

Фиксация времен удерживания хлорорганических пестицидов на приборе 8860 с использованием мастера фиксации времен удерживания (Retention Time Locking) OpenLab

Автор

Ян Эйзель

Аннотация

Мастер фиксации времен удерживания (RTL) (функция Agilent OpenLab CDS) использовался для демонстрации стабильности времен удерживания на газовом хроматографе Agilent 8860. При использовании гептахлор эпоксида в качестве фиксирующего соединения анализ стандарта, содержащего 20 хлорорганических пестицидов, продемонстрировал превосходное разделение пиков и воспроизводимость времен удерживания до и после технического обслуживания колонки.

Введение

Поддержание постоянного значения времен удерживания после профилактического обслуживания и на нескольких приборах – простой способ повысить производительность лаборатории. При постоянстве значения времени удерживания нет необходимости обновлять калибровочные таблицы и события интегрирования. Также можно обмениваться методами между несколькими приборами и легко сравнивать результаты.

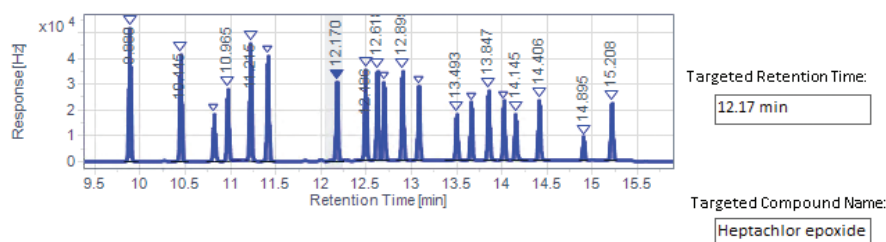
Мастер RTL, включенный в CDS OpenLab, разработан, чтобы помочь новым пользователям разобраться в процессе фиксации, но при этом он является достаточно функциональным для опытных пользователей. Мастер автоматизирует процесс фиксации метода посредством выполнения трех вводов стандарта с различными входными давлениями, чтобы построить калибровочную кривую зависимости времени удерживания от давления (RT от P). Эту калибровку достаточно выполнить только один раз, а затем она будет использоваться для повторной фиксации времен удерживания посредством автоматического регулирования входного давления метода. Повторная фиксация метода может потребоваться после замены или подрезания колонок, перехода на новую систему и замены детектора с работающего при атмосферном давлении на вакуумный. Повторная фиксация метода требует только одного анализа.

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.

