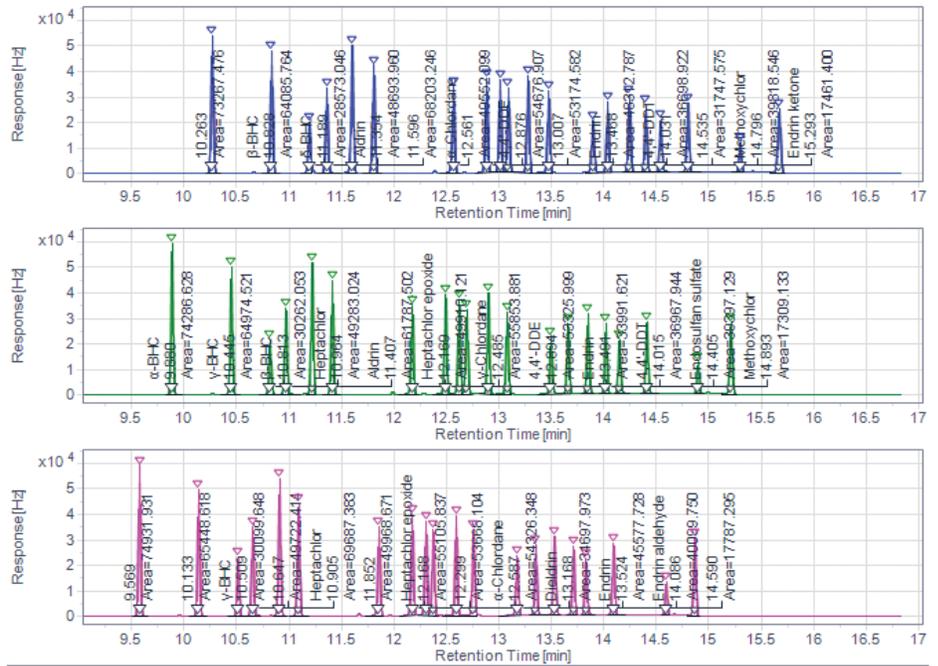


Peak Number	Compound Name	Retention Time	Area
5	6-BHC	11.2150	59668.5294
6	Aldrin	11.4081	56607.5475
7	Heptachlor epoxide	12.1704	42782.9757
8	γ-Chlordane	12.4861	50124.3991
9	α-Chlordane	12.6176	48888.6957
10	Endosulfan	13.2991	43845.0757

그림 1. 머무름 시간 고정 마법사 설정 화면

RTL 마법사 실행 후, 설정한 수집 및 처리 분석법의 선택 메시지를 사용자에게 표시합니다. 그 다음, 사용자는 이전에 분석한 표준물질 크로마토그램을 선택하고 고정 화합물을 선택합니다(그림 1). 좋은 고정 화합물은 크로마토그램의 중요한 부분에서 쉽게 식별할 수 있으며 잘 분리된 피크를 보입니다. 그런 다음, 주입구 상/하부 압력을 조정하거나 기본값으로 유지할 수 있습니다. 컬럼 제어 모드가 유속 또는 압력의 어떠한 설정이든, RTL 마법사는 항상 초기 주입구 압력으로 계산됩니다. 그런 다음, RTL 마법사는 세 번의 주입을 수행하고, 사용자가 각각의 결과 크로마토그램에서 고정 화합물을 식별하도록 유도합니다(그림 2). 저장 시 분석법은 고정됩니다.

For each of the completed RTL runs, select the peak you are locking



Retention Time for peak from Run 1:

Retention Time for peak from Run 2:

Retention Time for peak from Run 3:

Back

Next

Cancel

그림 2. 고정 실행의 표적 화합물 선택

실험

OpenLab RTL 마법사는 분할/비분할 주입구와 전자 포획 검출기를 갖춘 8860 GC로 입증하였습니다. 20종의 염소계 농약을 포함한 표준물질을 2ppm으로 희석하고 Agilent DB-CLP1 컬럼(p/n 123-8232)에 주입했습니다. 주입은 표 1의 분석법 조건으로 수행하였으며, 10회 주입에 걸쳐 머무름 시간 반복성을 시험했습니다 (표 2). 고정 화합물로 heptachlor epoxide를 선택했고, 주입구 압력은 분석법 설정값의 $\pm 15\%$ 으로 변경하였습니다. 컬럼 유지보수로 주입구 쪽 컬럼 끝단을 약 50cm 잘라내어 모의 시험하였습니다. 표준물질을 다시 주입하고, 컬럼 끝단 자름 이후의 머무름 시간 이동을 기록하였습니다. RTL 마법사 수행으로 분석법을 재고정하고, 재수행으로 머무름 시간 고정의 성공 여부를 확인하였습니다.

