

Blocco del tempo di ritenzione di pesticidi organoclorurati con un sistema 8860 usando la procedura guidata di Retention Time Locking di OpenLab

Autore

Ian Eisele

Abstract

La procedura guidata di retention time locking (RTL) (una funzione di Agilent OpenLab CDS) è stata usata per dimostrare la stabilità dei tempi di ritenzione su un gascromatografo Agilent 8860. Usando l'eossido di eptacloro come composto di riferimento, l'analisi di uno standard contenente 20 pesticidi clorurati ha mostrato un'eccellente risoluzione dei picchi e ripetibilità dei tempi di ritenzione prima e dopo un intervento di manutenzione della colonna.

Introduzione

Mantenere tempi di ritenzione costanti dopo la manutenzione ordinaria e in strumenti diversi è un modo semplice per aumentare la produttività del laboratorio. Quando i tempi di ritenzione sono costanti, non è necessario aggiornare le tabelle di calibrazione e gli eventi di integrazione. I metodi possono essere condivisi su più strumenti, facilitando così il confronto dei risultati.

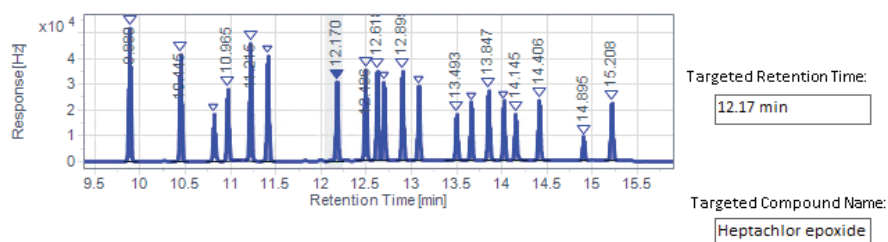
La procedura guidata di RTL inclusa in OpenLab CDS è ideata per guidare i nuovi utilizzatori ma è comunque abbastanza semplificata anche per gli utilizzatori esperti. La procedura guidata automatizza il processo di locking di un metodo mediante tre iniezioni di uno standard variando le pressioni all'iniettore per costruire una calibrazione del tempo di ritenzione rispetto alla pressione (RT rispetto a P). Questa calibrazione deve essere effettuata solo una volta e sarà usata per bloccare nuovamente i tempi di ritenzione tramite la regolazione automatica della pressione all'iniettore del metodo. Può essere necessario ribloccare un metodo dopo aver sostituito o tagliato le colonne, essere passati a un nuovo sistema o da un rivelatore a pressione atmosferica a uno sotto vuoto. Bloccare nuovamente un metodo richiede una sola analisi.

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.

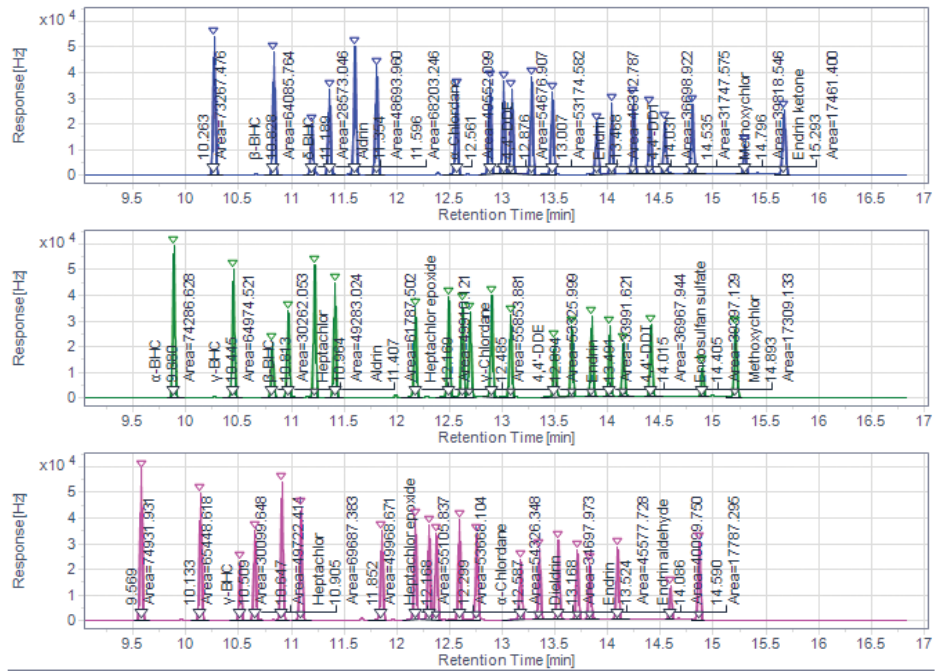


Peak Number	Compound Name	Retention Time	Area
5	6-BHC	11.2150	59668.5294
6	Aldrin	11.4081	56607.5475
7	Heptachlor epoxide	12.1704	42782.9757
8	γ-Chlordane	12.4861	50124.3991
9	α-Chlordane	12.6176	48888.6957
10	Endosulfan	13.2991	43845.8757

Figura 1. Schermata delle impostazioni della procedura guidata di retention time locking.