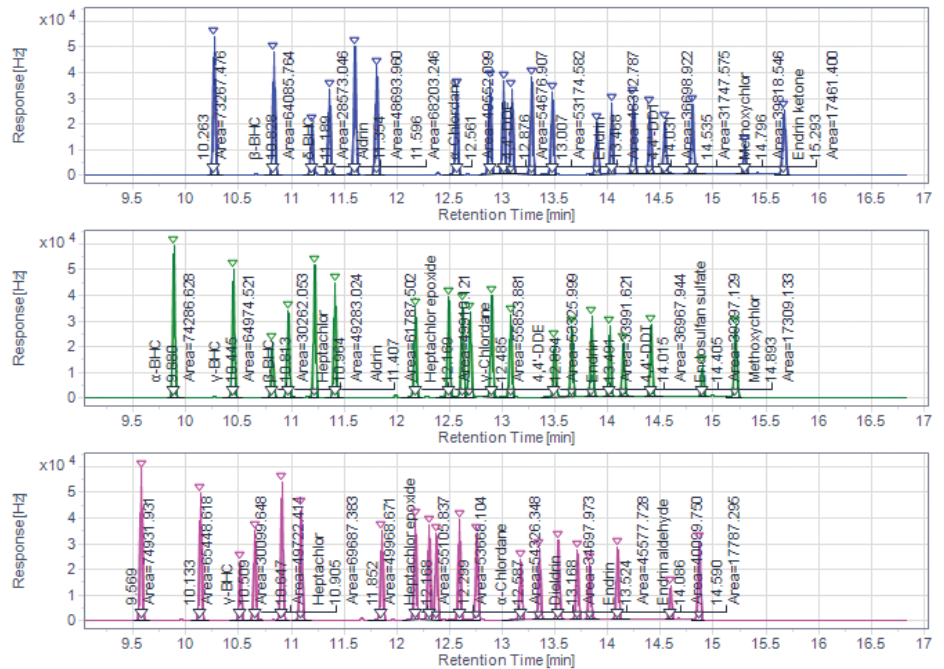


Peak Number	Compound Name	Retention Time	Area
5	6-BHC	11.2150	59668.5294
6	Aldrin	11.4081	56607.5475
7	Heptachlor epoxide	12.1704	42782.9757
8	γ-Chlordane	12.4861	50124.3991
9	α-Chlordane	12.6176	48888.6957

Рис. 1. Экран настройки мастера фиксации времен удерживания.

После запуска мастера RTL пользователю предлагается выбрать установленный сбор данных и метод обработки. Пользователь затем выбирает хроматограмму из ранее проанализированного стандарта и выбирает фиксированное соединение (Рис. 1). У хорошего фиксированного соединения будет легко различимый, хорошо разделенный пик в критически важной части хроматограммы. Затем можно скорректировать верхнее и нижнее значения входного давления или оставить их равными значениям по умолчанию. Вне зависимости от того, установлен ли в качестве режима управления колонки расход или давление, мастер RTL всегда будет выполнять расчеты, исходя из начального входного давления. Мастер RTL затем выполнит три ввода и предложит пользователю определить фиксированное соединение в каждой из полученных хроматограмм (Рис. 2). При сохранении метод фиксируется.

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:

Рис. 2. Выбор целевого соединения из фиксирующих запусков.

Экспериментальная часть

Работа мастера RTL OpenLab была продемонстрирована на GX 8860, оборудованном испарителем с делением и без деления потока и детектором по захвату электронов (ЭЗД). Стандарт, содержащий 20 хлорорганических пестицидов, был разбавлен до концентрации 2 ppm и введен в колонку Agilent DB-CLP1 (кат. № 123-8232). Вводы были сделаны при условиях метода, представленных в Таблице 1, а воспроизводимость времен удерживания была проверена на более чем 10 вводах (Таблица 2). В качестве фиксированного соединения был выбран гептахлор эпоксид, а входное давление находилось в пределах $\pm 15\%$ от заданного значения параметра метода. Техническое обслуживание колонки имитировалось посредством обрезания приблизительно 50 см колонки от входа. Снова вводили стандарт и записывали сдвиг времени удерживания после обрезания колонки. Мастер RTL запускался для повторной фиксации метода, а затем выполнялся еще один запуск для подтверждения успешной фиксации времени удерживания.

Таблица 1. Параметры метода.

Автосамплер	
Шприц	10 мкл
Объем вводимой пробы	0,5 мкл
Испаритель (SSL)	
Режим ввода	Импульсный, без деления потока
Нагреватель	Вкл., 250 °C
Давление	9,5411 psi
Импульс давления ввода	60 psi , 0,3 мин
Поток продувки к регулятору деления потока	75 мл/мин, 0,5 мин
Продувка септы	3 мл/мин
Лайнер	Без деления потока, с одним сужением, Ultra Inert (кат. № 5190-2292)
Колонка	
Колонка	Agilent DB-CLP1, 30 м × 320 мкм, 0,25 мкм (кат. № 123-8232)
Газ-носитель	Гелий, 2 мл/мин, постоянный поток
Термостат	
	50 °C, 30 °C/мин до 135 °C 15 °C/мин до 300 °C, удержание в течение 2 мин
Детектор (ЭЗД)	
Нагреватель	300 °C
Подпиточный газ	N ₂ , 60 мл/мин

Таблица 2. Результаты времен удерживания, воспроизводимые в 10 вводах.

