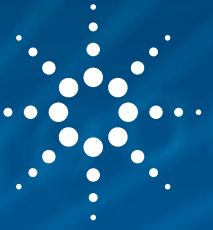


AGILENT INTUVO 9000 GC를 위한 농약성분 머무름 시간 라이브러리 업데이트



Intuvo 제품의 머무름 시간 라이브러리를 어떻게
업데이트하는지 알아보세요



개요

새로운 가스 크로마토그래피(GC) 시스템에 분석법을 적용할 때, 일반적인 워크플로를 시작하기 전에 주요 분석성분의 머무름 시간을 확인할 것이 권장됩니다. 2개의 유사한 GC 시스템에서 머무름 시간이 시스템 구성 또는 컬럼 변동으로 인해 종종 달라질 수 있기 때문입니다. 머무름 시간 고정(RTL) 기능을 통해 여러 시스템에서 머무름 시간이 재현될 수 있습니다.

머무름 시간 데이터베이스를 사용하면, P&EP MRM 데이터베이스 머무름 시간을 적용해 농약성분을 분석하는 경우 머무름 시간이 기존의 데이터베이스와 일치하도록 추가 단계를 거치거나 새로운 시스템의 머무름 시간을 반영하도록 분석법을 업데이트해야 합니다.

이 기술적 개요에서는 Agilent Intuvo 9000 GC의 농약성분 분석 다중 반응 모니터링(MRM) 분석법에서 어떻게 머무름 시간을 고정하는지와 P&EP MRM 데이터베이스의 이점을 누리기 위해 차후 어떻게 머무름 시간을 업데이트하는지에 대해 안내합니다.

Extractor 또는 비활성 이온화원의 일반적인 워크플로는 다음 단계대로 진행됩니다.

1. 머무름 시간 고정 크로마토그램 생성
2. dMRM 분석법 및 확장된 왼쪽/오른쪽 RT 델타 시간대로 데이터 수집
3. Quantitative Analysis를 이용해 머무름 시간 업데이트
4. 새로운 머무름 시간을 dMRM 분석법으로 가져오기
5. 분석법 검증

추가 정보는 다음 사이트에서 확인하십시오.

www.agilent.com



Agilent Technologies

머무름 시간 고정

농약성분 분석을 반복하기 위한 새 시스템을 설정할 때는 2개의 시스템 간 머무름 시간을 일치시키기 위해 RTL을 사용합니다. RTL 검량 시 시스템은 서로 다른 유속 또는 압력하에서 5개의 데이터 파일을 수집합니다 (그림 1).

RTL 검량 데이터 수집 전에 RTL 화합물의 질량 및 고정 화합물이 담긴 표준물질 바이알 번호를 입력했습니다. 농약 분석의 고정 화합물로는 Chlorpyrifos methyl 이 흔히 사용됩니다. Chlorpyrifos methyl 고정을 위해 스캔된 질량은 질량 스펙트럼에서 선택되었으며, 일반적으로 20분 분석법에서 9.143분에 고정됩니다. 일반적인 20분짜리 농약성분 분석의 경우, 이 과정의 소요 시간은 대략 3시간입니다. 여기에는 RTL 화합물 질량 분석에 방해가 될 수 있는 이전 분석에서의 잔류 성분을 확실히 제거하기 위한 초기 Clean Out 실행이 포함됩니다.

RTL 검량 데이터를 수집한 후 고정 화합물의 머무름 시간을 입력하고, 원하는 머무름 시간을 얻기 위해 유속을 (검량 데이터로부터) 조정했습니다(그림 2).

dMRM 데이터 수집

새로운 시스템의 머무름 시간을 고정한 후, MRM 시간대가 여전히 정확한지 여부를 확실하기 위해 크로마토그램 전체를 아울러 중요 화합물의 머무름 시간을 확인하였습니다. MRM 분석법은 dMRM 분석법으로 변환되었습니다(그림 3).

