

# Calage des temps de rétention de pesticides organochlorés sur un GC 8860 à l'aide de l'assistant de calage des temps de rétention d'OpenLab

## Auteur

Ian Eisele

## Résumé

L'assistant de calage des temps de rétention (RTL), une fonctionnalité d'OpenLab CDS, a été utilisé pour démontrer la stabilité des temps de rétention obtenus avec un chromatographe en phase gazeuse Agilent 8860. En utilisant l'époxyde d'heptachlore comme composé de calage, l'analyse d'un étalon contenant 20 pesticides chlorés présentait une résolution des pics et une reproductibilité des temps de rétention excellentes, aussi bien avant qu'après une opération de maintenance de la colonne.

## Introduction

Un moyen très simple d'augmenter la productivité du laboratoire est de garantir l'obtention de temps de rétention constants d'un instrument à l'autre et après toute intervention d'entretien courant. Quand les temps de rétention sont constants, il est inutile d'actualiser les tables d'étalonnage et les événements d'intégration. De plus, les méthodes peuvent être exécutées sur plusieurs instruments et leurs résultats plus facilement comparés.

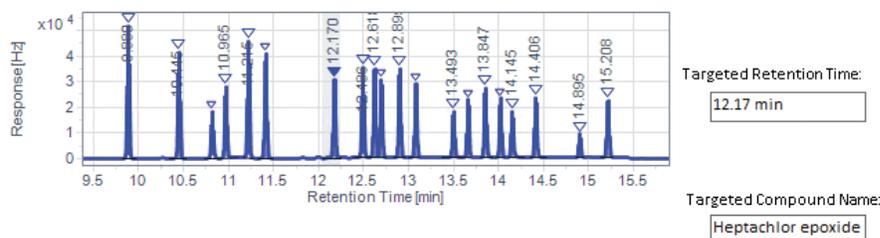
L'assistant RTL inclus dans OpenLab CDS est conçu pour guider les nouveaux utilisateurs durant le processus de calage des temps de rétention, tout en demeurant adapté aux utilisateurs expérimentés. L'assistant permet d'automatiser le processus de calage d'une méthode en réalisant trois injections d'un étalon avec différentes pressions d'injection afin d'obtenir un étalonnage des temps de rétention en fonction de la pression (TR en fonction de P). Cet étalonnage ne doit être effectué qu'une seule fois et il est ensuite utilisé pour recalibrer les temps de rétention en ajustant automatiquement la pression d'injection de la méthode. Il peut être nécessaire de procéder à un nouveau calage des temps de rétention après le remplacement ou le raccourcissement d'une colonne, après son transfert sur un nouveau système ou après le remplacement d'un détecteur fonctionnant à la pression atmosphérique par un détecteur sous vide. La réalisation de ce recalage de méthode ne requiert qu'une seule analyse.

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%"/>	<input type="text" value="8.1099 psi"/>	<input type="text" value="202"/>
2		<input type="text" value="9.5411 psi"/>	<input type="text" value="202"/>
3	<input type="text" value="+15%"/>	<input type="text" value="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.

