

기기분석 실험



HPLC 실험

1. HPLC 준비
2. STD 및 시료 준비
3. HPLC blank 확인
4. STD를 이용한 조건 실험
5. 시료를 이용한 조건 실험
6. 시료 분석 후 blank 확인



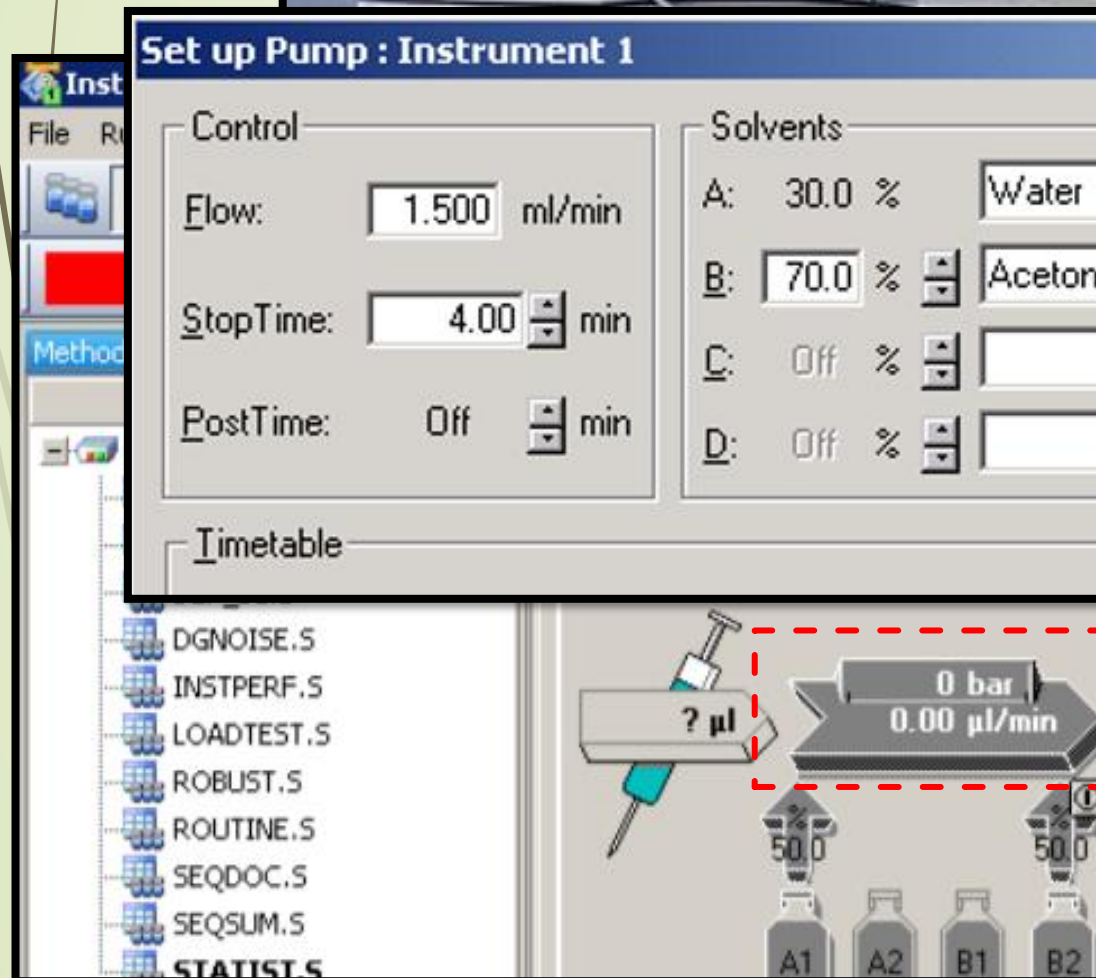
HPLC 준비

1. HPLC 용매 준비한다. (solvent degassing, sonication)
2. 용매 장착한다.
3. HPLC 기기와 컴퓨터를 켜다
4. Purge valve 연다.
5. Chemstation을 클릭한다.
6. Chemstation에서 유속 3~5 mL/min으로 변경한다.
7. 3~4분 흘린다.
8. Chemstation에서 유속을 분석 조건의 유량으로 바꾼다.
9. Purge valve를 잠근다.
10. 컬럼을 장착한다 (주입구 부분만).
11. Chemstation에서 압력을 확인한다.
12. 컬럼을 장착한다 (검출기 부분)