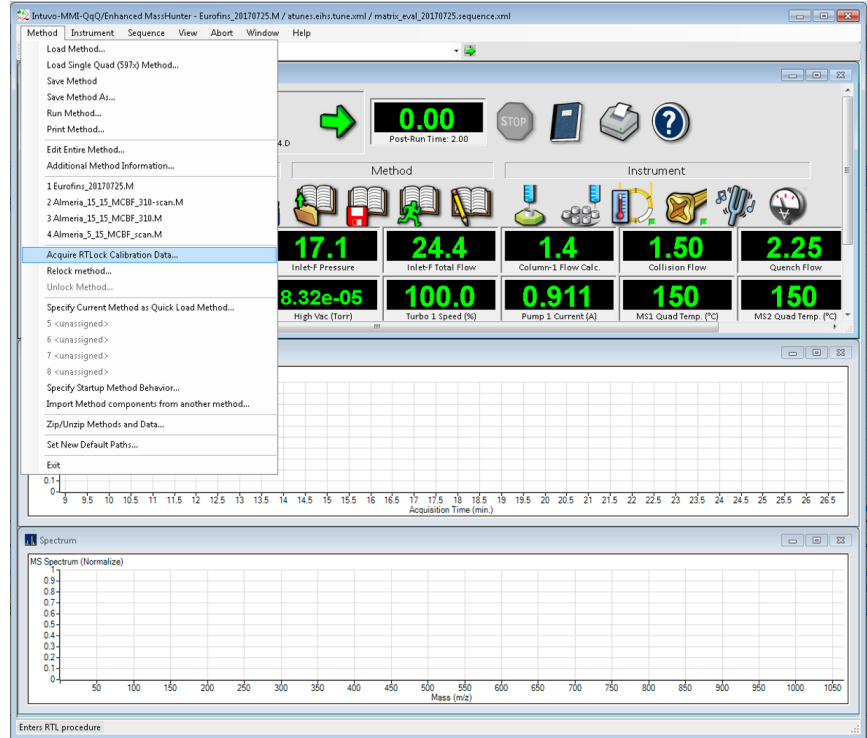


그림 1. Acquire RTL Calibration Data 명령은 분석법 리스트에서 쉽게 접근할 수 있습니다. 이 명령을 통해 새로운 RTL 검량 데이터를 수집할 수 있습니다. 최초의 검량이 완료된 후, **Relock Method** 기능을 사용할 수 있음

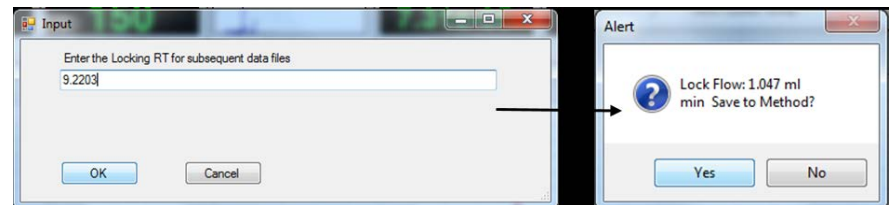


그림 2. 원하는 고정 화합물 머무름 시간을 입력한 후, 선택된 머무름 시간 달성을 위해 시스템이 유속을 조정

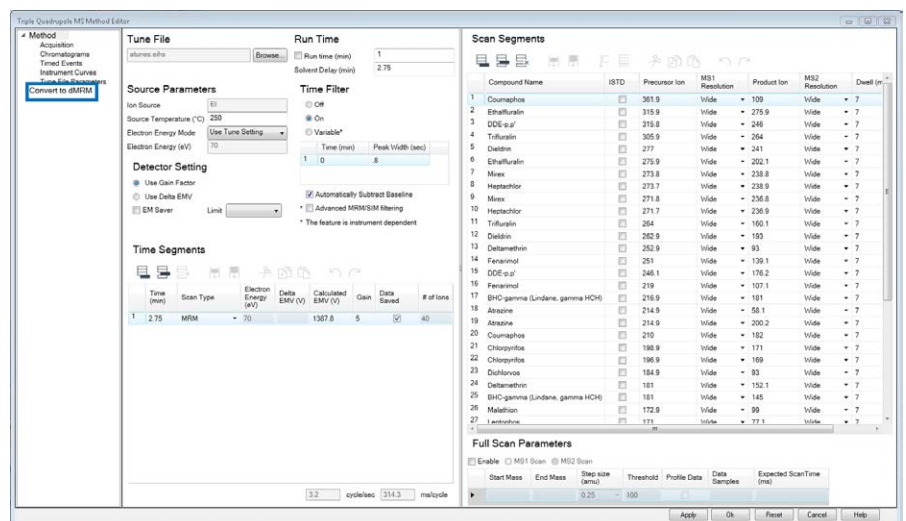


그림 3. 시간 세그먼트 기반의 MRM 분석법은 애질런트 MassHunter Acquisition 소프트웨어를 통해 쉽게 dMRM 분석법으로 변경됨

새로운 dMRM 분석법은 기존의 MRM transitions를 유지하도록 하였습니다. 이전에 지정된 각 세그먼트의 시작 및 종료 시간 평균치를 구해 소프트웨어가 분석성분 머무름 시간을 계산했습니다(그림 4).

dMRM 분석법에서 왼쪽 및 오른쪽 델타 시간대가 모두 **Overwrite RT Delta** 기능을 이용해 2분으로 확장되었습니다(그림 5).

dMRM 분석법의 화합물 및 transitions 수에 따라 동시 발생 MRM 최대허용치(200)를 초과할 수 있습니다(그림 6).