표 1. 분석법 파라미터

자동 시료 주입기(ALS)	
시린지	10 μ L
주입량	0.5 μ L
주입구(SSL)	
모드	펄스(pulsed) 비분할
온도	켜짐, 250°C
압력	9.5411psi
주입 펄스 압력	0.3분 동안 60psi
분할 버림 퍼지 유속	0.5분에 75mL/분
셸텀 퍼지	3mL/분
라이너	Splitless, single taper, Ultra Inert (p/n 5190-2292)
컬럼	
컬럼	Agilent DB-CLP1, 30m \times 320 μ m, 0.25 μ m(p/n 123-8232)
운반 가스	헬륨, 2mL/분, 일정 유속
오븐	
	50°C, 30°C/분으로 135°C까지, 15°C/분으로 300°C까지, 2분 유지
검출기(ECD)	
온도	300°C
보충 가스	60mL/분, N ₂

표 2. 10회 주입에 대한 머무름 시간 반복성 결과

화합물	%RSD	평균 RT	유지보수 후 RT	유지보수 후 Δ RT	재고정 후 RT	재고정 후 Δ RT
α -BHC	0.005	9.881	9.790	0.094	9.884	0.003
γ -BHC	0.007	10.445	10.354	0.094	10.448	0.003
β -BHC	0.008	10.814	10.724	0.092	10.816	0.002
Heptachlor	0.005	10.965	10.873	0.093	10.966	0.001
δ -BHC	0.007	11.216	11.124	0.092	11.216	0.000
Aldrin	0.007	11.408	11.313	0.096	11.409	0.001
Heptachlor epoxide	0.005	12.170	12.076	0.094	12.170	0.000
γ -Chlordane	0.006	12.487	12.394	0.093	12.487	0.000
α -Chlordane	0.005	12.617	12.523	0.095	12.618	0.001
Endosulfan I	0.007	12.690	12.595	0.097	12.692	0.002
4,4'-DDE	0.006	12.895	12.803	0.092	12.895	0.000
Dieldrin	0.007	13.075	12.980	0.094	13.074	0.001
Endrin	0.004	13.493	13.397	0.096	13.493	0.000
4,4'-DDD	0.005	13.655	13.563	0.091	13.654	0.001
Endosulfan II	0.004	13.847	13.750	0.096	13.846	0.001
4,4'-DDT	0.006	14.016	13.923	0.091	14.014	0.002
Endrin aldehyde	0.006	14.144	14.048	0.095	14.143	0.001
Endosulfan sulfate	0.004	14.406	14.311	0.094	14.405	0.001
Methoxychlor	0.007	14.895	14.802	0.090	14.892	0.003
Endrin ketone	0.006	15.208	15.102	0.104	15.206	0.002

결과 및 토의

20종 유기염소계 농약은 8860 GC로 잘 분리되었습니다(그림 3). 머무름 시간 안정성 또한 우수하며, 20종 화합물 모두의 RSD는 0.008%미만이었습니다(표 2). 8.1, 9.5 및 10.9psi의 주입구 압력에서 RTL 마법사를 실행하였습니다. 결과 크로마토그램은 RTL 마법사로 처리하였으며, RT 대 P 검량의 R²는0.999였습니다.

유지보수 모의 시험인 컬럼 끝단 자름 후, 피크는 크로마토그램에서 대략 0.100~0.090분 전에 용리되었습니다(그림 4). 이는 OpenLab 기본 머무름 시간 범위 밖으로 일부 피크가 이동하는 데 충분한 변화입니다. 이러한 RT 이동으로 인해 검량 테이블 조정이 필요할 수 있으나, 이 경우에는 RTL 마법사로 분석하였습니다. RT 대 P 검량을 이용하여, RTL 마법사는 자동으로 주입구 압력을 조절하고 새로운 설정값인 9.1psi를 분석법에 적용했습니다. 새로운 주입구 압력 확인 실행에서는 사전 유지보수 평균 머무름 시간이 0.001분에서 0.003분으로만 이동했습니다. 확인 실행의 모든 피크는 처리 분석법으로 식별되었고, 머무름 시간 조정이 필요하지 않았습니다.

