利用 Agilent J&W DB-624UI 超高惰性气相色谱柱分析有机酸和醇类

应用简报

食品检测与农业

作者

Pat Sasso 和 Ken Lynam
安捷伦科技公司

摘要

通过分析 26 种脂肪族短链、芳香族醇类和羧酸混合物，得到合适的峰形和分离度来评估最新推出的 Agilent J&W DB-624UI 色谱柱。将该色谱柱与非安捷伦 624 固定相进行了比较。挥发性范围狭窄的有机酸（C3 至 C8）在 DB-624UI 色谱柱上有着理想的峰宽和峰对称性，这表明无需将其转化为甲酯便可分析这些化合物。

引言

近来，长链 ω-3 脂肪酸对心脏健康的益处受到了广泛关注。对这些在不同基质中（从鲑鱼组织到膳食补充剂）的脂肪酸的精确定量分析通常包括提取、干燥、以及衍生化生成甲酯来进行气相色谱分析。当此技术获得广泛认可时，无需复杂样品前处理便可测定有机酸的技术使新款的检测器得以引进，例如与高效液相色谱配合使用的电喷雾检测 [1]。但不足之处是高效液相色谱柱不具备毛细管气相色谱柱那种能够分离极其相似的化合物的能力。反相高效液相色谱的另一个问题是需要将待测样品注入到亲水环境下。气相色谱进样则具有优势，因为目标化合物具有非极性基团，更容易溶解于气相色谱非极性溶剂中。

Agilent Technologies

DB-624UI 色谱柱历经多年的发展已具备了其独特的相选择性，其前身可追溯至 EPA 方法 624 对废水中可吹扫的卤代烃进行检测时所使用的 624 固定相。将足够的氰丙基苯基与高比例的甲基聚硅氧烷结合之后，色谱柱便可通过气质联用系统借助同位素定量离子对先前溶解较差的组分进行鉴定，例如 2-丁酮和乙酸乙酯 [2]。

应用简报评估了与非安捷伦 624 色谱柱比较，DB-624UI 气相色谱柱分析有机酸和醇类的性能，其分析过程无需进行耗时的衍生化。

实验部分

使用配备了 Agilent 7683B 自动进样器的 Agilent 6890N GC/FID 来进行这一系列实验。

条件

色谱柱：	Agilent J&W DB-624UI，30 m × 0.32 mm，1.8 µm（部件号 123-1334UI）
样品：	26 种醇类和酸类混合物（C_1 至 C_{12}），每种组分色谱柱上样量为 100 ng
载气：	氢气，38 cm/s，2.0 mL/min，恒流模式
柱温箱：	35 °C（保持 1 min），以 10 °C/min 升至 260 °C（保持 1 min）
进样口温度：	200 °C
进样口衬管：	去活双锥形直接连接衬管
自动进样器：	Agilent 7683B，0.5 µL 进样针，0.01 µL 纯品，分流进样（分流比 100:1）
气相色谱：	Agilent 6890N GC/FID
检测器：	FID，265 °C