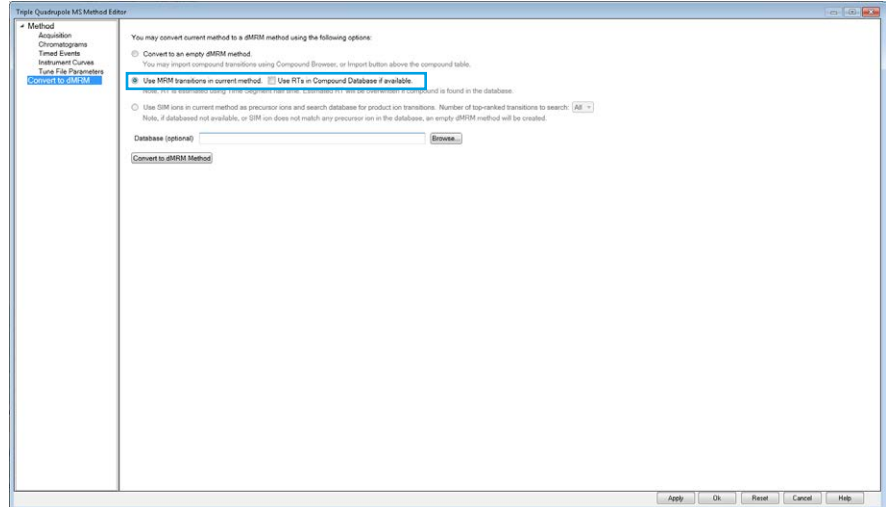


그림 4. dMRM 분석법으로 변경 시 현재 분석법의 MRM transitions이 사용됨

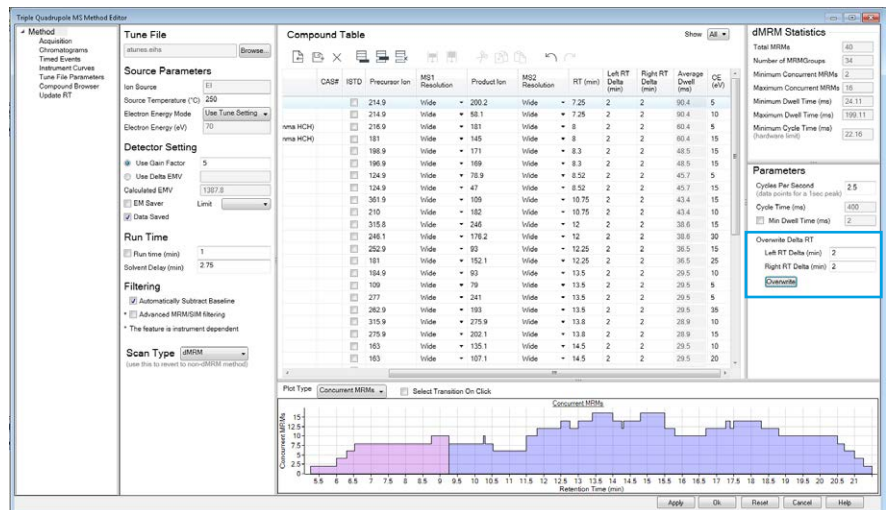


그림 5. 왼쪽 및 오른쪽 머무름 시간 델타를 모두 덮어쓰기함으로써 MRM transition 시간대를 확장하여 머무름 시간이 조금 변경되더라도 모든 분석성분을 검출 가능하도록 함

