

在双火焰离子化检测器配置中应用 氮气载气进行血醇分析的方法转换和 评估

使用 Agilent 8697 顶空进样器/8890 气相色谱系统

作者

Abbey Fausett
安捷伦科技有限公司

摘要

使用安捷伦方法转换软件从氦气转换为氮气载气，对用于血醇分析的双柱顶空气相色谱/火焰离子化检测器 (FID) 方法进行了评估。该转换工作的目的是实现原始氮气载气方法中所有目标峰的保留时间匹配。在氮气载气条件下，所有峰均保持足够的色谱分离度。从统计学结果可以看出，与原始氮气载气方法相比，改进方法产生了性能相当的校准和重现性数据。

前言

氦气供应的波动会导致许多分析实验室的生产力中断。从氦气载气方法转换是一种可能的解决方案，可使实验室免受供应不确定性的影响，降低运行成本，并为其他适应性较低的方法节省氦气资源，而不影响系统的稳定性或性能。有些方法难以从传统氦气转换为替代载气，而血醇分析条件则仅需调整氮气载气的入口压力设定值。

之前通过该配置^[1]进行的研究使用高纯度氦气作为载气，并将高纯度氮气作为检测器补偿气和顶空加压气体。将载气转换为氮气可得到完全无氦气系统。

Agilent 8890 气相色谱/8697 顶空进样系统的三种功能使这种转换易于执行和验证。第一种是方法转换工具，可通过用于数据系统的安捷伦气相色谱驱动程序内的气相色谱方法编辑器获得，或通过安捷伦网站下载^[2]。第二种功能是在数据系统或浏览器界面内访问的集成式 8697 顶空控制。这种便利性为在同一界面管理采样和采集参数提供了独特的途径。第三种功能是气体识别诊断。在气相色谱仪上配置适当的气体对于成功转换至关重要。但在可

能的情况下，将管线回溯至气源有时候非常麻烦。8890 气相色谱智能功能提供了一种算法，可根据提供给进样口电子气路控制的气体检查配置的气体性质，从而验证是否正确分配。该测试位于气相色谱触摸屏或浏览器界面的诊断菜单下^[3]。

实验部分

带分流/不分流进样口和双火焰离子化检测器的 Agilent 8890 气相色谱仪配备 Agilent 8697 顶空进样器。使用不带吹扫功能的分流器将进样分流至血醇分析中常用的两种互补性色谱柱固定相上（图 1）。氦气和氮气采集方法的仪器参数见表 1 和表 2。评估中使用的消耗品和标准品见表 3。

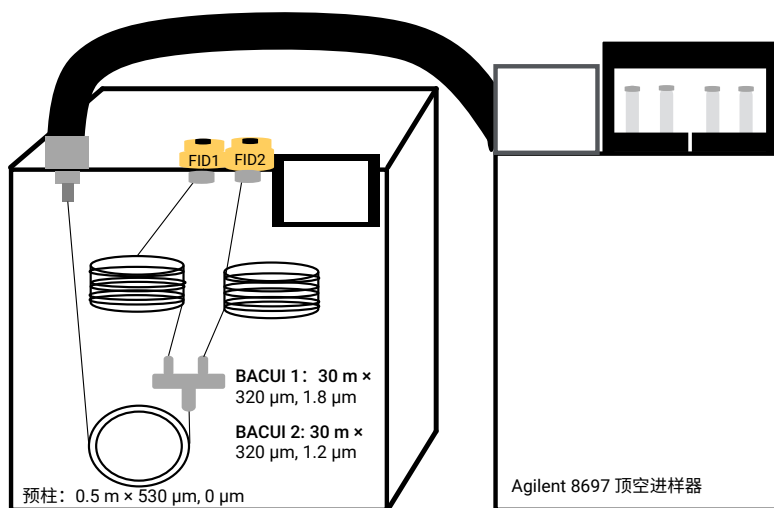


图 1. 用于血醇含量分析的系统配置

表 1. 用于氦气和氮气载气方法的气相色谱方法参数

Agilent 8890 GC 条件				
进样口	分流/不分流 (氦气)	分流/不分流 (氮气)	检测器	火焰离子化检测器 (前和后)
温度	150 °C	150 °C	温度	250 °C
分流比	10:1	10:1	空气流速	400 mL/min
模式	恒压, 21 psi	恒压, 18 psi	氢气流速	30 mL/min
			补偿气流速 (氮气)	25 mL/min
柱温箱	40 °C, 恒温 5 min	40 °C, 恒温 5 min		

表 2. 用于氮气和氮气载气方法的顶空方法参数

8697 顶空进样器条件 (两者)	
柱温箱温度	70 °C
定量环温度	80 °C
传输线温度	90 °C
样品瓶平衡时间	7 min
进样时间	1 min
样品瓶规格	20 mL
样品瓶填充模式	默认
填充压力	15 psi
加压气体	氮气
定量环填充模式	定制
定量环最终压力	1.5 psi
定量环平衡时间	0.05
样品环体积	1 mL

使用氮气载气参数和方法转换工具（可单独下载或从图 2 所示的气相色谱计算器菜单下的安捷伦气相色谱数据系统中访问），根据氮气方法快速生成氮气载气参数。

在该方法转换中，应用速度增益 1，保留了色谱柱死时间。当目的是保持保留时间和运行时间接近原始方法时，该方法是理想的选择。

表 3. 本评估中使用的消耗品和化学标准品

消耗品	货号	标准品	货号	供应商
20 mL 样品瓶和钳口盖	5190-2286	BAC 分离度测试混标	5190-9765	安捷伦
进样口衬管, 超高惰性, 内径 2 mm	5190-6168	乙醇校准	G3440-85036	安捷伦
传输管 (熔融石英)	160-2535-5	叔丁醇, > 99%	24127	Millipore/Sigma
预柱: 0.5 m × 0.53 mm, 0 μm	160-2535-10	定制溶剂混标	定制	Restek
色谱柱 1: BAC1 UI (30 m × 0.32 mm, 1.8 μm)	123-9334UI	分配的 MilliQ 水	N/A	Millipore/Sigma
色谱柱 2: BAC2 UI (30 m × 0.32 mm, 1.2 μm)	123-9434UI			

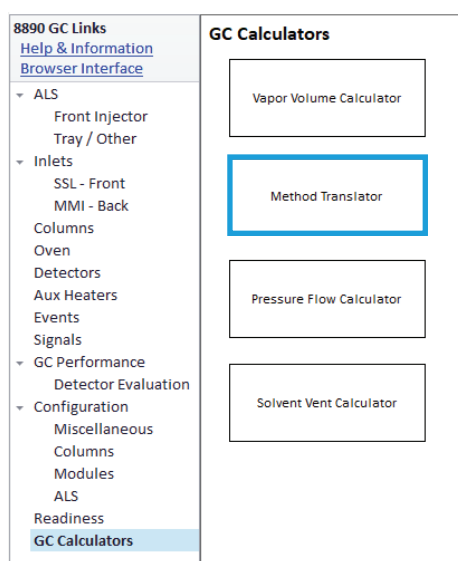


图 2. 位于安捷伦数据系统内的安捷伦方法转换软件屏幕截图

如图 3 所示，在保持其他所有参数不变的情况下改变载气时，进样口压力从 21 psi (氦气) 降至 19 psi (氮气)。由于该方法不是单柱分析，而是柱前分流到两根色谱柱的确认配置，因此确定的理想进样口压力略低于计算值：18 psi。该值使分离度略有改善，且无明显峰展宽，校准表内的保留时间调整可忽略不计。图 3 中的示例使用与 DB-BAC1 UI 色谱柱规格一致的色谱柱详细信息。输入 DB-BAC2 UI 色谱柱的规格时，尽管流速和平均线速度略低，导致死时间略高 (0.705 min)，但计算得到的进样口压力相同。

结果与讨论

在该系统上进行乙醇线性、样品瓶间重现性和化合物分离度评估，与氦气载气的性能进行对比。

乙醇线性

通过绘制 20–400 mg/dL 范围内的六点校准曲线，评估乙醇的线性。向 450 μ L 含有 100 mg/dL 叔丁醇的水中加入 50 μ L 乙醇标准品（作为内标），制备校准标准样。校准曲线如图 4 所示，表明使用氮气载气不会导致线性或灵敏度损失。图 5 包含氦气载气方法下两种 FID 的校准曲线，表 4 详细比较了两种配置下的线性曲线。

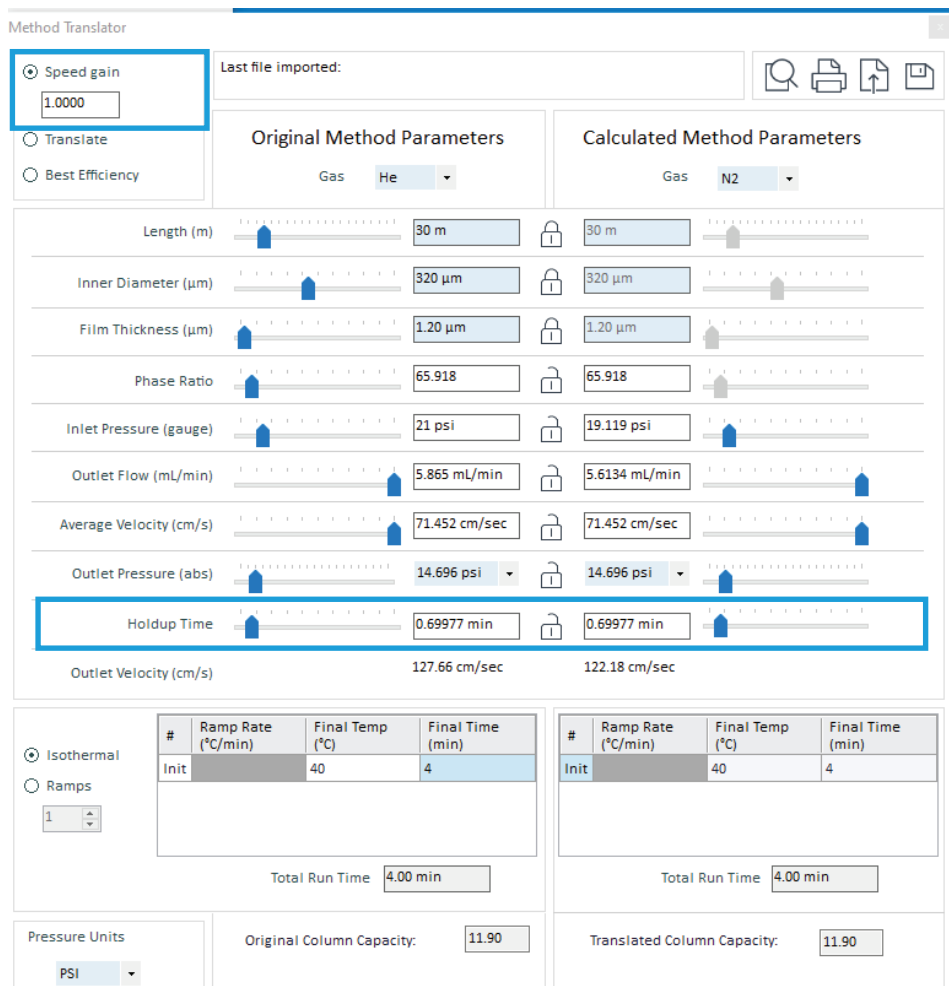


图 3. 气相色谱数据系统内提供的安捷伦方法转换软件屏幕截图。使用参数字段中 DB-BAC1 UI 色谱柱的条件演示了氦气和氮气载气之间的转换

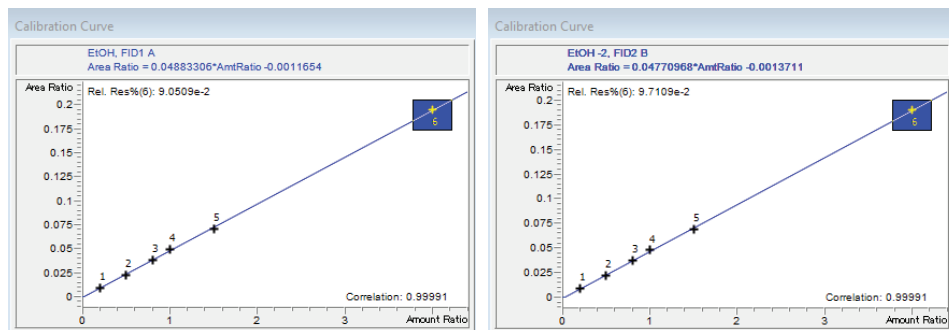


图 4. 使用氮气载气在 Agilent J&W DB-BAC1 UI 和 DB-BAC2 UI 色谱柱上获得的乙醇校准曲线

重现性

通过 10 次连续进样质量控制 (QC) 混标 (Restek 制备的定制混标) 计算统计学重现性 (表 5)。向样品瓶中加入含有 100 mg/dL 叔丁醇 (作为内标) 的 450 μ L 水和 50 μ L QC 混标, 使每个样品瓶中溶液的浓度为 50 mg/dL。

如表 5 所示, 与氦气配置相比, 使用氮气载气配置为大多数分析物提供了相当或更优异的数据。在顶空应用中, 除了在无泄漏且适当维护的系统上运行分析外, 重现性能还高度依赖于样品前处理和加盖技术。

分离度

色谱分离度在理论情况下存在损失, 这是 在许多气相色谱方法中通常认为氮气无法替代氦气载气的常见原因之一。图 6 所示的氦气和氮气运行结果表明, 保留时间在整个转换条件运行过程中基本不受影响。由于分析物的保留时间是分离度计算的关键部分, 因此提供了两种载气条件下详细的保留时间比较数据。

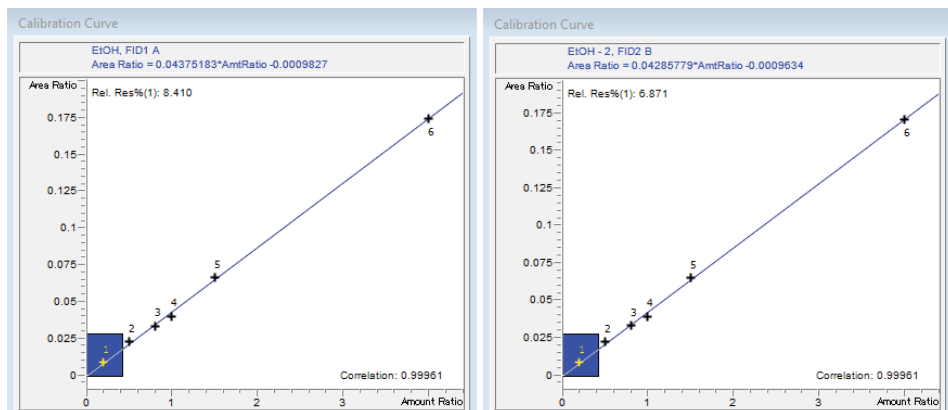


图 5. 使用氮气载气在 Agilent J&W DB-BAC1 UI 和 DB-BAC2 UI 色谱柱上获得的乙醇校准曲线

表 4. 氦气和氮气载气之间乙醇校准曲线常数的比较

	氦气载气		氮气载气	
	DB-BAC1 UI	DB-BAC2 UI	DB-BAC1 UI	DB-BAC2 UI
斜率	0.0488	0.0477	0.0438	0.0429
截距	-0.0011	-0.0014	-0.0010	-0.0010
相关系数	0.9999	0.9999	0.9995	0.9995