Соединение	ОСО, %	ВУ Среднее значение	ВУ После обслуживания	ΔВУ После обслуживания	ВУ После повторной фиксации	ΔВУ После повторной фиксации
α-бензогексахлорид	0,005	9,881	9,790	0,094	9,884	0,003
γ-бензогексахлорид	0,007	10,445	10,354	0,094	10,448	0,003
β-бензогексахлорид	0,008	10,814	10,724	0,092	10,816	0,002
Гептахлор	0,005	10,965	10,873	0,093	10,966	0,001
δ-бензогексахлорид	0,007	11,216	11,124	0,092	11,216	0,000
Альдрин	0,007	11,408	11,313	0,096	11,409	0,001
Гептахлор эпоксид	0,005	12,170	12,076	0,094	12,170	0,000
γ-хлордан	0,006	12,487	12,394	0,093	12,487	0,000
α-хлордан	0,005	12,617	12,523	0,095	12,618	0,001
Эндосульфан I	0,007	12,690	12,595	0,097	12,692	0,002
4,4'-ДДЭ	0,006	12,895	12,803	0,092	12,895	0,000
Дильдрин	0,007	13,075	12,980	0,094	13,074	0,001
Эндрин	0,004	13,493	13,397	0,096	13,493	0,000
4,4'-ДДД	0,005	13,655	13,563	0,091	13,654	0,001
Эндосульфан II	0,004	13,847	13,750	0,096	13,846	0,001
4,4'-ДДТ	0,006	14,016	13,923	0,091	14,014	0,002
Эндрин альдегид	0,006	14,144	14,048	0,095	14,143	0,001
Эндосульфана сульфат	0,004	14,406	14,311	0,094	14,405	0,001
Метоксихлор	0,007	14,895	14,802	0,090	14,892	0,003
Эндрин кетон	0,006	15,208	15,102	0,104	15,206	0,002

Результаты и их обсуждение

20 хлорорганических пестицидов были хорошо разделены ГХ 8860 (Рис. 3). Была отмечена превосходная стабильность времен удерживания: все 20 соединений продемонстрировали менее 0,008% ОСО (Таблица 2). Мастер RTL работал при входных давлениях 8,1; 9,5 и 10,9 psi. Полученные хроматограммы обрабатывались с помощью мастера RTL, а калибровочная кривая зависимости RT от P имела значение R^2 0,999.

После обрезания колонки для имитации обслуживания пики элюировали приблизительно на 0,100–0,090 минуты ранее на хроматограмме (Рис. 4). Это как раз было достаточным сдвигом для выхода некоторых пиков за пределы интервалов времени удерживания OpenLab по умолчанию. Этот сдвиг ВУ потребовал бы внесения поправок в калибровочную таблицу, но в этом случае запуск был проанализирован мастером RTL. С помощью калибровочного графика зависимости RT от P мастер RTL автоматически выполнил необходимую корректировку входного давления и применил к методу новое заданное значение параметра 9,1 фунтов/кв. дюйм. В результате проверочного запуска с новым входным давлением произошел сдвиг только на 0,001–0,003 минуты по сравнению со средним значением времени удерживания до технического обслуживания.

При проверочном запуске все пики были определены посредством метода обработки, и значения времен удерживания не нуждались в корректировке.