Dopo aver lanciato la procedura guidata di RTL, viene chiesto all'utilizzatore di selezionare un metodo di acquisizione e di processamento stabilito. L'utilizzatore quindi seleziona un cromatogramma di uno standard analizzato in precedenza e sceglie il composto di riferimento (Figura 1). Un buon composto di riferimento deve avere un picco facilmente identificabile e ben risolto in una parte fondamentale del cromatogramma. Il valore superiore e inferiore della pressione all'iniettore può quindi essere regolato o lasciato ai valori predefiniti. La procedura guidata di RTL esegue sempre i calcoli a partire dalla pressione all'iniettore iniziale, sia che la modalità di controllo della colonna sia impostata su flusso o su pressione. La procedura guidata di RTL quindi effettua le tre iniezioni e chiede all'utilizzatore di identificare il composto di riferimento in ciascuno dei cromatogrammi risultanti (Figura 2). Una volta salvato, il metodo è bloccato.

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

Figura 2. Selezione del composto target dalle analisi RTL.

Condizioni sperimentali

La procedura guidata di RTL OpenLab è stata mostrata su un GC 8860 dotato di iniettore split/splitless e di rivelatore a cattura di elettroni. Uno standard contenente 20 pesticidi clorurati è stato diluito a 2 ppm e iniettato su una colonna Agilent DB-CLP1 (codice 123-8232). Le iniezioni sono state effettuate nelle condizioni del metodo elencate nella Tabella 1 e la ripetibilità del tempo di ritenzione è stata testata su 10 iniezioni (Tabella 2). L'eossido di eptacloro è stato selezionato come composto di riferimento e la pressione all'iniettore è stata variata del $\pm 15\%$ rispetto al valore impostato nel metodo. La manutenzione della colonna è stata simulata tagliandola all'incirca a 50 cm dall'estremità dell'iniettore. Lo standard è stato iniettato di nuovo ed è stato registrato lo spostamento del tempo di ritenzione dopo il taglio della colonna. Per ribloccare il metodo è stata seguita la procedura guidata di RTL ed è stata effettuata un'altra analisi per verificare il successo del retention time locking.

Tabella 1. Parametri del metodo.

ALS	
Siringa	10 μ L
Volume di iniezione	0,5 μ L
Iniettore (SSL)	
Modalità	Splitless pulsato
Riscaldatore	Acceso, 250 °C
Pressione	9,5411 psi
Pressione dell'impulso di iniezione	60 psi per 0,3 minuti
Flusso di spurgo allo split vent	75 mL/min a 0,5 minuti
Septum purge	3 mL/min
Liner	Splitless, single taper, Ultra Inert (codice 5190-2292)
Colonna	
Colonna	Agilent DB-CLP1, 30 m \times 320 μ m, 0,25 μ m (codice 123-8232)
Gas di trasporto	Elio, 2 mL/min, flusso costante
Forno	
	50 °C, 30 °C/min fino a 135 °C, 15 °C/min fino a 300 °C, isoterma due minuti
Rivelatore (ECD)	
Riscaldatore	300 °C
Gas di make up	N ₂ a 60 mL/min

Tabella 2. Risultati di ripetibilità del tempo di ritenzione su 10 iniezioni.

Composto	%RSD	RT Medio	RT dopo manutenzione	Δ RT dopo manutenzione	RT dopo relock	Δ RT dopo relock
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
Eptacloro	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
Eossido di eptacloro	0,005	12,170	12,076	0,094	12,170	0,000
γ -clordano	0,006	12,487	12,394	0,093	12,487	0,000
α -clordano	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-aldeide	0,006	14,144	14,048	0,095	14,143	0,001
Endosulfan solfato	0,004	14,406	14,311	0,094	14,405	0,001
Metossicloro	0,007	14,895	14,802	0,090	14,892	0,003
Endrin-chetone	0,006	15,208	15,102	0,104	15,206	0,002

Risultati e discussione

I 20 pesticidi organoclorurati sono stati ben risolti dal GC 8860 (Figura 3). Anche la stabilità dei tempi di ritenzione era eccellente, con tutti e 20 i composti che mostravano valori in termini di % RSD minori di 0,008 (Tabella 2). La procedura guidata di RTL è stata condotta per pressioni all'iniettore di 8,1, 9,5 e 10,9 psi. I cromatogrammi risultanti sono stati elaborati attraverso la procedura di RTL e la calibrazione di RT rispetto a P ha fornito un R^2 di 0,999.