HPLC 준비

1. HPLC 용매 준비한다. (solvent degassing, sonication)
2. 용매 장착한다.
3. HPLC 기기와 컴퓨터를 켜다.
4. Purge valve 연다.
5. Chemstation을 클릭한다.
6. Chemstation에서 유속 3~5 mL/min으로 변경한다.
7. 3~4분 흘린다.
8. Chemstation에서 유속을 분석 조건의 유량으로 바꾼다.
9. Purge valve를 잠근다.
10. 컬럼을 장착한다 (주입구 부분만).
11. Chemstation에서 압력을 확인한다.
12. 컬럼을 장착한다 (검출기 부분).





HPLC 준비

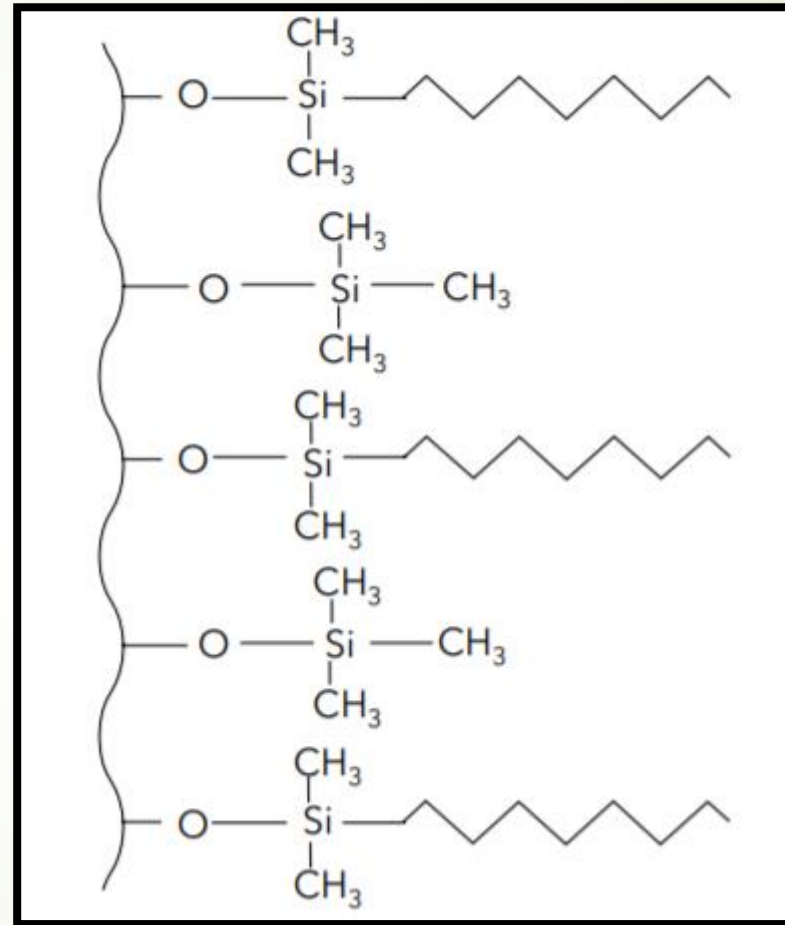
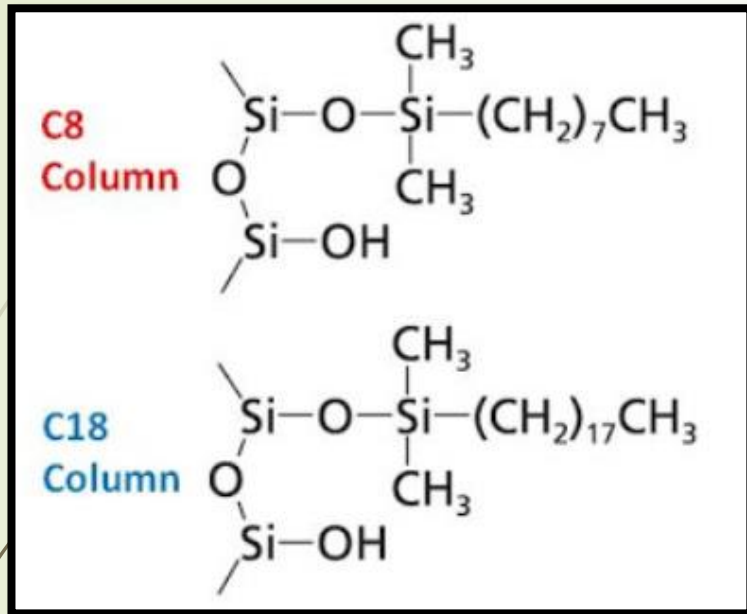
1. HPLC 용매 준비한다. (solvent degassing, sonication)
2. 용매 장착한다.
3. HPLC 기기와 컴퓨터를 켜다.



