

# OpenLab リテンションタイムロッキング ウィザードを用いた 8860 GC による 有機塩素系農薬の分析

## 著者

Ian Eisele  
Agilent Technologies, Inc.

## 概要

リテンションタイムロッキング (RTL) ウィザード (Agilent OpenLab CDS の機能) を使用して、Agilent 8860 ガスクロマトグラフのリテンションタイムの安定性を実証しました。ヘプタクロルエポキシドをロック用化合物として使用し、20 種類の塩素系農薬を含む標準試料を分析したところ、カラムメンテナンスの前後で優れたピーク分離とリテンションタイムの再現性が示されました。

## はじめに

ルーチンメンテナンス後や複数の機器間で一貫したリテンションタイムを維持することで、ラボの生産性を容易に向上させることができます。リテンションタイムが一貫していれば、キャリブレーションテーブルや積分イベントを更新する必要がありません。メソッドを複数の機器間で共有することも可能で、分析結果をより容易に比較できます。

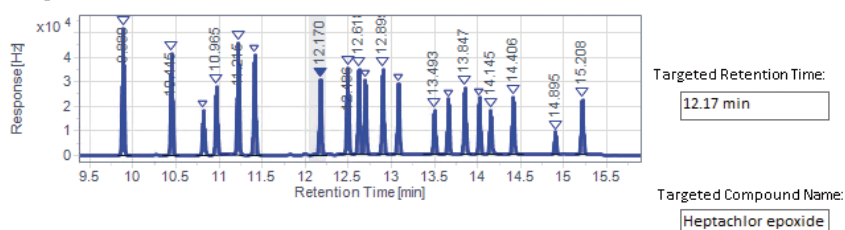
OpenLab CDS の RTL ウィザードは、新規ユーザーをロックアッププロセス全体でサポートするように設計されていますが、経験豊富なユーザーは非常に効率的に使用できるようになっています。RTL ウィザードでは、注入口圧力を変えて標準試料を 3 回注入し、リテンションタイム対圧力 (RT 対 P) のキャリブレーションを作成することによって、メソッドをロックするプロセスを自動化できます。このキャリブレーションは 1 回のみ作成する必要があります。リテンションタイムの再ロックは標準試料の分析を 1 度行うだけで、作成済みのキャリブレーションをもとに注入口圧力をソフトウェアが自動調整します。再ロックが必要となる状況は、カラムの交換やトリミングの後、新規システムへの移行後、大気圧検出器から真空検出器への交換後などです。

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	δ-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

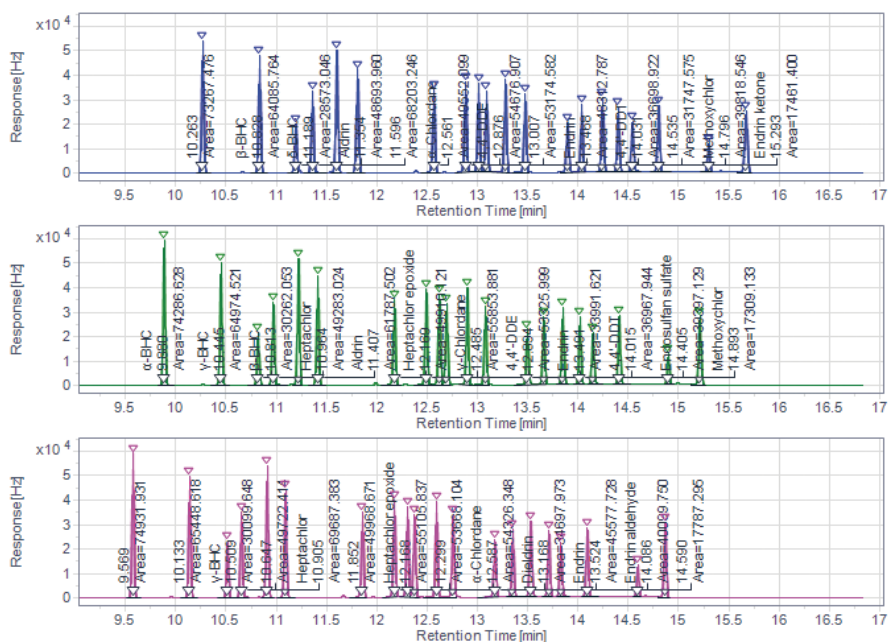
Targeted Retention Time:

Targeted Compound Name:

