

使用 OpenLab 保留时间锁定向导在 8860 上对有机氯农药进行保留时间锁定

作者

Ian Eisele

摘要

保留时间锁定 (RTL) 向导 (Agilent OpenLab CDS 的一项功能) 用于展示 Agilent 8860 气相色谱系统上的保留时间稳定性。使用环氧七氯作为锁定化合物分析含有 20 种氯代农药的标准品, 显示出色谱柱维护事件前后出色的峰分离度与保留时间重现性。

前言

在常规维护后及不同仪器间维持一致的保留时间，是提高实验室效率的一个简单途径。保留时间一致时，无需更新校准表和积分事件，不同仪器之间也可共享相同的方法，实现更轻松的结果比较。

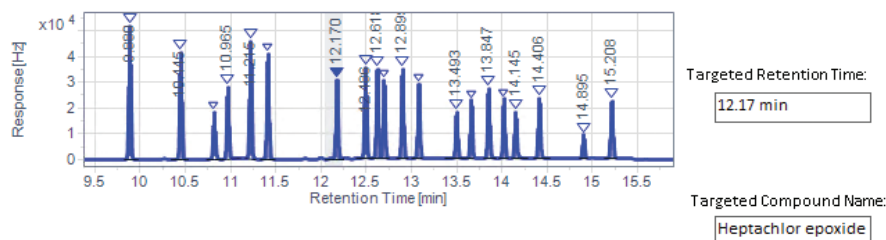
OpenLab CDS 包含的 RTL 向导设计用于引导新用户完成锁定过程，而经验丰富的用户也可以有精简的使用体验。该向导采用不同的进样口压力对标准品进样三次，建立保留时间相对于压力（RT 相对于 P）的校准曲线，以此自动进行方法的锁定过程。该校准仅需运行一次，之后可通过自动调整方法的进样口压力，用于重新锁定保留时间。在更换或切割色谱柱、移至新系统或将常压检测器换成真空检测器后，可能需要对方法进行重新锁定。仅需一次运行就可将方法重新锁定。

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.

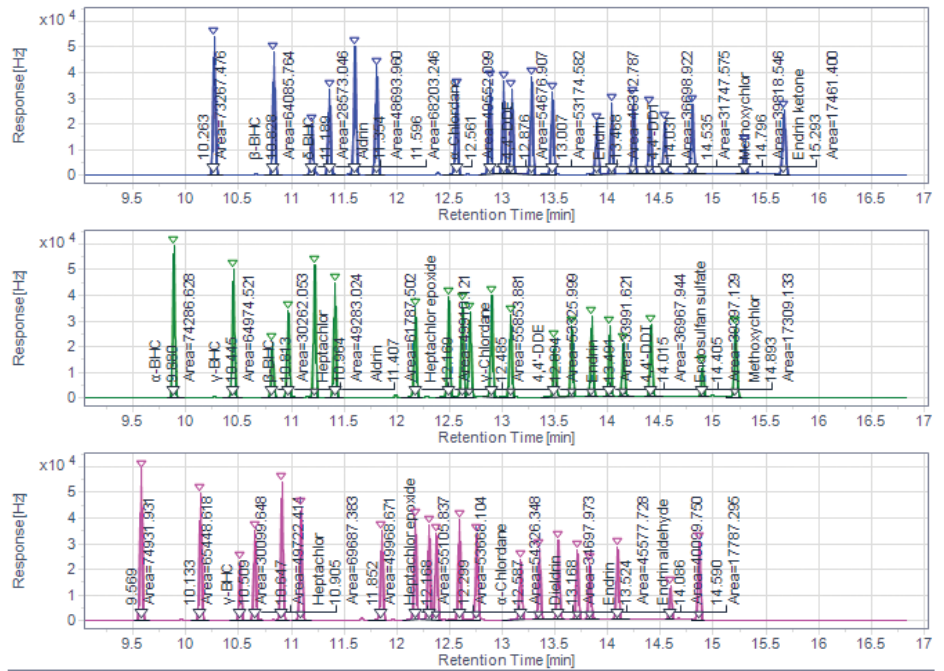


Peak Number	Compound Name	Retention Time	Area
5	6-BHC	11.2150	59668.5294
6	Aldrin	11.4081	56607.5475
7	Heptachlor epoxide	12.1704	42782.9757
8	γ-Chlordane	12.4861	50124.3991
9	α-Chlordane	12.6176	48888.6957
10	Endosulfan	13.2991	43845.0757