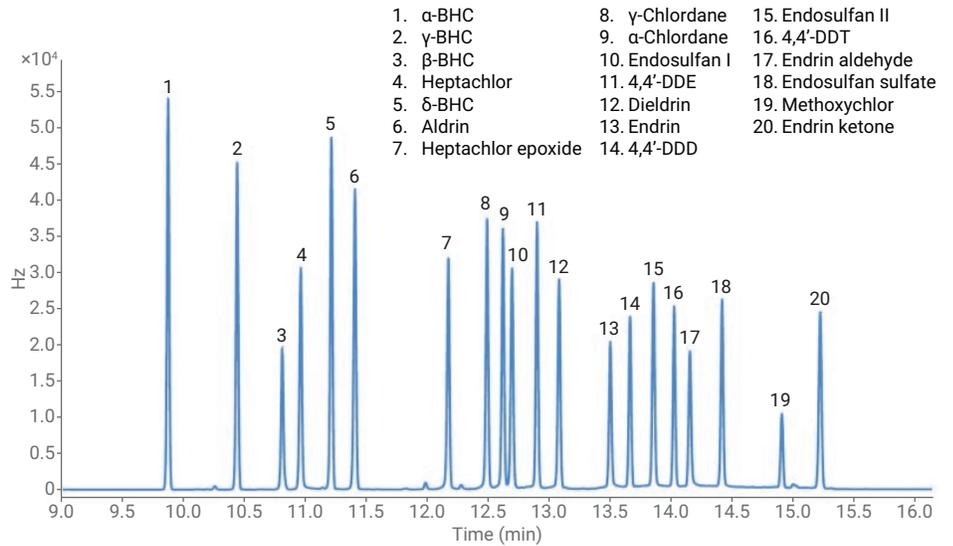


그림 3. DB-CLP1 컬럼으로 분리된 20종 염소계 농약

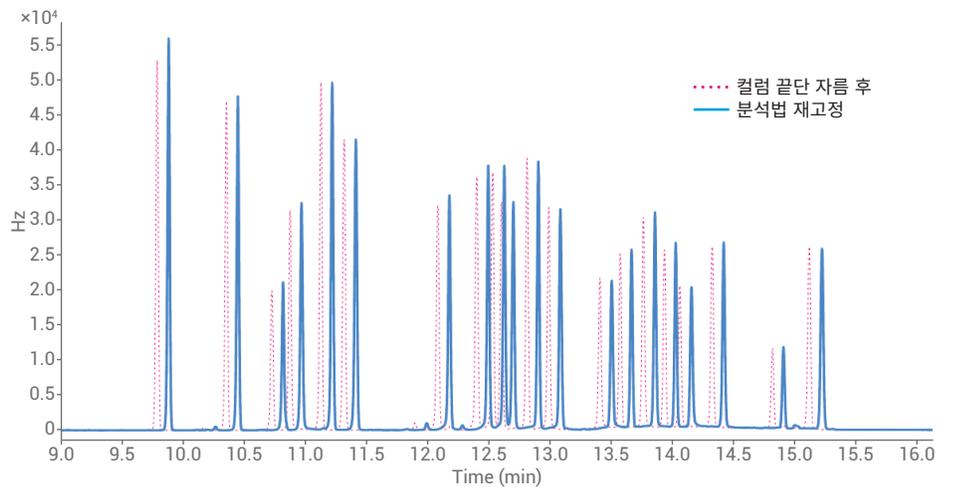


그림 4. 컬럼 유지보수 후 머무름 시간 이동

결론

머무름 시간 고정 마법사 및 8860 GC의 조합은 컬럼 유지보수 후 머무름 시간을 유지하는 간단한 방법으로 입증되었습니다. 분석법의 추가 조정 없이, 머무름 시간을 재고정하고 사전 유지보수 시간을 0.003분 이내로 매칭시킵니다.

참고 문헌

1. Organochlorine Pesticide Analysis Using an Agilent Intuvo 9000 Dual ECD GC System. *Agilent Technologies*, publication number 5991-9000EN, February **2018**.
2. Giarrocco, V.; Quimby, B.; Klee, M. Retention Time Locking: 개념 및 응용. *Agilent Technologies*, publication number 5966-2469E, December **1997**.

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 1월 7일, 한국에서 인쇄
5994-0551KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr