

使用全新 GC/FID/MS 血醇分析仪 对血醇浓度进行定量和确认

应用简报

法医和毒理学

作者

Fred Feyerherm
安捷伦科技有限公司
Houston, TX

Jessica Westland 和 Craig Marvin
安捷伦科技有限公司
Wilmington, DE

摘要

本应用简报重点介绍了使用配备 FID 的 Agilent 7890B GC 与 Agilent 5977A MSD 系统联用开发血醇浓度的测定方法。FID 和 MSD 检测方法的组合不仅能精确定量血醇浓度，还能在复杂的血液样品基质中以谱图形式确认乙醇的存在。



Agilent Technologies

前言

血醇含量 (BAC) 能够直观地反映酒驾人员在驾驶车辆时驾驶能力的受损程度。为方便处理酒驾案件, 执法机构规定了血醇含量的阈值。呼吸酒精检测仪和现场清醒测试为驾驶能力受损程度提供了主观判断指标。而法庭辩护中需要使用乙醇浓度的定量值, 因此血醇浓度测定成为毒理学实验室最常进行的项目。

由于样品的数量庞大且保存时间较短, 毒理学实验室需要一种快速、准确且可靠的血醇含量检验方法。执法实验室普遍使用的方法为顶空气相色谱法 [1]。虽然这种技术能满足多数执法实验室的需求, 但样品的残留或污染物的共流出现象可导致假阳性结果的产生, 从而大大提高了对质谱确认乙醇存在的需求, 这就超出了气相色谱与双火焰离子化检测器联用系统 (GC-FID) 的常规分析能力。使用配备火焰离子化检测器 (FID) 的顶空气相色谱仪和质谱仪 (MS), 可对血液中乙醇同时进行定量分析与谱图确认。

本应用测试了 Agilent 7697A 顶空进样器、配备 FID 的 7890B GC 以及 5977A GC/MS 的组合对血液中乙醇化合物的分离、定量分析和确认。本研究的目的是证明加入的质谱法能够验证乙醇鉴定结果, 并为数据提供更可靠的法律依据。安捷伦仪器可在快速的大容量分析中提供准确、精密的结果。

实验部分

本实验使用配备分流/不分流进样口和 FID 的 Agilent 7890B GC、Agilent 5977A GC/MSD 以及 Agilent 7697A 顶空进样器。实验设置如图 1 所示。采用毛细管微板流路控制技术 (CFT) 的两通分流器将气相色谱柱液流分流至 FID 和 MS 检测器。这一设计可为两个检测器同时提供准确可重现的流速 (图 2)。

实验所用软件为 Agilent MassHunter GC/MS 采集软件 B.07.00.SP2 和 MSD ChemStation 增强版化学分析软件 F.01.00.1903。