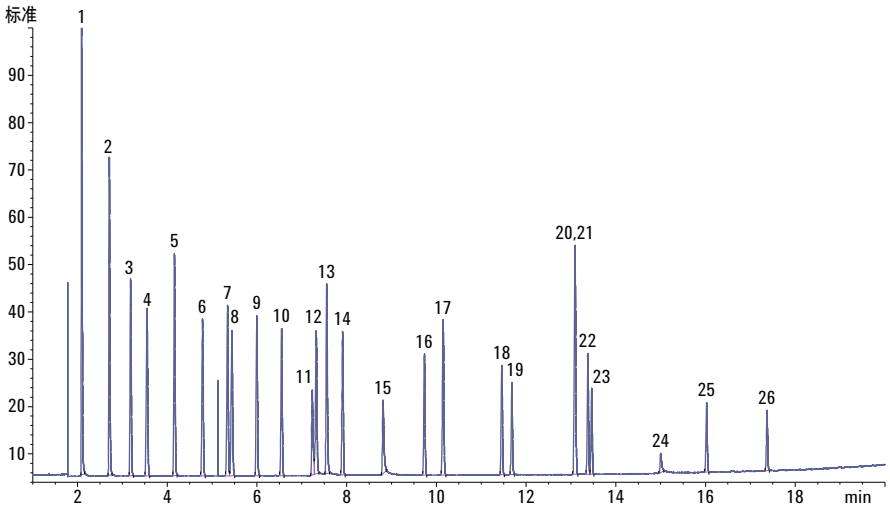

图 1. 在 Agilent J&W DB-624UI 气相色谱柱上，有机酸测试混标显示出的可接受峰形

安捷伦的流路消耗品

样品瓶：	棕色，螺口盖（部件号 5182-0716）
瓶盖：	蓝色，螺口盖（部件号 5282-0723）
样品瓶内插管：	250 µL，玻璃，带聚合物支脚（部件号 5181-1270）
进样针：	0.5 µL（部件号 G4513-80229）
隔垫：	高级绿色隔垫（部件号 5183-4759）
进样口衬管：	双锥形直接连接衬管（部件号 G1544-80700）
放大器：	20×（部件号 430-1020）

标准品制备

通过 Sigma-Aldrich 公司的 ACS 级或更高级别的试剂来制备用于 FID 响应的碳原子数相同的 26 种化合物校验混标。为使所有化合物在 FID 检测器上有近似相同的峰面积响应，可以加入轻微过量的甲醇以备在自动进样器样品瓶中随时间挥发。

结果与讨论

EPA 624 色谱柱由其他供应商处购得。安捷伦与非安捷伦色谱柱具有相同的内径和膜厚，并且柱子在进样之前均隔夜老化。评价指标包括 3 种不同有机酸的峰对称性、醇类的峰形及关键物质对（苯乙醇和壬醇）的临界分离度。通过配有 350 °C EI 惰性离子源的 Agilent 5975D 气质联用系统在 EI 模式下分别确定洗脱顺序。

图 1 显示了测试混标在 DB-624UI 色谱柱上的分析结果。3 种有机酸的峰对称性均在可接受范围。

表 1 列出通过峰面积百分比及性能报告计算得到的峰对称性。表 2 列出 3 次重复进样的统计分析，显示了 DB-624UI 色谱柱提供的可重复性峰对称性和关键物质对的临界分离度。值得注意的是，在相同程序升温条件下，两根非安捷伦色谱柱并没有给出关键物质对临界分离度，因此可以得出结论，并不是所有 624 固定相都能得到相同结果。

表 1. 未衍生化的醇类和酸类在 Agilent J&W DB-624UI 气相色谱柱分离后得到的峰宽和对称性

组分	峰编号	宽度	对称性
甲醇	1	0.0194	0.6993
乙醇	2	0.0247	0.7842
异丙醇	3	0.0293	0.8980
叔丁醇	4	0.0348	0.9528
1-丙醇	5	0.0299	0.9035
仲丁醇	6	0.0321	0.9521
2-甲基-1-丙醇	7	0.0334	0.9610
2-甲基-2-丁醇	8	0.0367	0.9796
正丁醇	9	0.0314	0.9466
3-戊醇	10	0.0323	0.9836
丙酸	11	0.0329	0.5443
3-甲基-1-丁醇	12	0.0354	1.0277
乙二醇	13	0.0309	0.8296
1-戊醇	14	0.0310	0.9785
丁酸	15	0.0347	0.5953
1–己醇	16	0.0312	0.9894
环己醇	17	0.0342	0.9668
1-庚醇	18	0.0308	0.9882
1,2-戊二醇	19	0.0313	0.9390
苄基和辛醇	20, 21	0.0380	1.0342
苯乙醇	22	0.0321	0.9638
壬醇	23	0.0305	0.9578
辛酸	24	0.0374	0.6355
癸醇	25	0.0309	0.9398
十一醇	26	0.0311	0.9527

表 2. 在 Agilent J&W DB-624UI 气相色谱柱（序列号 USC179032H）上三次重复进样获得可重现性的峰对称性和分离度

化合物	对称性均值	标准偏差
丙酸	0.70	0.01
丁酸	1.10	0.03
辛酸	0.87	0.01
	均值对照品	**标准偏差**
苯乙醇/壬醇难分离化合物对	3.883	0.021

图 2 说明其中一个非安捷伦色谱柱峰对称性不好。丁酸（也称为酪酸）在非安捷伦色谱柱上有严重的拖尾，因此在重复进样时根本无法正确积分。嗅觉敏锐的哺乳动物（例如狗）在浓度为 10 µg/L 时便可觉察到这种化合物，然而人类只有当浓度达到 10 mg/L 以上才能够觉察。当黄油变质时，甘油酯水解释放的丁酸会产生刺鼻的不良气味。