図 1. リテンションタイムロックアップウィザードの設定画面

RTL ウィザードを起動したら、既存の測定メソッドと関連する解析メソッドを選択します。次に、事前に分析された標準試料のクロマトグラムを選択して、ロック用化合物を選びます(図 1)。リテンションタイムロックに適した化合物は、同定が容易であることと同時に、分析対象となる化合物の RT 付近で分離が良い化合物です。注入口圧力の上限と下限は、調整するか、デフォルトのままとします。カラムのコントロールモードの設定が流量でも圧力でも、RTL ウィザードは常に最初の注入口圧力から計算を行います。RTL ウィザードは注入を 3 回実行し、得られた各クロマトグラムにおいてロック用化合物を特定するようにユーザーに促します(図 2)。保存すると、メソッドがロックされます。

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

図 2. ロッキング用分析からのターゲット化合物の選定

## 実験方法

OpenLab RTL ウィザードは、スプリット/スプリットレス注入口と電子捕獲検出器を搭載した 8860 GC 上で使用しました。20 種類の塩素系農薬を含む標準を 2 ppm に希釈し、Agilent DB-CLP1 カラム (p/n 123-8232) に注入しました。注入は表 1 に示したメソッド条件で実行し、リテンションタイムの再現性を 10 回の注入でテストしました (表 2)。ヘプタクロルエポキシドをロック用化合物として選択し、注入口圧力はメソッドの設定値の ±15 % で変化させました。カラムの注入口の端から約 50 cm をトリミングすることによってカラムメンテナンスをシミュレートしました。標準試料を再度注入し、カラムトリミング後のリテンションタイムのシフトを記録しました。RTL ウィザードを実行してメソッドを再ロックし、別の分析によって適切なリテンションタイムロッキングを確認しました。

表 1. メソッドパラメータ

ALS	
シリンジ	10 µL
注入量	0.5 µL
注入口 (SSL)	
モード	バルドスプリットレス
ヒーター	オン、250 °C
圧力	9.5411 psi
注入バルス圧力	60 psi、0.3 分間
スプリットメントへのパージ流量	0.5 分で 75 mL/min
セプタムパージ	3 mL/min
ライナ	スプリットレス、シングルテーパ、ウルトラライナート (p/n 5190-2292)
カラム	
カラム	Agilent DB-CLP1、30 m × 320 µm、0.25 µm (p/n 123-8232)
キャリア	ヘリウム、2 mL/min の定流量
オープン	
	50 °C、30 °C/min で 135 °C まで昇温、15 °C/min で 300 °C まで昇温 (2 分間保持)
検出器 (ECD)	
ヒーター	300 °C
メークアップ	N <sub>2</sub> 60 mL/min

表 2. 10 回の注入でのリテンションタイムの再現性

化合物	%RSD	RT 平均	メンテナンス後の RT	メンテナンス後の ΔRT	再ロック後の RT	再ロック後の ΔRT
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
ヘプタクロル	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
アルドリン	0.007	11.408	11.313	0.096	11.409	0.001
ヘプタクロルエポキシド	0.005	12.170	12.076	0.094	12.170	0.000
γ-クロルデン	0.006	12.487	12.394	0.093	12.487	0.000
α-クロルデン	0.005	12.617	12.523	0.095	12.618	0.001
エンドスルファン 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
ディルドリン	0.007	13.075	12.980	0.094	13.074	0.001
エンドリン	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
エンドスルファン 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
エンドリンアルデヒド	0.006	14.144	14.048	0.095	14.143	0.001
硫酸エンドスルファン	0.004	14.406	14.311	0.094	14.405	0.001
メトキシクロル	0.007	14.895	14.802	0.090	14.892	0.003
エンドリンケトン	0.006	15.208	15.102	0.104	15.206	0.002

## 結果と考察

8860 GC によって、20 種類の有機塩素系農薬が適切に分離されました (図 3)。リテンションタイムの安定性も優れており、20 種類すべての化合物で 0.008 % の RSD でした (表 2)。RTL ウィザードは、8.1、9.5、10.9 psi の注入口圧力で実行しました。得られたクロマトグラムが RTL ウィザードで処理され、RT 対 P キャリブレーションで  $R^2$  は 0.999 となりました。