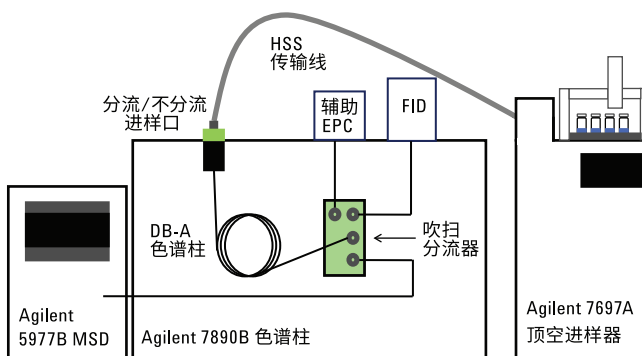


图 1. 血醇分析的 GC/FID/MS 配置

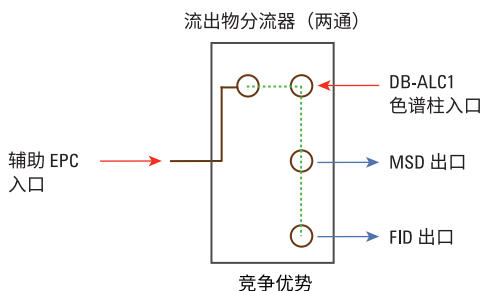


图 2. 利用 CFT 两通吹扫分流器为两个检测器提供可重现流速

仪器条件

色谱柱	DB-ALC-1
载气	氮气
柱温箱	55 °C 恒温
进样口	带 EPC 的毛细管分流/不分流进样口
进样口衬管	超高惰性衬管 (部件号 5190-4047)
气相色谱仪	Agilent 7890B GC
检测器	带 EPC 的 FID
MSD	Agilent 5977A 质谱仪
进样器	Agilent 7697A 顶空进样器
传输管	去活熔融石英 (内径 0.53 mm)
CFT 装置	两通吹扫分流器
气相色谱隔垫	流失性和温度经过优化 (BTO) 的 11 mm 隔垫 (部件号 5183-4757)
分流平板	超高惰性分流平板 (部件号 5190-6145)
CFT 密封圈	可塑金属密封圈 (部件号 G3188-27502, 用于内径 0.32 mm 的色谱柱; 部件号 G3188-26503, 用于内径 0.53 mm 的管线), 内螺帽 (部件号 GB2855-20530)
进样口/FID	85:15 Vespel/石墨密封圈 (部件号 5062-3514, 10/包)
MSD 流速	1.25 mL/min

样品前处理

将 500 μL 各参比标样溶液添加至 4.5 mL 蒸馏水和 5 μL 稀释内标液中, 配制乙醇参比标样。

将正丙醇用蒸馏水稀释 10 倍制得内标储备液 (ISTD), 得到 0.08 g/dL 的工作溶液最终标称浓度。本实验通过实际样品分析评估了该方法的性能。

使用单独的混标配制乙醇校准品。

结果与讨论

图 3 所示为多组分混标通过 DB-ALC1 色谱柱, 根据分析物的分离和洗脱顺序得到的 FID 和 MS 的组合信号色谱图。图 4 所示为多组分混标 FID 和 MS 峰的保留时间对齐图。在乙醇达到基线分离的分析条件下, 甲醇、异丙醇、丙酮等可能存在的样品组分在 3 分钟内实现分离。

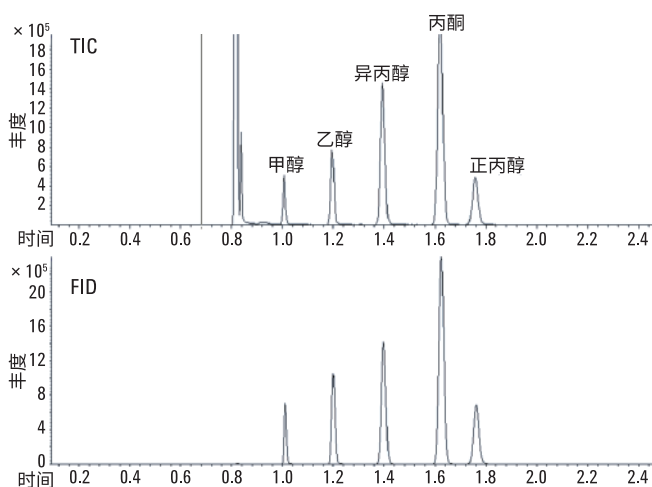


图 3. 0.4% g/dL 多组分混标的色谱分离

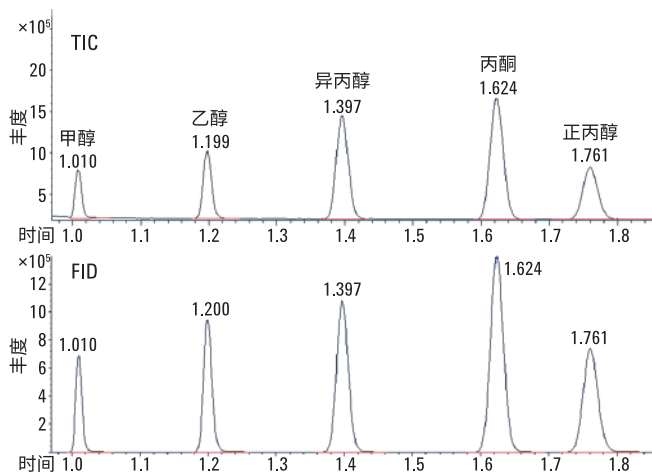


图 4. 多组分混标的 FID 和 MS 色谱的保留时间对齐图

为确定回收率，向校准标样和样品中添加正丙醇。使用 0.02-0.4 g/dL 范围内七个浓度的乙醇进行系统校准，每个浓度平行分析 10 次。图 5 所示为在两种检测器上得到的乙醇校准曲线。如图中所示，FID 和 MS 的校准曲线呈线性， R^2 值分别为 0.9991 和 0.9989。