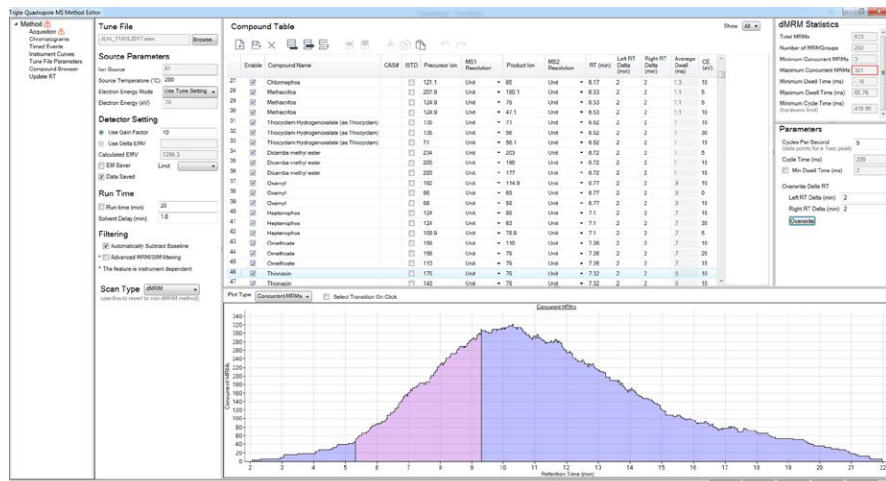


그림 6. 왼쪽 및 오른쪽 머무름 시간 델타를 2분으로 설정하여 동시 발생 MRM 최대허용치를 초과하는 대량 분석성분 및 transitions 수를 포함한 dMRM 분석법

왼쪽 및 오른쪽 RT 델타 시간대는 1분 또는 0.5분으로 좁혀져 목표 분석성분 식별에 충분한 시간대 넓이를 유지하면서 동시 발생 MRM 수가 줄어들었습니다. 현재 머무름 시간은 CSV 파일에 저장되었습니다(그림 7).

머무름 시간 업데이트

애질런트 MassHunter Quantitative Analysis를 이용하여 더 넓은 시간대로 표준물질을 분석하였으며, 기존 정량 분석법에서의 머무름 시간을 업데이트하였습니다. 새로운 표준물질을 포함한 배치가 사용 가능하고 선택된 상태에서, 이전에 저장된 정량 분석법이 로드되었습니다. 분석법 편집 창의 업데이트 메뉴에서 **Update Retention Times**를 선택했습니다(그림 8). **Select All**을 선택해 분석법이 저장, 인증 및 배치에 적용된 시점 기준으로 기존 분석법의 모든 머무름 시간을 업데이트하였습니다(그림 9).

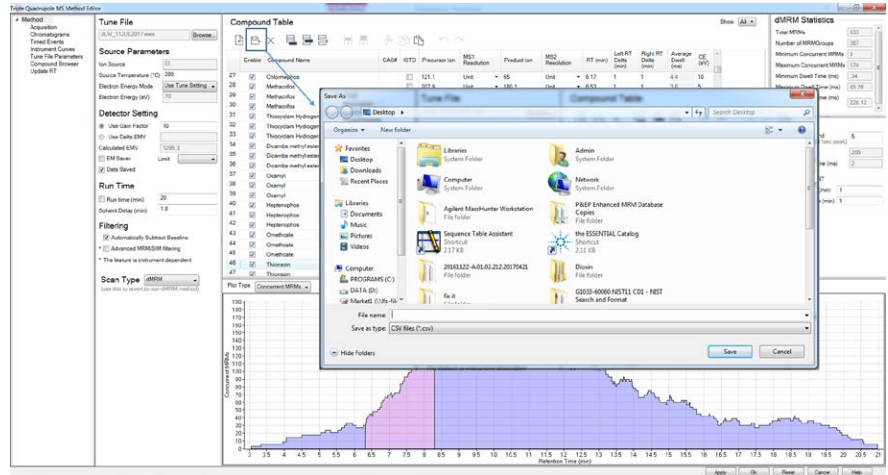


그림 7. Save 아이콘을 클릭하여 dMRM 화합물 표를 내보내고 이를 로컬 CSV 파일로 저장

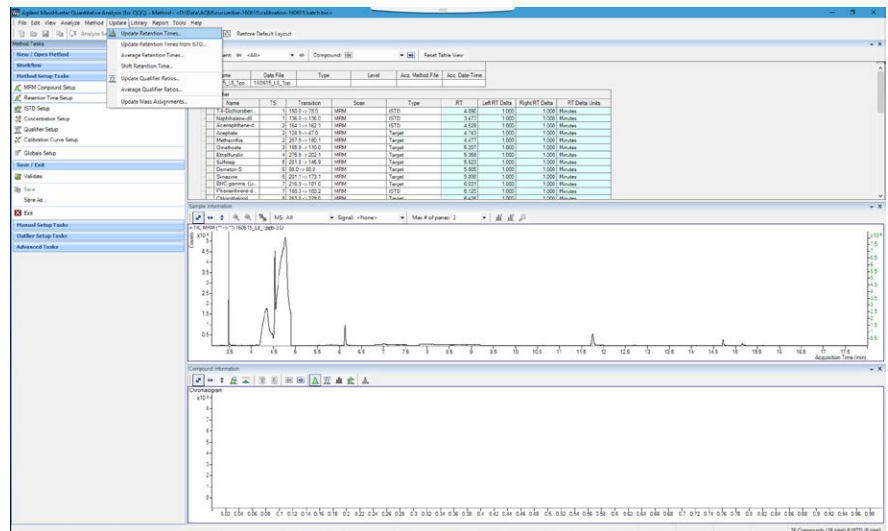


그림 8. 애질런트 Mass Hunter Quantitative Analysis의 **Update** 메뉴에서 분석법 편집기 창을 통해 **Update Retention Times**로 접근