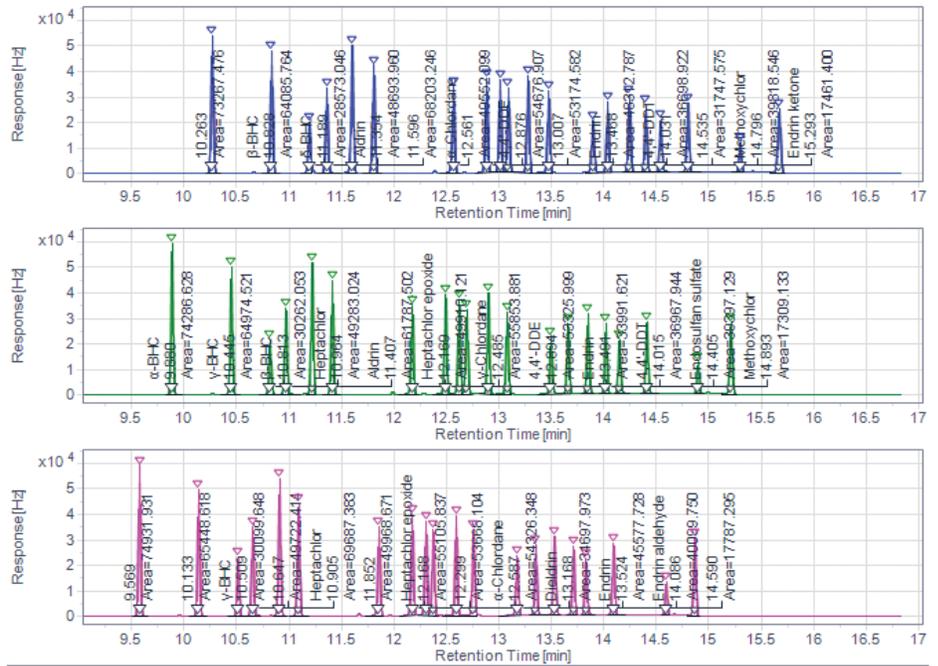


Peak Number	Compound Name	Retention Time	Area
5	6-BHC	11.2150	59668.5294
6	Aldrin	11.4081	56607.5475
7	Heptachlor epoxide	12.1704	42782.9757
8	γ-Chlordane	12.4861	50124.3991
9	α-Chlordane	12.6176	48888.6957
10	Endosulfan	13.2081	43845.8757

Figure 1. Écran de configuration de l'assistant de calage des temps de rétention.

Après le lancement de l'assistant RTL, l'utilisateur est invité à sélectionner une méthode d'acquisition et de traitement existante. L'utilisateur sélectionne ensuite le chromatogramme d'un étalon précédemment analysé et choisit le composé de calage (Figure 1). Un bon composé de calage doit avoir un pic étroit, bien séparé et facilement identifiable dans une région importante du chromatogramme. L'utilisateur peut alors ajuster les pressions d'injection maximum et minimum ou conserver les valeurs par défaut. Que le mode de pilotage de la colonne sélectionné soit débit ou pression, l'assistant RTL réalise toujours les calculs en fonction de la pression d'injection initiale. L'assistant RTL effectue ensuite les trois injections et invite l'utilisateur à identifier le composé de calage dans chacun des chromatogrammes obtenus (Figure 2). La méthode est calée lors de son enregistrement.

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:

Figure 2. Sélection du composé cible pour les analyses de calage.

## Données expérimentales

L'assistant RTL d'OpenLab CDS a été utilisé avec un GC 8860 équipé d'un injecteur split/splitless et d'un détecteur à capture d'électrons (ECD). Un étalon contenant 20 pesticides chlorés a été dilué à 2 ppm et injecté sur une colonne Agilent DB-CLP1 (réf. 123-8232).

Les injections ont été effectuées avec les paramètres de méthode indiqués dans le Tableau 1 et la reproductibilité des temps de rétention a été évaluée sur 10 injections (Tableau 2). L'époxyde d'heptachlore a été sélectionné comme composé de calage et la pression d'injection a été modifiée de  $\pm 15\%$  à partir de la consigne de la méthode. Une maintenance de la colonne a été simulée en la raccourcissant d'environ 50 cm à son extrémité du côté injecteur. L'étalon a été réinjecté et le décalage des temps de rétention après le raccourcissement de la colonne a été enregistré. L'assistant RTL a été utilisé pour recalibrer la méthode et une autre analyse a été effectuée afin de vérifier le calage des temps de rétention.