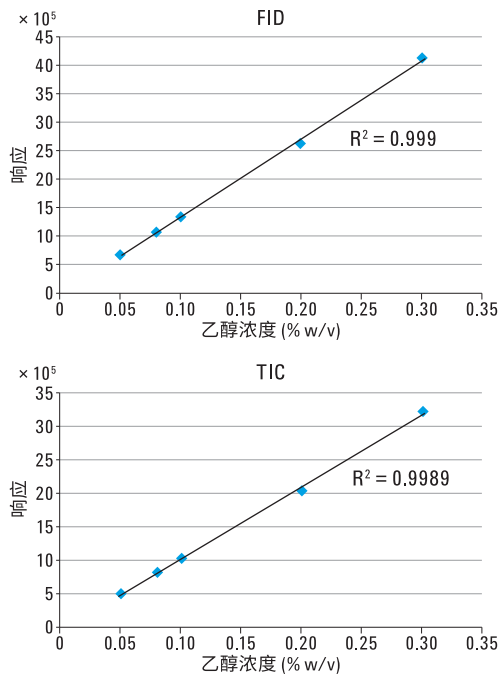


图 5. FID 和 MS 检测乙醇的校准曲线

样品残留是高浓度 BAC 样品分析的一大难题。本研究在重点检测样品间的残留之余，还关注了由顶空进样器中的潜在样品残留造成的污染。在验证中，先分析含有高浓度乙醇 (0.4 g/dL) 的多组分混标，再分析 ISTD 空白。图 6 确定 ISTD 空白中不含乙醇，说明本方法未发生样品残留。

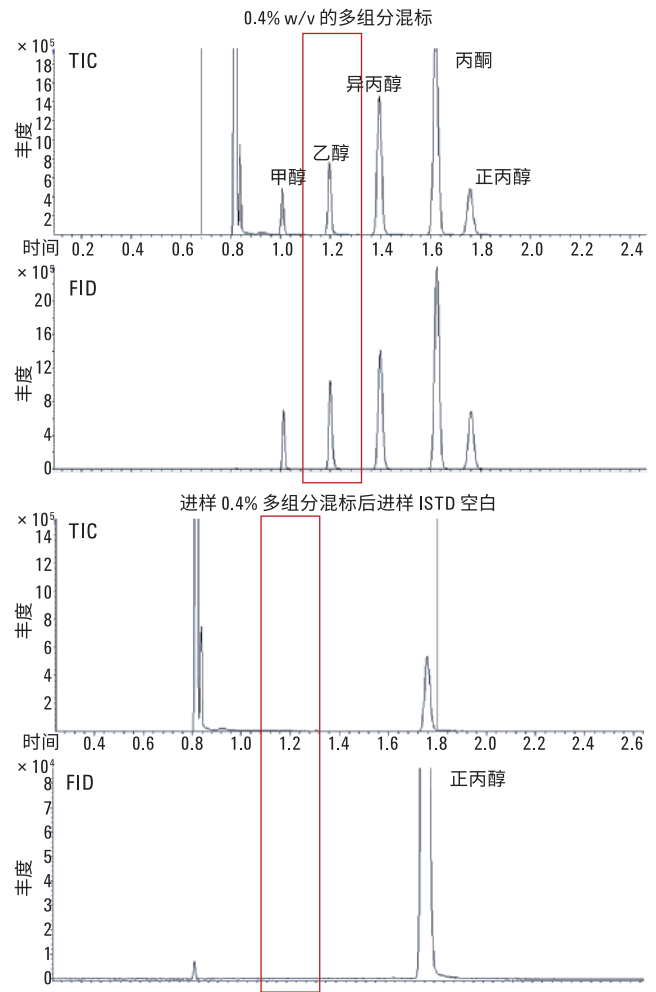


图 6. 上方的两幅色谱图显示高浓度标样 (4 g/dL) 中乙醇的分析结果。下方的两幅色谱图表明 ISTD 空白的 4 g/dL 标样未检测到残留的乙醇污染

Agilent ChemStation 软件提供了数据表示和数据比较的定制报告选项。图 7 的样品报告给出了样品定量分析结果，其中 FID 响应用于定量分析，图中还显示了所采集质谱图和 NIST 质谱数据的比较结果。通过此报告可轻松查看浓度数据，并目测确认所分析样品中存在的乙醇。系统的独特设计使每种组分在 FID 和 MSD 通道中的保留时间保持一致。