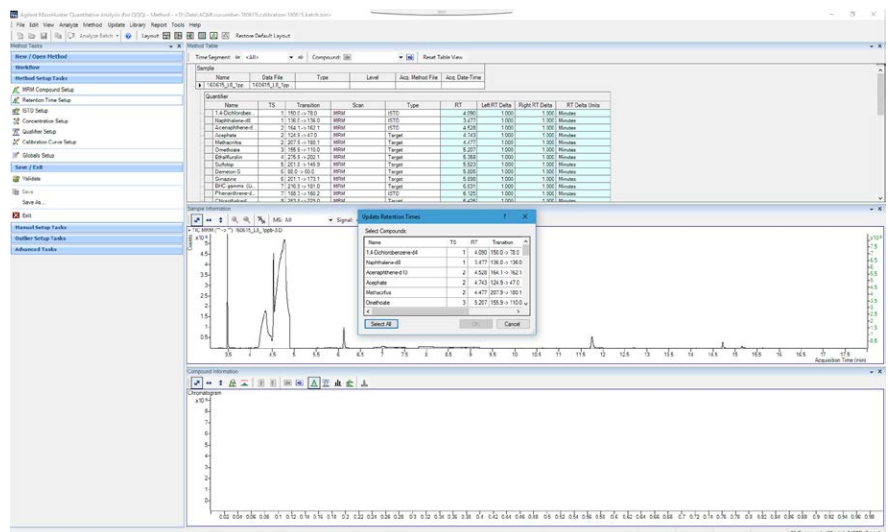


그림 9. 한 번의 표준물질 분석으로 주어진 분석법의 모든 분석성분이 한번에 업데이트됨

dMRM 분석법에 새로운 머무름 시간 가져오기

정량 분석법에서 머무름 시간이 업데이트됨으로써, 배치의 화합물 표가 CSV 파일로 내보내기되었습니다(그림 10).

표준물질 분석을 통해 업데이트된 머무름 시간 및 새로운 정량 분석법은 이전에 내보내지고 저장된 dMRM 분석법의 CSV 파일에 업데이트되어 새로운 이름으로 저장되었습니다(그림 11). CSV 파일의 가장 중요한 부분은 화합물 및 RT가 기재된 열입니다.

MassHunter 수집 분석법 편집기 내에서 dMRM 분석법의 머무름 시간은 새로운 CSV 파일로부터 업데이트되었습니다(그림 12).