表 5. 12 次连续进样 50 mg/dL QC 混标获得的保留时间 (RT) 和相对响应因子 (RRF) 统计数据

化合物	氦气载气				氮气载气			
	DB-BAC1 UI		DB-BAC2 UI		DB-BAC1 UI		DB-BAC2 UI	
	RT	RRF	RT	RRF	RT	RRF	RT	RRF
甲醇	0.03%	2.06%	0.03%	1.72%	0.03%	2.64%	0.04%	2.19%
乙醛	0.04%	2.09%	0.00%	2.11%	0.01%	0.76%	0.01%	0.83%
乙醇	0.00%	2.16%	0.02%	1.69%	0.03%	2.27%	0.02%	2.16%
异丙醇	0.02%	1.49%	0.03%	1.34%	0.03%	1.79%	0.01%	1.83%
丙酮	0.02%	0.74%	0.00%	1.01%	0.02%	1.09%	0.01%	0.72%
2-丁酮	0.04%	1.90%	0.02%	1.61%	0.03%	0.83%	0.03%	0.99%

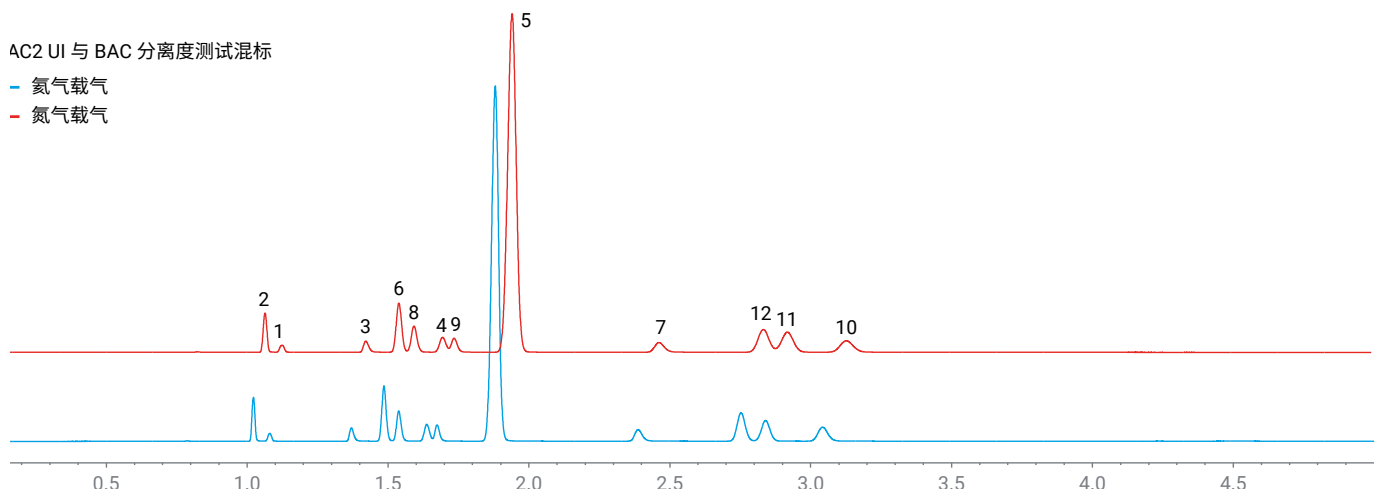
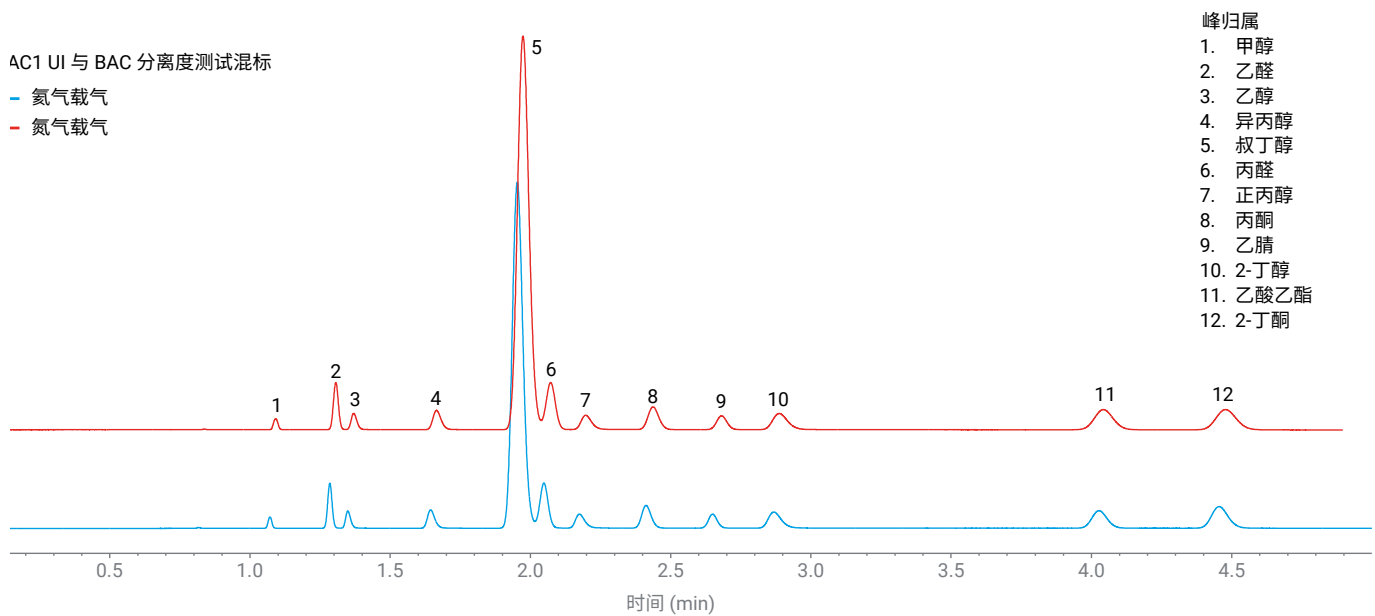