다.
3~5 mL/min으로 변경한다.

8. Chemstation에서 유속을 분석 조건의 유량으로 바꾼다.
9. Purge valve를 잠근다.
10. 컬럼을 장착한다 (주입구 부분만).
11. Chemstation에서 압력을 확인한다.
12. 컬럼을 장착한다 (검출기 부분).

Column 정지상의 endcapping



HPLC 실험

Instrument 1 (online): Method & Run Control

File RunControl Instrument Method Sequence View Abort Help

Methods CLASSMETHOD.M Sequences DEF_LC.S

Method and Run Control

Ready Last Run 0.0 Method: CLASSMETHOD.M Sequence: DEF_LC.S EMF

C:\CHEM32\1\SEQUENCE

- AFCDELAY.S
- BATCH.S
- DEF_LC.S
- DGNOISE.S
- INSTPERF.S
- LOADTEST.S
- ROBUST.S
- ROUTINE.S
- SEQDOC.S
- SEQSUM.S
- STATIST.S

Isocratic Test Mix
High Standard
HIGH.D

C:\data\03-03-06
C: >10 GB free

Method developed for Class acquisition.
C18, 4.6 x 100 mm, 5 µm
70/30 Acetonitrile/Water

5.00 µl 59 bar 1.500 ml/min 40.0°C DAD GLP

Quaternary Pump Status

	Pre-run	Ready
A: 30.0 %		
B: 70.0 %		
C: Off		
D: Off		

Flow: 1.500 ml/min
Press: 59 bar

Injector Status

	Pre-run	Ready
Standard Injection		
Volume: 5.0 µl		
Vial: 1		

DAD Status

	Pre-run	Ready
UV-Lamp: On		
Vis-Lamp: On		
Spectra:		
A: 250 100		
B: 260 20		
C: 210 8		
360 100		

Column Thermostat Status

	Left	Right
Actual: 40.0 °C		
Setpoint: 40.0 °C		
Valve: n/a		

Online Plot

no Details

min

HPLC를 이용한 아세트아미노펜 및 카페인 분석

표준품 전처리 (외부, 내부표준물질)



외부표준물질 (1,000 ppm)



내부표준물질 (1,000 ppm)

표준품 A mg/50 mL MeOH (stock solution)

내부표준물질 B mg/50 mL MeOH (stock solution)

검체 전처리 (2 set)



검체 1



검체 2

검체 D mg/50 mL MeOH

(대략 AAP 500 ppm이 되도록)

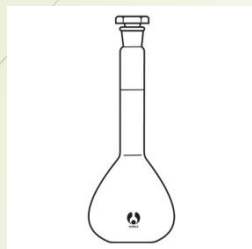
검체 C mg => AAP 650 mg

D mg => AAP E mg (500 ppm)