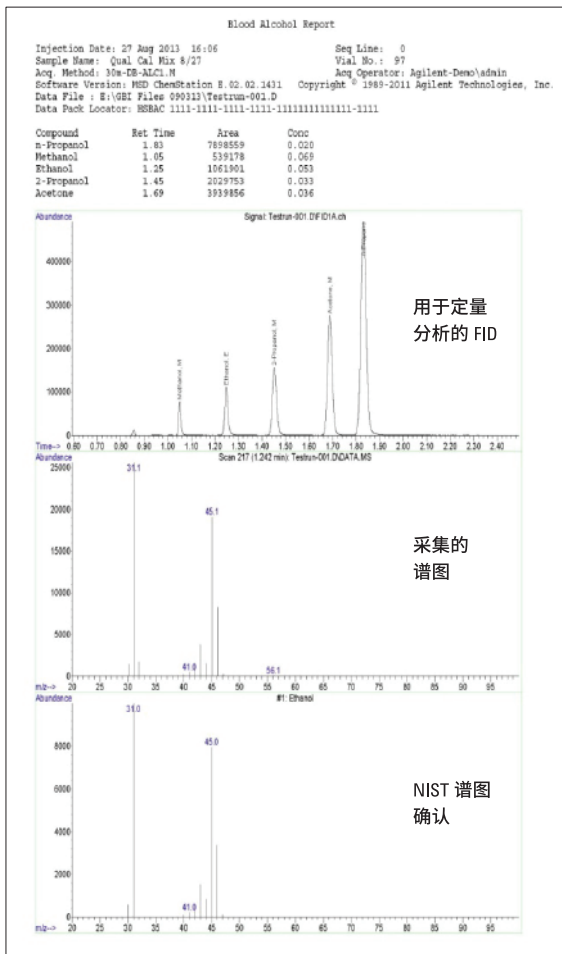


图 7. Agilent ChemStation 定制报告

结论

本研究证实，使用配备 FID 的 7890B GC 和 5977A MSD 能够快速得到稳定准确的血醇浓度分析结果。将 7697A 顶空进样器传输线与分流/不分流进样口直接连接，并在高于大气压下进行 EPC 控制的样品瓶进样，可在大校准范围内获得可重现的性能，同时避免残留污染。EPC 控制的 CFT 可在 FID 和 MSD 之间提供可重现的色谱柱分流流速，仅通过单次进样即可同时进行乙醇的检测与谱图确认。即使在进样挑战性的高浓度乙醇之后，系统仍不会产生样品间的残留污染。此外，该方法利用 FID 检测得到的定量结果以及质谱确认得到的谱图确认结果，能够为乙醇及其他目标物提供具有法律依据的数据。灵活的定制报告选项还可提供浓度信息、色谱图示例以及采集谱图与参比谱库谱图的比较结果。综上所述，Agilent 7890B GC/FID 与 Agilent 5977A MSD 和 7697A 顶空进样器共同组成了一种实用的工具，能够为执法实验室提供精密、准确、可重现且具有法律依据的血醇浓度检测和定量数据。

参考文献

1. J.L. Westland, F.L. Dorman, *Forensic Sci. Int.*, **231**(2013), pp. 50-56
2. H. Boswell, F. Dorman, “使用双柱/双 FID 精密且重现地测定血醇” 安捷伦科技公司出版物
5991-3671CHCN

更多信息

这些数据仅代表典型的结果。有关我们的产品与服务的详细信息，请访问我们的网站 www.agilent.com。

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

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、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，2014

2014 年 5 月 19 日，中国出版

5991-4059CHCN



Agilent Technologies