**Tableau 1.** Paramètres de la méthode.

ALS	
Seringue	10 $\mu$ L
Volume d'injection	0,5 $\mu$ L
Injecteur (SSL)	
Mode	Splitless pulsé
Chauffage	250 °C
Pression	9,5411 psi
Pulse de pression à l'injection	60 psi pendant 0,3 minute
Débit de purge vers l'évent de division	75 mL/min à 0,5 minute
Purge de septum	3 mL/min
Insert	Splitless, simple rétreint, ultra inerte (réf. 5190-2292)
Colonne	
Colonne	Agilent DB-CLP1, 30 m $\times$ 320 $\mu$ m, 0,25 $\mu$ m (réf. 123-8232)
Gaz vecteur	Hélium, 2 mL/min, débit constant
Four	
	50 °C, 30 °C/min jusqu'à 135 °C, 15 °C/min jusqu'à 300 °C, palier de 2 minutes
Détecteur (ECD)	
Chauffage	300 °C
Gaz d'appoint	N <sub>2</sub> à 60 mL/min

**Tableau 2.** Résultats de la reproductibilité des temps de rétention sur 10 injections.

Composé	RSD en %	TR moyen	TR après maintenance	$\Delta$ TR après maintenance	TR après le nouveau calage	$\Delta$ TR après le nouveau calage
$\alpha$ -BHC	0,005	9,881	9,790	0,094	9,884	0,003
$\gamma$ -BHC	0,007	10,445	10,354	0,094	10,448	0,003
$\beta$ -BHC	0,008	10,814	10,724	0,092	10,816	0,002
Heptachlore	0,005	10,965	10,873	0,093	10,966	0,001
$\delta$ -BHC	0,007	11,216	11,124	0,092	11,216	0,000
Aldrine	0,007	11,408	11,313	0,096	11,409	0,001
Heptachlore époxyde	0,005	12,170	12,076	0,094	12,170	0,000
$\gamma$ -chlordane	0,006	12,487	12,394	0,093	12,487	0,000
$\alpha$ -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
Dieldrine	0,007	13,075	12,980	0,094	13,074	0,001
Endrine	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
Endrine aldéhyde	0,006	14,144	14,048	0,095	14,143	0,001
Sulfate d'endosulfan	0,004	14,406	14,311	0,094	14,405	0,001
Méthoxychlore	0,007	14,895	14,802	0,090	14,892	0,003
Endrine cétone	0,006	15,208	15,102	0,104	15,206	0,002

## Résultats et discussion

Les 20 pesticides organochlorés ont été séparés avec une bonne résolution par le GC 8860 (Figure 3). La stabilité des temps de rétention était excellente, avec une RSD inférieure à 0,008 % pour l'ensemble des 20 composés (Tableau 2). L'assistant RTL a été utilisé à des pressions d'injection de 8,1, 9,5 et 10,9 psi. Les chromatogrammes obtenus ont été traités dans l'assistant RTL et le  $R^2$  était de 0,999 pour l'étalonnage des TR en fonction de P.

Une fois la colonne raccourcie pour simuler une maintenance, l'éluion des pics s'est produite environ 0,090 à 0,100 minute plus tôt dans le chromatogramme (Figure 4).

Ce décalage était suffisant pour déplacer certains pics hors des fenêtres de temps de rétention par défaut d'OpenLab.

Ce décalage des TR aurait normalement requis des ajustements dans la table d'étalonnage, mais dans cette étude, l'analyse a été effectuée dans l'assistant RTL. À l'aide de l'étalonnage des TR en fonction de P, l'assistant RTL a réalisé automatiquement tous les ajustements de la pression d'injection nécessaires et appliqué la nouvelle consigne de 9,1 psi à la méthode. Une analyse de confirmation avec la nouvelle pression d'injection présentait un décalage de seulement 0,001 à 0,003 minute par rapport aux temps de rétention moyens obtenus avant la maintenance. Tous les pics de l'analyse de confirmation ont été identifiés par la méthode de traitement et aucun temps de rétention n'a requis d'ajustement.