图 1. 保留时间锁定向导设置界面

RTL 向导推出后，可提示用户选择既定的采集和处理方法。随后，用户可选择之前运行标准品的色谱图，并选择锁定化合物（图 1）。好的锁定化合物在色谱图的关键部分具有可轻松鉴定、分离良好的峰。然后，可调节为较高或较低的进样口压力，或保留默认压力。无论色谱柱控制模式设定为流速还是压力，RTL 向导都将始终采用初始的进样口压力进行计算。然后 RTL 向导将执行三次进样，并提示用户在得到的每幅色谱图中确定锁定化合物（图 2）。保存时，方法也同时锁定。

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:

图 2. 锁定运行中的目标化合物选择

实验部分

OpenLab RTL 向导在配备分流/不分流进样口和电子捕获检测器的 8860 气相色谱仪上展示。将含有 20 种氯代农药的标准品稀释至 2 ppm，进样至 Agilent DB-CLP1 色谱柱（部件号 123-8232）。按表 1 列出的条件进样，并检测 10 次进样的保留时间重现性（表 2）。选定环氧七氯作为锁定化合物，进样口压力在方法设定值的 $\pm 15\%$ 内变动。从色谱柱进样口端切割约 50 cm，模拟对色谱柱的维护。再次进样标准品，记录切割色谱柱后的保留时间漂移。运行 RTL 向导以重新锁定方法，然后再运行一次以验证保留时间锁定是否成功。

表 1. 方法参数

ALS	
进样针	10 μ L
进样量	0.5 μ L
进样口 (SSL)	
模式	脉冲不分流
加热器	开启, 250 °C
压力	9.5411 psi
进样脉冲压力	60 psi (保持 0.3 min)
分流出口吹扫流速	75 mL/min (0.5 min 时)
隔垫吹扫	3 mL/min
衬管	不分流单锥超高惰性衬管 (部件号 5190-2292)
色谱柱	
色谱柱	Agilent DB-CLP1, 30 m \times 320 μ m, 0.25 μ m (部件号 123-8232)
载气	氮气, 2 mL/min, 恒流
柱温箱	
	50 °C, 以 30 °C/min 升至 135 °C, 以 15 °C/min 升至 300 °C, 保持 2 min
检测器 (ECD)	
加热器	300 °C
尾吹气	N ₂ , 60 mL/min

表 2. 10 次进样所得的保留时间重现性结果

化合物	%RSD	RT 均值	维护后的 RT	维护后的 Δ RT	重新锁定后的 RT	重新锁定后的 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
七氯	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
艾氏剂	0.007	11.408	11.313	0.096	11.409	0.001
环氧七氯	0.005	12.170	12.076	0.094	12.170	0.000
反式氯丹	0.006	12.487	12.394	0.093	12.487	0.000
顺式氯丹	0.005	12.617	12.523	0.095	12.618	0.001
硫丹 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
狄氏剂	0.007	13.075	12.980	0.094	13.074	0.001
异狄氏剂	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
硫丹 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
异狄氏剂醛	0.006	14.144	14.048	0.095	14.143	0.001
硫丹硫酸酯	0.004	14.406	14.311	0.094	14.405	0.001
甲氧滴滴涕	0.007	14.895	14.802	0.090	14.892	0.003
异狄氏剂酮	0.006	15.208	15.102	0.104	15.206	0.002

结果与讨论

20 种有机氯农药在 8860 气相色谱仪上得到了良好分离 (图 3)。保留时间稳定性也非常出色, 所有这 20 种化合物均显示出小于 0.008% 的 RSD (表 2)。RTL 向导在 8.1、9.5、10.9 psi 的进样口压力下运行。所得色谱图由 RTL 向导进行处理, RT 相对于 P 的校准曲线 R^2 达到了 0.999。

切割色谱柱模拟维护后, 原本在 0.100 至 0.090 分钟洗脱的峰更早出现在色谱图中 (图 4)。这样的漂移足以使某些峰移动到 OpenLab 默认的保留时间窗口之外。原本需要针对这种 RT 偏移调整校准表, 但在这种情况下, RTL 向导会自动对运行进行分析调整。RTL 向导使用 RT 相对于 P 的校准曲线, 会自动对进样口压力进行必要调整, 并在方法中应用 9.1 psi 的新设定值。采用新的进样口压力进行确认运行时, 保留时间相对于维护前平均保留时间的漂移仅为 0.001 至 0.003 分钟。确认运行中的所有峰都由处理方法识别, 无需调整保留时间。