HPLC를 이용한 아세트아미노펜 및 카페인 분석

HPLC 실험

표준품 전처리 (외부, 내부표준물질)



외부표준물질 (1,000 ppm)



내부표준물질 (1,000 ppm)

표준품 A mg/50 mL MeOH (stock solution)

내부표준물질 B mg/50 mL MeOH (stock solution)



Dilution

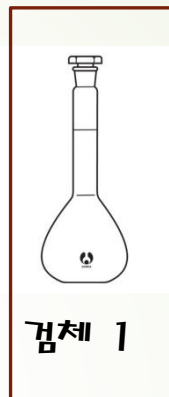
표준품 ?? mL/10 mL 15% ACN (working solution)

(1.52, 3.125, 6.25, 12.5, 및 25 ppm)

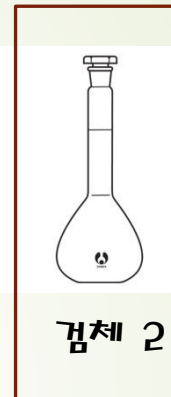
내부표준물질 ?? mL/10 mL 15% ACN

(모든 표준품 및 검체에 동일한 농도로)

검체 전처리 (2 set)



검체 1



검체 2

검체 D mg/50 mL MeOH

(대략 AAP 500 ppm이 되도록)



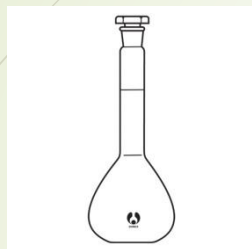
dilution

검체 ?? mL/10 mL 15% ACN

HPLC를 이용한 아세트아미노펜 및 카페인 분석

HPLC 실험

표준품 전처리 (외부, 내부표준물질)



외부표준물질 (1,000 ppm)



내부표준물질 (1,000 ppm)

표준품 A mg/50 mL MeOH (stock solution)

내부표준물질 B mg/50 mL MeOH (stock solution)



Dilution

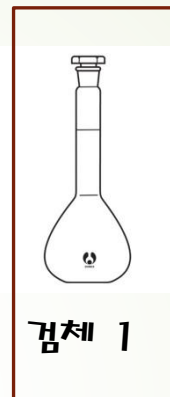
표준품 ?? mL/10 mL 15% ACN (working solution)

(1.52, 3.125, 6.25, 12.5, 및 25 ppm)

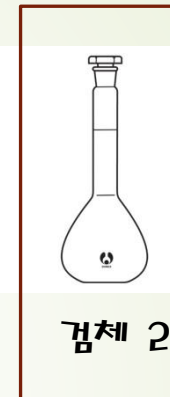
내부표준물질 ?? mL/10 mL 15% ACN

(모든 표준품 및 검체에 동일한 농도로)

검체 전처리 (2 set)



검체 1



검체 2

검체 D mg/50 mL MeOH

(대략 AAP 500 ppm이 되도록)



dilution

검체 ?? mL/10 mL 15% ACN

HPLC 조건 실험

1. 보통 유기용매 70~80 %로 분석 시작 -> 피크 확인
2. 분석시간이 너무 빠른 경우 실제 샘플로 할 때 불순물 피크와 겹칠 수 있으므로 분석 시간을 늘림 -> 주의 사항 유기 용매 조성 너무 빨리 변화 하면 피크로 보임
3. 30% MeOH로 분석 -> 피크 확인
4. 농도 별도 3 point 분석 -> STD 이용
5. 최종 분석시간 확립-> 처음에는 분석 시간을 30분 정도로 -> 시료로 확인
6. 다음에 blank 확인 후 실험

Sample Info: Instrument 1

Operator Name:

Data File

Path: Subdirectory:

☐ Manual Prefix: Counter:

☒ Prefix/Counter

Sample Parameters

Location: (blank run if no entry)

Sample Name:

Sample Amount: Multiplier:

ISTD Amount: Dilution:

Comment:

HPLC 실험

Sample Log Table

Data Path: D:\DATA\2017\03

Browse...