图 6. 以氮气为载气进样 50 mg/dL 安捷伦血醇校验混标获得的色谱图

图 7 提供了两种载气选项下用于两种色谱柱分离度计算的保留时间值。

使用大多数当前数据系统中可用的 USP 公式计算分离度，DB-BAC1 UI 和 DB-BAC2 UI 色谱柱固定相的氮气和氮气结果比较如图 8 所示。虽然在关键分离中氮气载气方法的分离度值略低，但该值足以满足大多数实验室的 QC 要求。

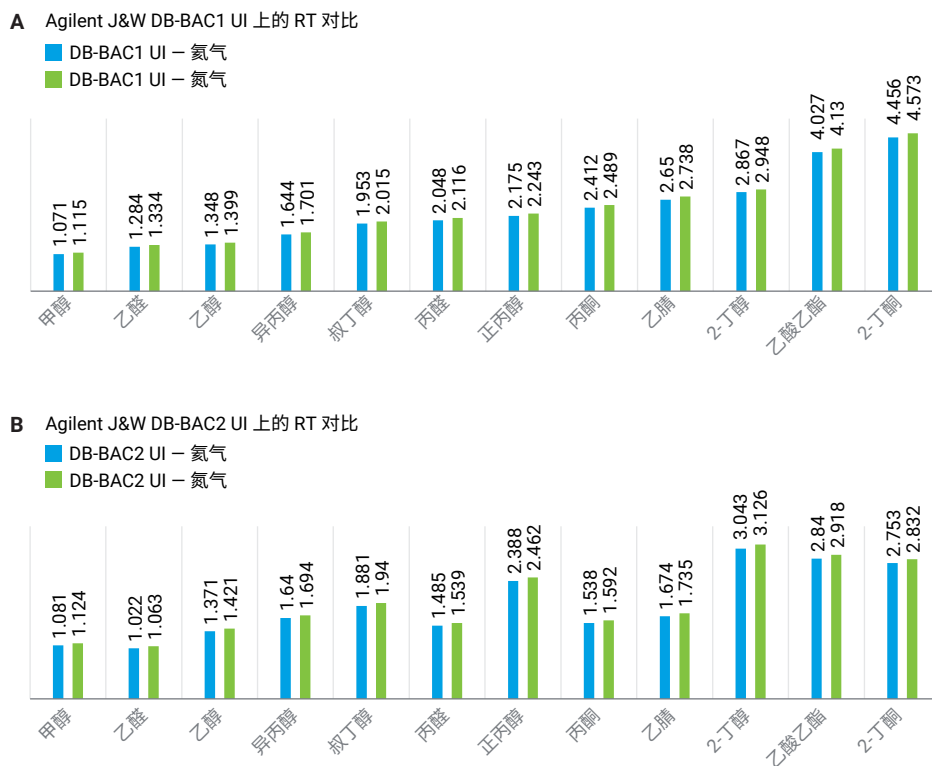


图 7. Agilent J&W DB-BAC1 UI (A) 和 DB-BAC2 UI (B) 色谱柱上氮气和氮气载气之间的保留时间 (RT) 比较

重要功能：气体识别测试