メンテナンスをシミュレートするためのカラムのトリミング後、クロマトグラムでおよそ 0.100 ~ 0.090 分早くピークが溶出しました (図 4)。リテンションタイムの再ロックを行っていない場合、今回のように RT がシフトしていると、解析メソッドのキャリブレーションテーブルを変更する必要があります。しかし事前に作成したキャリブレーションをもとにリテンションタイムの再ロックを行うことで、注入口圧力を自動調節したメソッドで測定することができます。今回の場合、再ロックを行い得られた注入口圧力は 9.1 psi でした。新しい注入口圧力による確認分析では、メンテナンス前の平均リテンションタイムからのシフトはわずか 0.001 ~ 0.003 分でした。リテンションタイムの確認のために行った分析では、これまでと同じ解析メソッドを使用して、すべてのピークを同定することができました。このようにリテンションタイムの再ロックを行うことで、面倒な解析メソッドの変更を行う必要はありません。

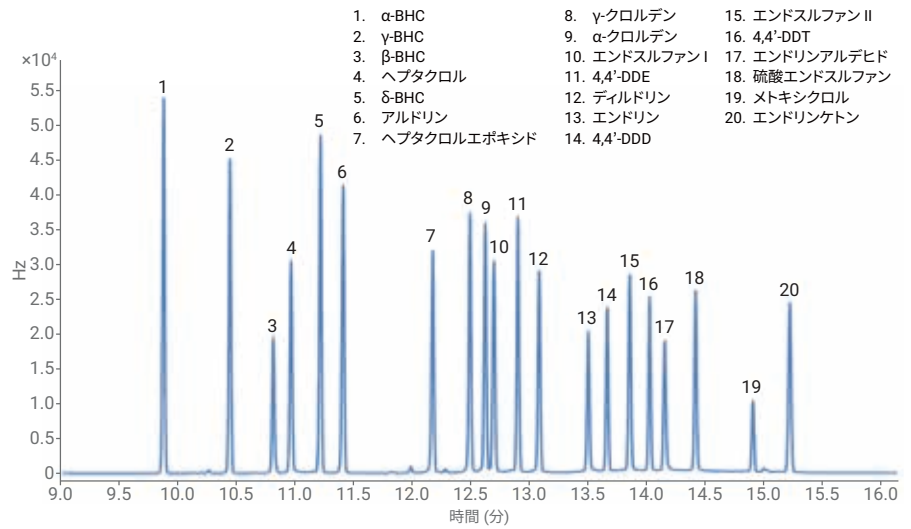


図 3. DB-CLP1 カラムでの 20 種類の塩素系農薬の分離

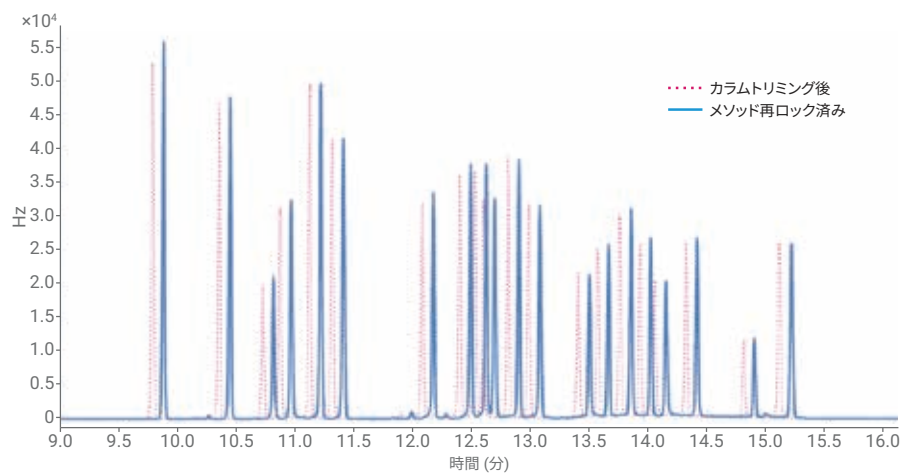


図 4. カラムメンテナンス後のリテンションタイムのシフト

## 結論

8860 GC とリテンションタイムロッキングウィザードを組み合わせて使用することにより、カラムのメンテナンス後もリテンションタイムを容易に維持できることが立証されました。再ロックされたリテンションタイムは、メンテナンス前のリテンションタイムと 0.003 分以内で一致し、メソッドをそれ以上調整する必要はありませんでした。

## 参考文献

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**.

ホームページ

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

カスタマコンタクトセンタ

**0120-477-111**

[email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Printed in Japan, January 7, 2019  
5994-0551JAJP