Method Path: C:\MSDCHEM\1\METHODS-2

Browse...

	Type	Vial	Sample	Method / Keyword	Data File	Comment / KeywordString	!
1	Sample	1	Testmix_0.02_ppm	HEXACHLORBENZENE	0316a30		
2	Sample	1	Testmix_0.02_ppm	HEXACHLORBENZENE	0316a31		
3	Blank	1	Testmix_0.02_ppm	HEXACHLORBENZENE	0316a32		
4	Calibration	1	Testmix_0.02_ppm	HEXACHLORBENZENE	0316a33		
5	QC	1	Testmix_0.02_ppm	HEXACHLORBENZENE	0316a34		
6	Keyword	1	Testmix_0.02_ppm	HEXACHLORBENZENE	0316a35		
7	RearSamp	1	Testmix_0.02_ppm	HEXACHLORBENZENE	0316a36		
8	RearCal	1	Testmix_0.02_ppm	HEXACHLORBENZENE	0316a37		
9	Sample						
10							
11							
12							
13							
14							

Sheet1

Read Barcode

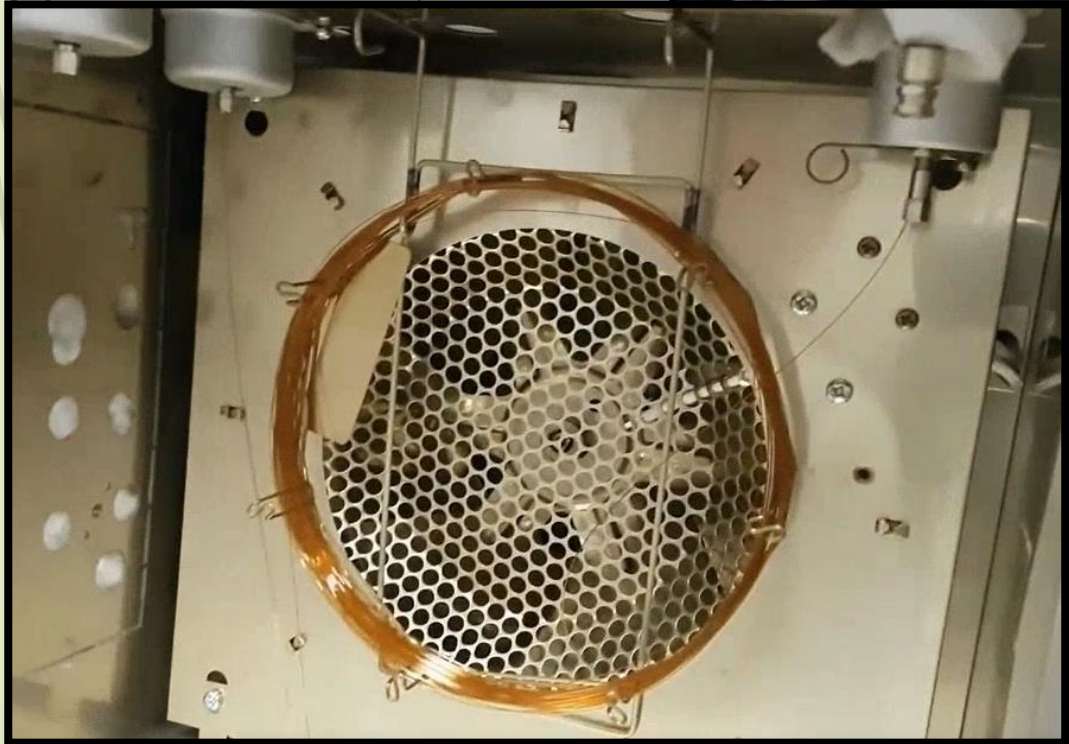
OK

Cancel

Help

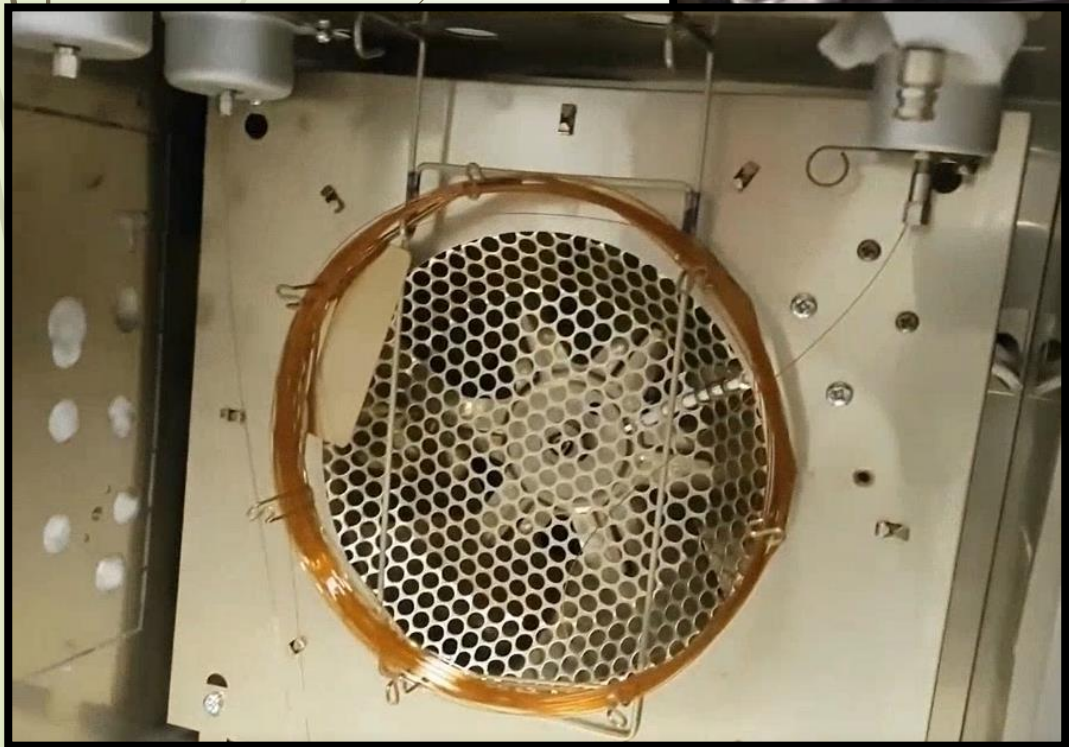
GC 실험

1. GC 준비
2. STD 및 시료 준비
3. GC blank 확인
4. STD를 이용한 조건 실험
5. 시료를 이용한 조건 실험
6. 시료 분석 후 blank 확인



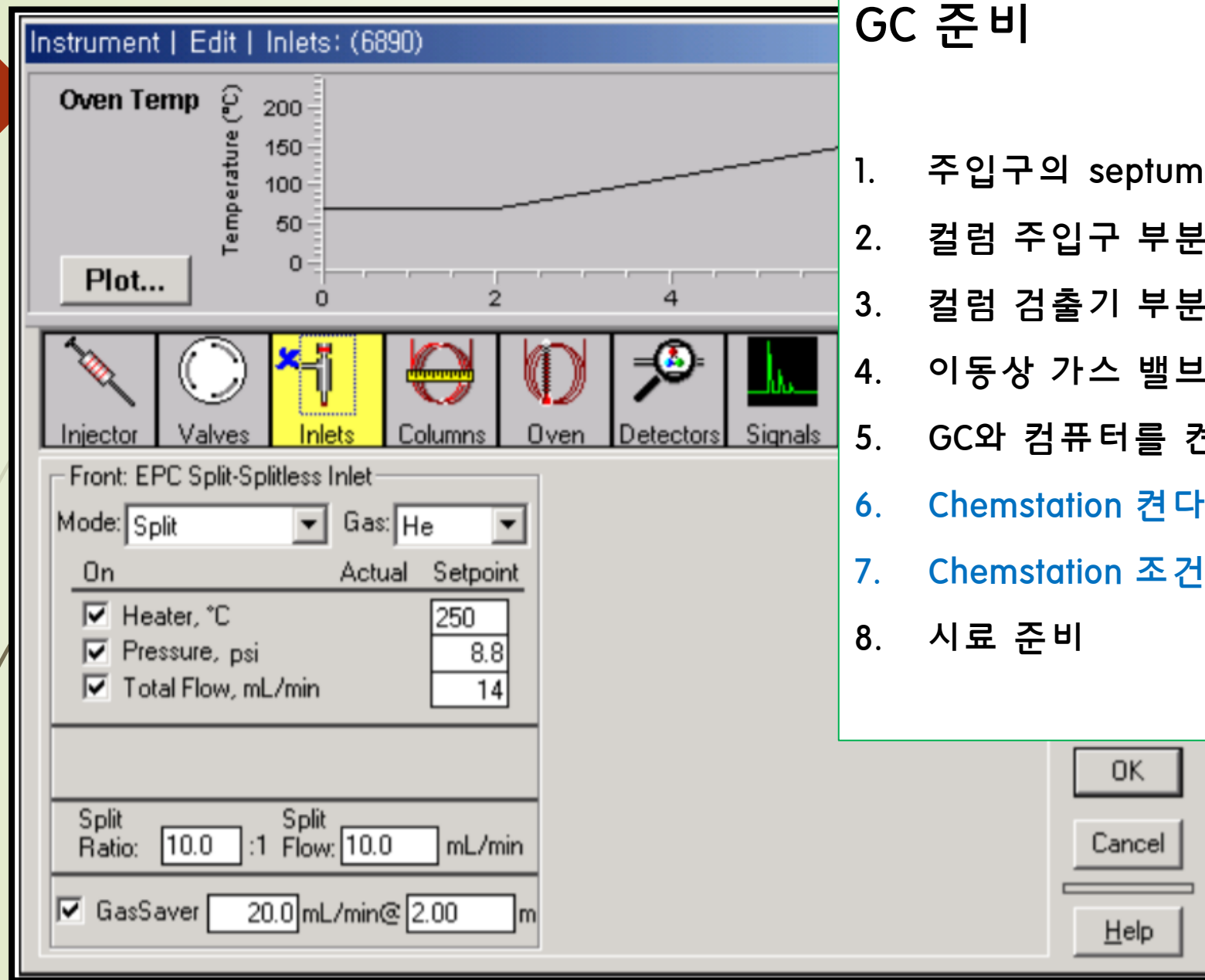
GC 준비

1. 주입구의 septum, liner 그리고 o-ring 교체한다.
2. 컬럼 주입구 부분 ferrule을 교체한다.
3. 컬럼 검출기 부분 ferrule을 교체한다.
4. 이동상 가스 밸브를 연다. -> 가스 압력 확인
5. GC와 컴퓨터를 켜다.
6. Chemstation 켜다.
7. Chemstation 조건 설정
8. 시료 준비



GC 준비

1. 주입구의 septum, liner 그리고 o-ring 교체한다.
2. 컬럼 주입구 부분 ferrule을 교체한다.
3. 컬럼 검출기 부분 ferrule을 교체한다.
4. 이동상 가스 밸브를 연다. -> 가스 압력 확인
5. GC와 컴퓨터를 켜다.
6. Chemstation 켜다.
7. Chemstation 조건 설정
8. 시료 준비



GC 준비

1. 주입구의 septum, liner 그리고 o-ring 교체한다.
2. 컬럼 주입구 부분 ferrule을 교체한다.
3. 컬럼 검출기 부분 ferrule을 교체한다.
4. 이동상 가스 밸브를 연다. -> 가스 압력 확인
5. GC와 컴퓨터를 켜다.
6. Chemstation 켜다.
7. Chemstation 조건 설정
8. 시료 준비