8890、8860 和 Intuvo 9000 气相色谱存储器中内置的气体识别测试提供了一种无创诊断测试，用于确认连接到进样口模块的气体是否与系统配置的气体匹配。当在不同载气选项下评估气相色谱配置时，该诊断测试非常有用。例如，配置气体的性质用于计算输送流量所需的压力。如果配置的气体与实际气体不匹配，则可能导致错误或结果不正确。该诊断测试耗时不到一分钟，并可以避免用户在改变气相色谱载气设置时出错。为获得理想结果，建议使用 10 psig 或更高的进样口压力。图 9 显示了故障载气结果，可以选择校正并通过诊断测试。

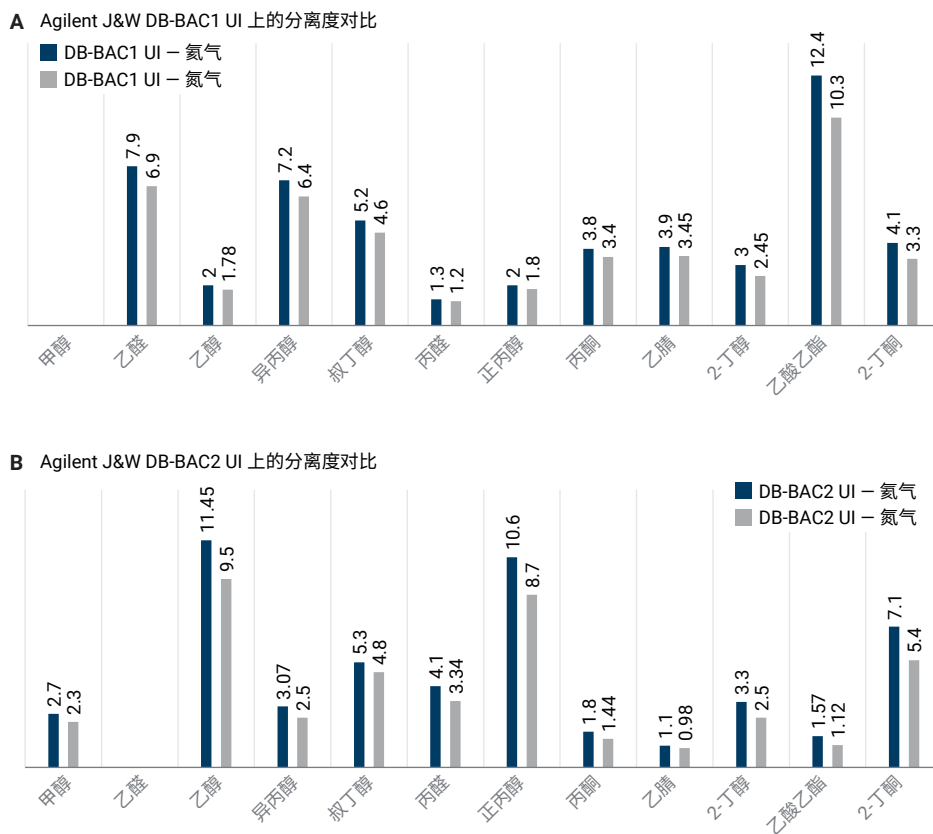


图 8. Agilent J&W DB-BAC1 UI (A) 和 DB-BAC2 UI (B) 色谱柱上氦气和氮气载气之间的 USP 分离度 (Rs) 比较。由于甲醇 (DB-BAC1 UI) 和乙醛 (DB-BAC2 UI) 是运行中的初始峰，无法得到它们的分离度值