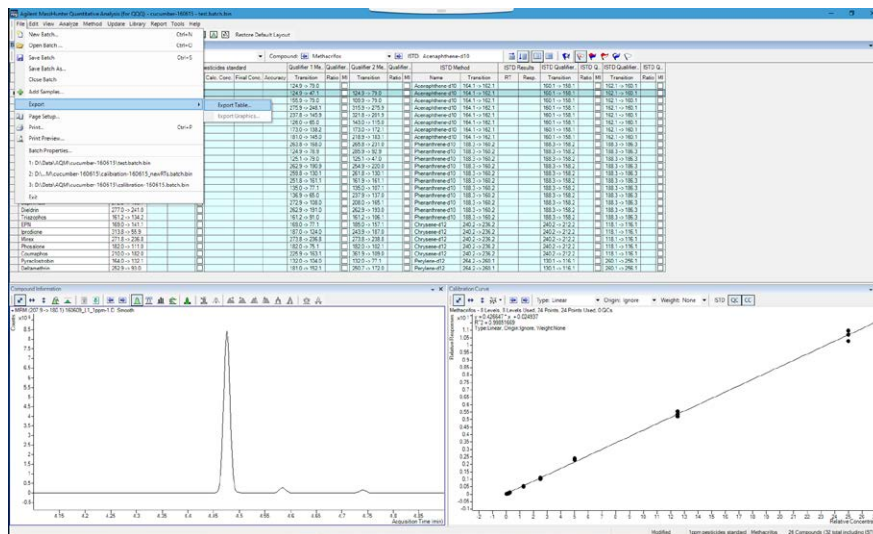


그림 10. 화합물 표를 내보내 로컬 CSV 파일로 저장

Compound Name	RT	Peak Area	Peak Height	Peak Width	Peak Shape	Peak Type	Peak Status
1. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
2. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
3. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
4. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
5. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
6. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
7. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
8. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
9. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
10. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
11. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
12. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
13. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
14. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
15. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
16. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
17. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
18. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
19. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
20. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
21. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
22. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
23. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
24. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
25. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
26. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
27. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
28. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
29. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
30. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
31. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
32. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
33. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
34. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
35. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
36. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
37. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
38. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
39. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
40. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
41. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
42. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
43. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
44. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
45. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
46. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
47. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
48. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
49. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
50. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
51. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
52. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
53. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
54. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
55. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
56. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
57. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
58. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
59. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
60. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
61. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
62. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
63. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
64. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
65. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
66. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
67. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
68. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
69. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
70. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
71. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
72. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
73. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
74. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
75. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
76. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
77. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
78. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
79. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
80. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
81. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
82. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
83. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
84. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
85. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
86. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
87. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
88. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
89. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
90. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
91. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
92. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
93. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
94. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
95. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
96. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
97. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
98. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
99. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000
100. DMSO	2.75	1000	1000	1000	1000	1000	1000

그림 11. dMRM 분석법으로부터 내보내기된 CSV 파일은 한 열에 화합물 명칭을, 다른 열에는 머무름 시간 정보를 포함하고 있습니다. 이 예에서 각 MRM transition은 해당하는 화합물 머무름 시간과 연결됨

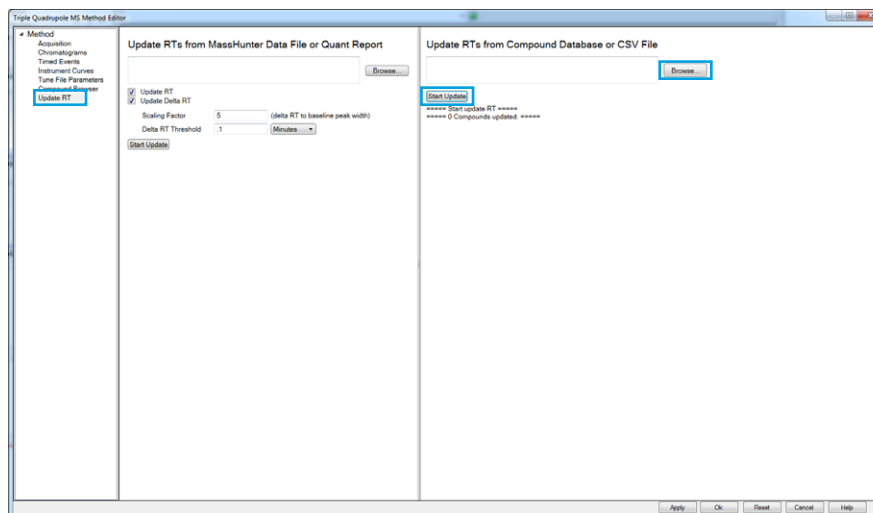


그림 12. 업데이트된 머무름 시간을 포함하여 저장된 CSV 파일은 **Update RT**를 위해 사용되는 파일로 선택됨

Update RT 기능을 이용해 업데이트 시작 전 저장된 CSV 파일을 선택했습니다. 머무름 시간을 업데이트한 후에는 화합물 목록이 나타났으며, 변경된 머무름 시간이 표시되었습니다(그림 13). 분석법의 이전 머무름 시간은 괄호 안에 기재되어 있습니다.

또한 유사한 절차를 통해 머무름 시간은 정량 보고서로부터 업데이트될 수도 있습니다. 보고서는 Quantitative Analysis에서 생성되었으며(그림 14), 생성된 보고서는 수집 분석법 편집기에서 머무름 시간을 업데이트하는 데에 사용되었습니다.