Dopo aver tagliato la colonna per simulare la manutenzione, i picchi sono eluiti all'incirca da 0,100 a 0,090 minuti prima nel cromatogramma (Figura 4). Questo spostamento è stato sufficiente a far uscire alcuni picchi dalla finestra predefinita dei tempi di ritenzione di OpenLab. Questo spostamento di RT avrebbe richiesto la correzione della tabella di calibrazione ma, in questo caso, l'analisi è stata effettuata con la procedura guidata di RTL. Usando la calibrazione di RT rispetto a P, la procedura guidata di RTL ha effettuato automaticamente le correzioni necessarie della pressione all'iniettore e ha impostato il nuovo valore di 9,1 psi al metodo. Un'analisi di conferma con la nuova pressione all'iniettore ha determinato uno spostamento di soli 0,001-0,003 minuti rispetto ai tempi di ritenzione medi prima della manutenzione. Tutti i picchi nell'analisi di conferma sono stati identificati dal metodo di processamento e non è stato necessario correggere alcun tempo di ritenzione.

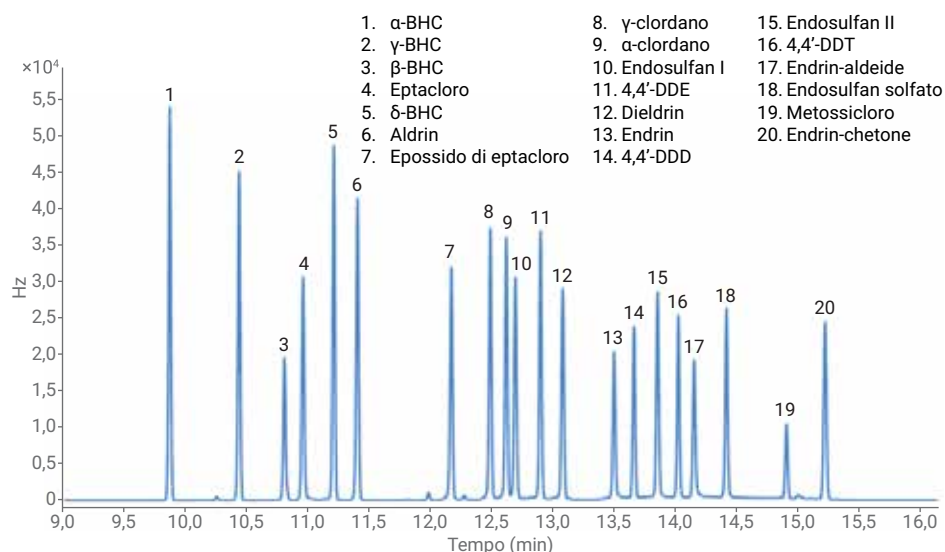


Figura 3. Venti pesticidi clorurati separati su una colonna DB-CLP1.

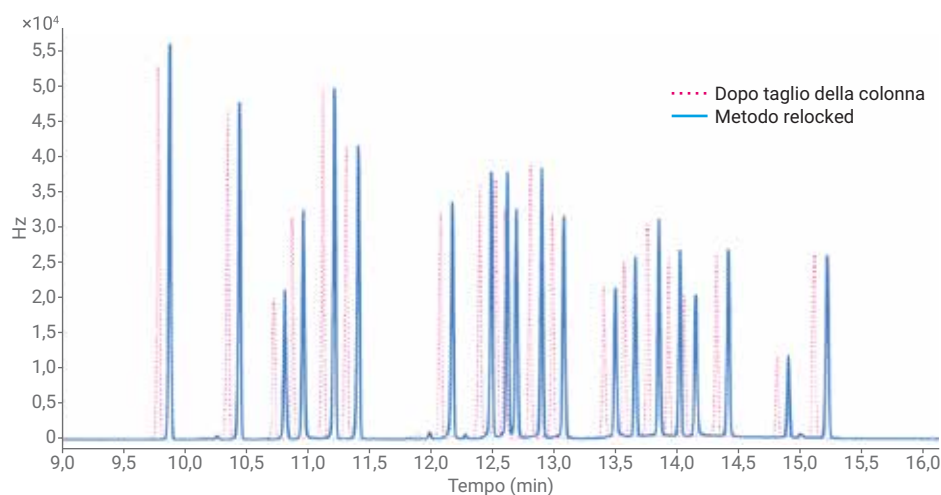


Figura 4. Spostamento del tempo di ritenzione dopo manutenzione della colonna.

Conclusioni

La combinazione del GC 8860 con la procedura guidata di retention time locking si è dimostrata un metodo semplice per conservare i tempi di ritenzione dopo la manutenzione della colonna. I tempi di ritenzione sono stati ribloccati e corrispondevano ai tempi prima della manutenzione $\pm 0,003$ minuti senza la necessità di effettuare ulteriori aggiustamenti al metodo.

Bibliografia

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: Concepts and Applications. *Agilent Technologies*, publication number 5966-2469E, December **1997**.

www.agilent.com/chem

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Stampato negli Stati Uniti, 7 gennaio 2019
5994-0551ITE