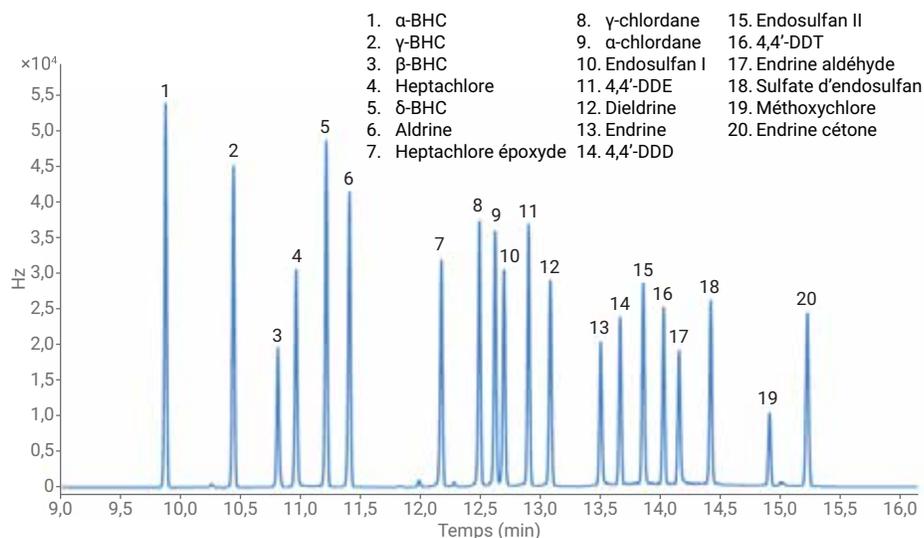


Figure 3. Vingt pesticides chlorés séparés sur une colonne DB-CLP1.

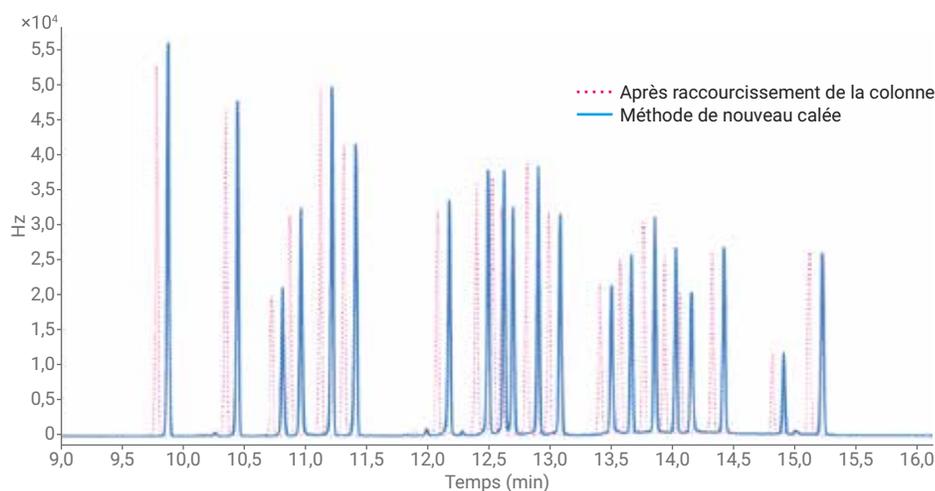


Figure 4. Décalage des temps de rétention après maintenance de la colonne.

## Conclusions

L'utilisation de l'assistant de calage des temps de rétention avec le GC 8860 a constitué un moyen simple de conserver les mêmes temps de rétention après une maintenance de la colonne. Un nouveau calage des temps de rétention a été effectué et ils correspondaient aux temps de rétention obtenus avant la maintenance avec un écart maximal de 0,003 minute, sans qu'il soit nécessaire de procéder à d'autres ajustements de la méthode.

## Références

1. Organochlorine Pesticide Analysis Using an Agilent Intuvo 9000 Dual ECD GC System. *Agilent Technologies*, numéro de publication 5991-9000EN, février **2018**.
2. Giarrocco, V.; Quimby, B.; Klee, M. Retention Time Locking: Concepts and Applications. *Agilent Technologies*, numéro de publication 5966-2469EN, décembre **1997**.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Imprimé aux États-Unis, le 7 janvier 2019  
5994-0551FR