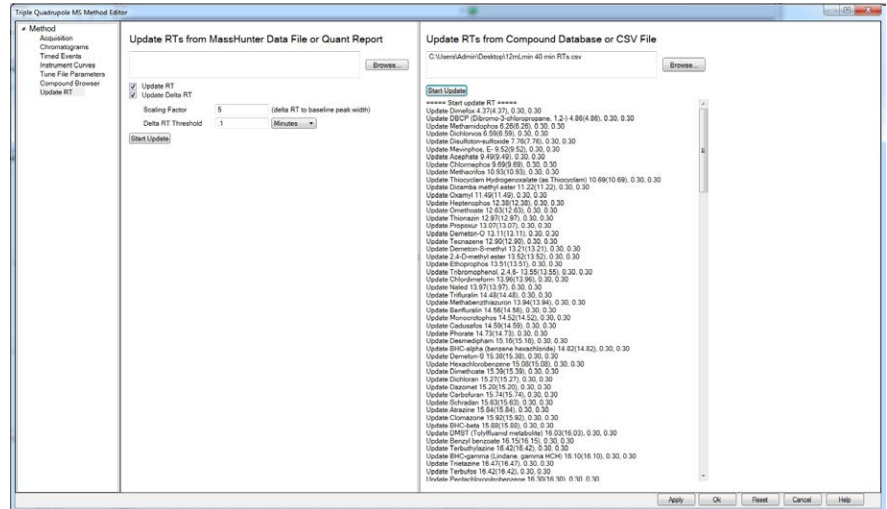


그림 13. 머무름 시간을 업데이트한 후 변경사항이 표기된 화합물 리스트

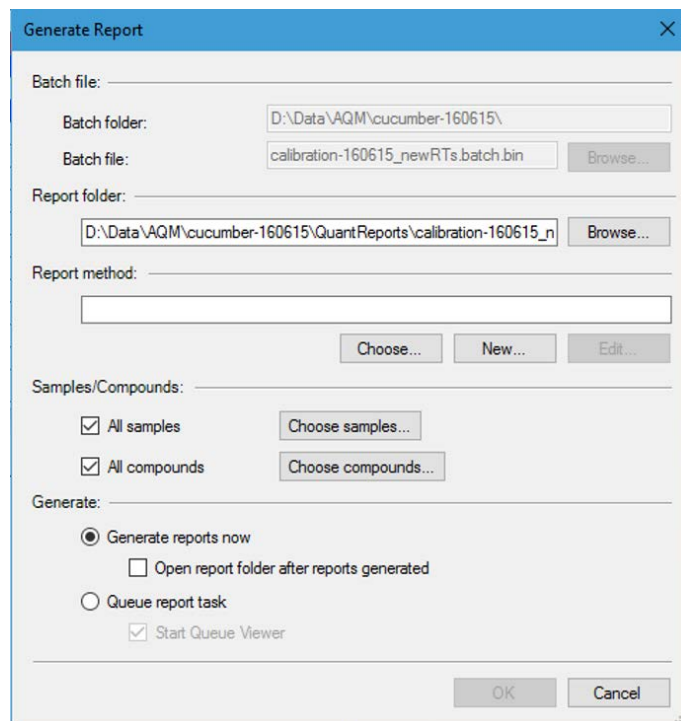


그림 14. Quantitative Analysis의 보고서 생성을 통해서도 수집 분석법의 머무름 시간 업데이트 가능

만약 업데이트된 최종 분석법에서 시간 세그먼트 기반의 MRM 분석법이 선호된다면, transitions 파일은 업데이트된 정량 분석법으로부터 생성될 수 있습니다(그림 15). Time Segment schema를 지정함으로써(그림 16), 생성된 파일을 화합물 표로 가져올 수 있습니다(그림 17).

분석법 검증

분석법에 변경 사항을 적용한 후, 검량 및 시료 분석을 계속하기 전에 표준물질로 검증해야 합니다.

결론

본 개요에서는 머무름 시간 고정을 위한 단계적 절차 및 라이브러리 또는 데이터베이스 분석법 내 머무름 시간 업데이트에 대한 내용을 소개하였습니다. 이 절차는 상대적으로 간단하며 직관적입니다. 머무름 시간 고정 검량 이후 추가 분석 절차가 필요했습니다. 이 절차를 최적화하기 위해서는 표준물질 또는 알고 있는 분석성분을 포함한 시료가 필요합니다.

이러한 결과는 질량 분석기에 설치된 이온화원에 따라 다르게 나타날 수도 있습니다. 만약 분석법이 감도에 맞게 최적화되어 있다면, 이 절차를 통해 획득한 높은 유속이 최적화되지 않은 성능으로 이어질 수 있습니다.