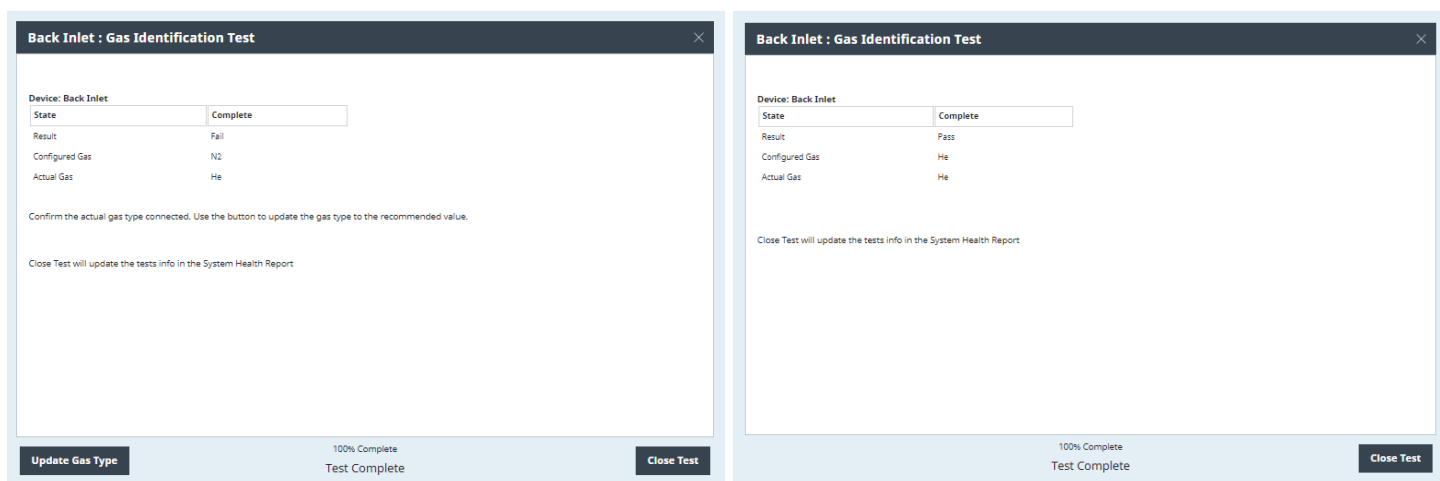


图 9. 气体识别测试的屏幕截图。在第一个框中，当配置气体与实际气体类型不匹配时，返回失败结果。通过验证气源处的气体类型，可以校正设置并启动诊断，在这种情况下，将校正气体配置并在配置气体与实际气体匹配时返回通过结果

结论

氦气是许多实验室的关键资源，但其可用性波动较大。这些结果表明，更具可持续性且经济实惠的载气——氮气能够在不影响数据可靠性的情况下用于顶空中乙醇的分析。将氮气方法的性能（包括线性、重现性和色谱分离度）与原始氦气方法进行比较，在避免这一时期氦气短缺的同时，获得了接近等效的性能。将安捷伦方法转换软件等传统功能与新的气相色谱智能产品相结合，减轻了转换方法的负担，有效地将重点转移到更高效的操作上，减少了由于关键资源可用性引起的担忧和中断。

参考文献

1. Fausett,A. 使用集成 8697 顶空进样器在 8890 气相色谱-双 FID 系统上进行血醇分析，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5994-3126ZHCN，**2021**
2. 气相色谱计算器和方法转换软件。
<https://www.agilent.com.cn/zh-cn/support/gas-chromatography/gccalculators>（**2022** 年 11 月 07 日访问）
3. Agilent 8890 浏览器界面诊断，安捷伦科技公司，YouTube，**2022** 年 4 月 14 日。
https://www.youtube.com/watch?v=vRe8j78Bp8s&list=PLThrdl2ragom_g5055hddaMchcwr2_1d&index=114（**2022** 年 11 月 07 日访问）

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

用于司法鉴定。

RA45124.4069907407

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，2023
2023 年 7 月 18 日，中国出版
5994-6508ZHCN