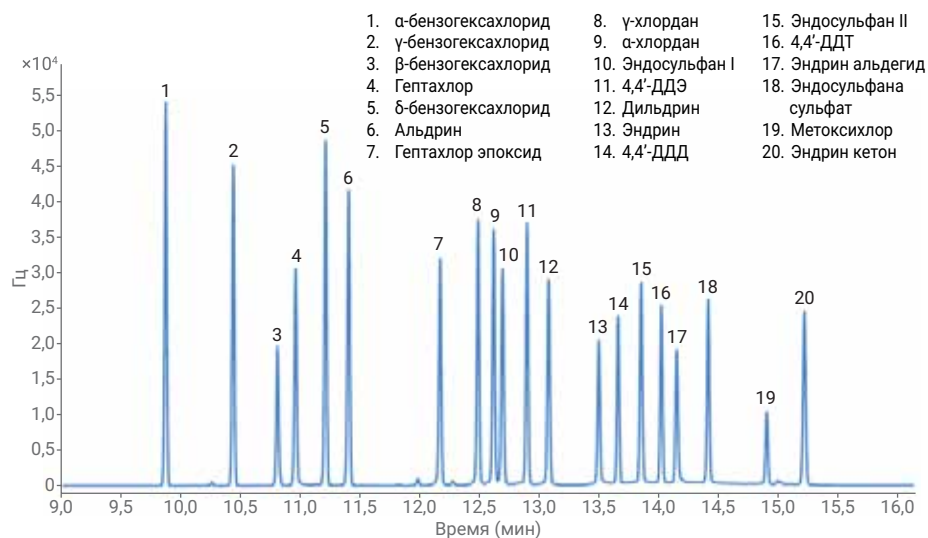


Рис. 3. Двадцать хлорорганических пестицидов на колонке DB-CLP1.

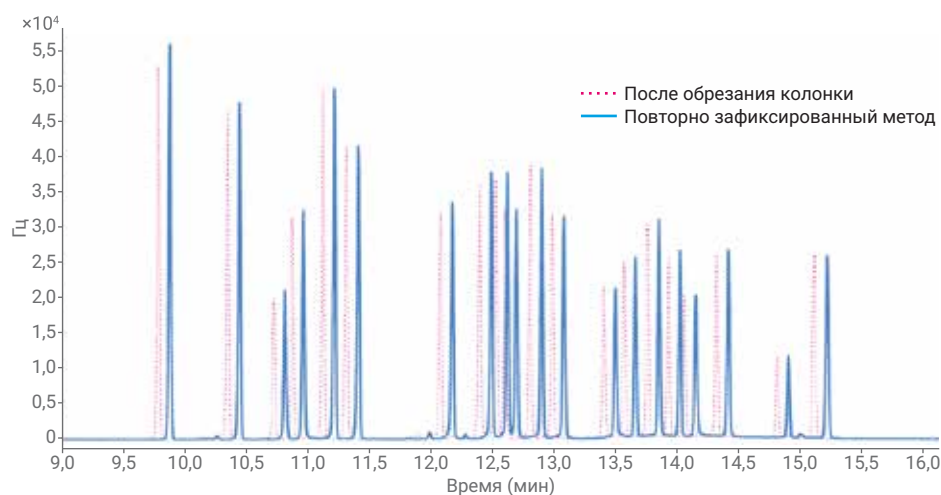


Рис. 4. Сдвиг времен удерживания после технического обслуживания колонки.

Выводы

Сочетание ГХ 8860 с мастером фиксации времени удерживания (RTL) зарекомендовало себя как простой способ сохранения значений времен удерживания после технического обслуживания колонки. Была выполнена повторная фиксация значений времен удерживания, которые соответствовали значениям до технического обслуживания с точностью до 0,003 минуты, без необходимости в дальнейших корректировках метода.

Литература

1. Organochlorine Pesticide Analysis Using an Agilent Intuvo 9000 Dual ECD GC System. *Agilent Technologies*, номер публикации 5991-9000EN, февраль **2018 г.**
2. Giarrocco, V.; Quimby, B.; Klee, M. Retention Time Locking: Concepts and Applications. *Agilent Technologies*, номер публикации 5966-2469E, декабрь **1997 г.**

www.agilent.com/chem

Информация в этом документе может быть изменена без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2019.
Напечатано в США 7 января 2019 г.
5994-0551RU