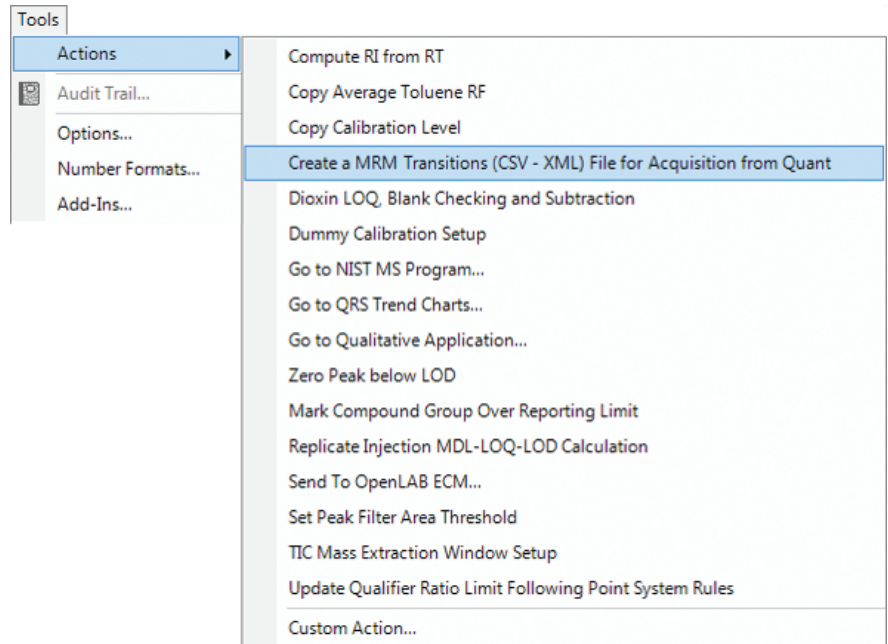


그림 15. 새로운 정량 분석법 내 업데이트된 머무름 시간 및 기존의 MRM transitions를 포함한 CSV 또는 XML 파일

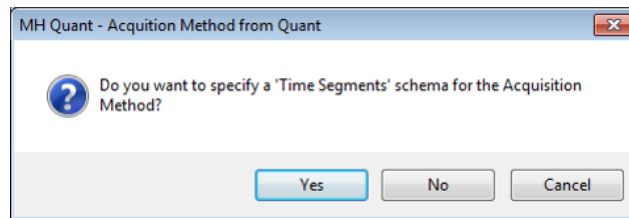


그림 16. 'Time Segments' schema 지정을 위해 Yes를 선택하여 CSV 파일을 시간 세그먼트 기반의 MRM 분석법 화합물 표로 가져오기 가능

	Import Compound List	Compound Name	CAS#	ISTD	Precursor Ion	MS1 Resolution	Product Ion	MS2 Resolution	RT (min)
1	☒	Dimefox		☐	154	Unit	58	Unit	4.06
2	☒	Dimefox		☐	153	Unit	110	Unit	4.06
3	☒	Dimefox		☐	111	Unit	109.9	Unit	4.06
4	☒	DBCP (Dibromo-3-chloropropane, 1,2-)		☐	157	Unit	77	Unit	4.33
5	☒	DBCP (Dibromo-3-chloropropane, 1,2-)		☐	157	Unit	75	Unit	4.33
6	☒	DBCP (Dibromo-3-chloropropane, 1,2-)		☐	155	Unit	75	Unit	4.33
7	☒	Methamidophos		☐	141	Unit	95	Unit	4.95
8	☒	Methamidophos		☐	141	Unit	80	Unit	4.95
9	☒	Methamidophos		☐	141	Unit	64	Unit	4.95
10	☒	Dichlorvos		☐	184.9	Unit	93	Unit	5.06
11	☒	Dichlorvos		☐	144.9	Unit	109	Unit	5.06
12	☒	Dichlorvos		☐	109	Unit	79	Unit	5.06
13	☒	Disulfoton-sulfoxide		☐	125	Unit	96.9	Unit	5.5
14	☒	Disulfoton-sulfoxide		☐	96.9	Unit	64.9	Unit	5.5
15	☒	Disulfoton-sulfoxide		☐	96.9	Unit	47	Unit	5.5
16	☒	Mevinphos, E-		☐	127	Unit	109	Unit	6.05
17	☒	Mevinphos, E-		☐	127	Unit	94.9	Unit	6.05
18	☒	Mevinphos, E-		☐	109	Unit	78.9	Unit	6.05
19	☒	Acephate		☐	136	Unit	94	Unit	6.08
20	☒	Acephate		☐	94	Unit	64	Unit	6.08
21	☒	Acephate		☐	78.9	Unit	47	Unit	6.08
22	☒	Chlormephos		☐	153.9	Unit	121.1	Unit	6.18

그림 17. Quantitative Analysis로부터 업데이트된 머무름 시간이 포함된 CSV 파일을 시간 세그먼트 기반의 MRM 수집 분석법으로 가져올 수 있음

www.agilent.com
이 발행물의 정보, 설명, 사양은 사전 고지 없이 변경될 수
있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2017
2017년 9월 29일 한국에서 발행
5991-8446KO

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



Agilent Technologies