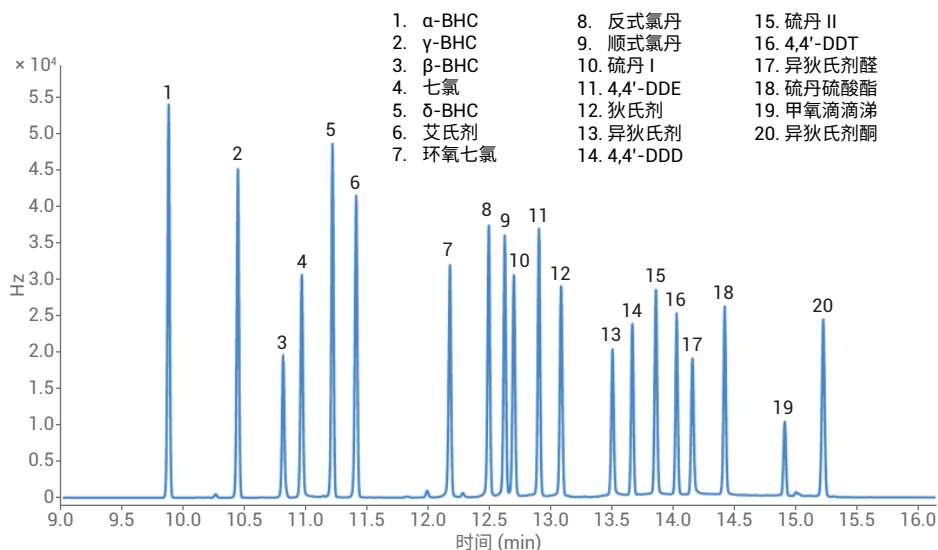


图 3. 20 种氯代农药在 DB-CLP1 色谱柱上的分离

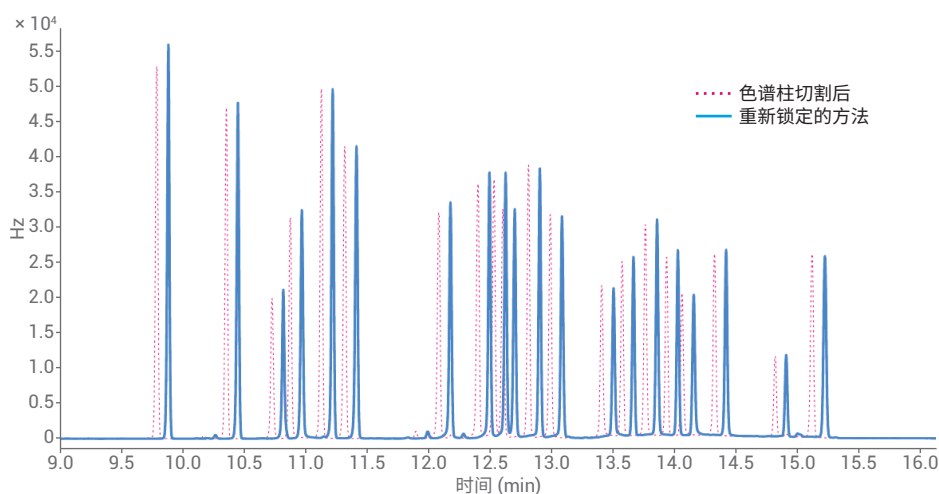


图 4. 色谱柱维护后的保留时间漂移

结论

事实证明，8860 气相色谱仪与保留时间锁定向导相结合，是在色谱柱维护后维持保留时间的一个简单途径。保留时间被重新锁定，且与维护前的时间仅存在 0.003 分钟的偏移，因此无需对方法进行另外的调整。

参考文献

1. 使用 Agilent Intuvo 9000 双 ECD GC 系统进行有机氯农药分析，安捷伦科技公司，出版号 5991-9000ZHCN，**2018** 年 2 月
2. Giarrocco, V.; Quimby, B.; Klee, M. 保留时间锁定：概念与应用。安捷伦科技公司，出版号 5966-2469CHCN，**1997** 年 12 月

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2019
2019 年 1 月 7 日, 中国出版
5994-0551ZHCN