图 3 显示了 DB-624UI 和非安捷伦 624 色谱柱分析辛酸时峰对称性的比较。因为在 DB-624UI 色谱柱上挥发性降低使得对称性提高，但非安捷伦色谱柱情况相反，辛酸展宽过大导致样品进样后不出峰。辛酸存在于日常食品中，在世界第二大商品食用油棕榈仁油中占 6% 至 8% [3]。

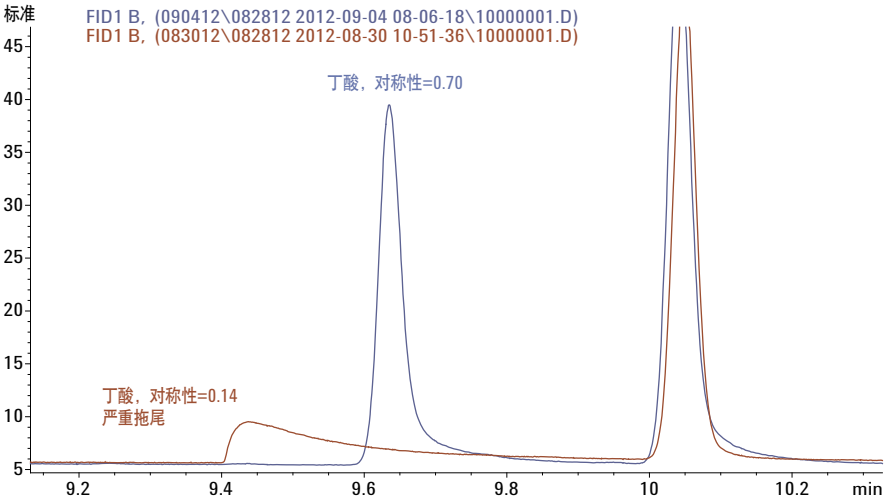

图 2. 丁酸在 Agilent J&W DB-624UI 气相色谱柱（蓝色）和非安捷伦 624 色谱柱（红色）上的峰形

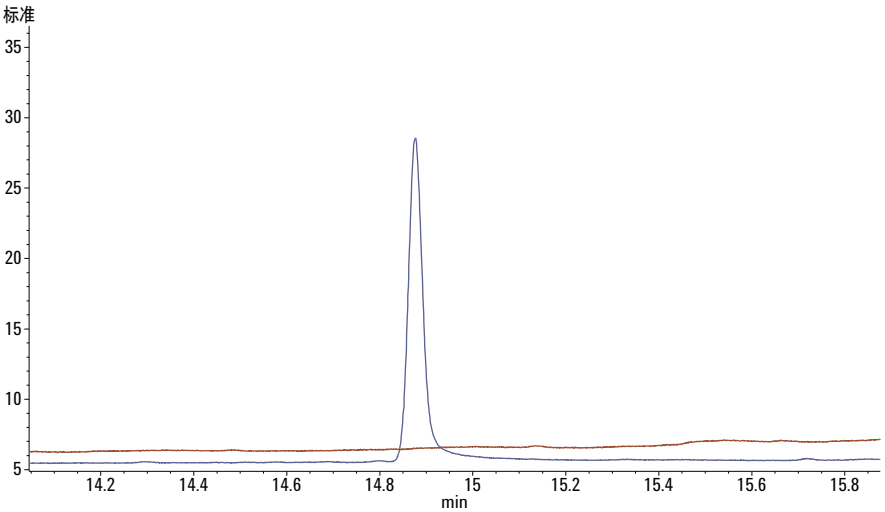

图 3. 辛酸的峰形说明在非安捷伦 624 色谱柱上（红色）完全不对称

结论

DB-624 超惰性气相色谱柱能够提供比非安捷伦 624 色谱柱更优异的性能。无需衍生的操作为分析节省了大量时间，因此，很显然这种固定相非常适合大量有机酸的分析。鉴于只有安捷伦色谱柱能提供合适的峰对称性和分离度，可以看出分析过程的选择（诸如上述酯的衍生）使得色谱柱对分析方法的成功至关重要。

参考文献

1. I. Acworth, M. Plante, B. Bailey, C. Crafts. “Quantitation of Underivatized Omega-3 and Omega-6 Fatty Acids in Foods by HPLC and Charged Aerosol Detection”. Thermo Fisher Scientific, Inc. Publication Number LPN 2931-02 01/12 (2011).

2. EPA. EPA Method 624 - Purgeables. U.S. Environmental Protection Agency.
http://water.epa.gov/scitech/methods/cwa/organics/upload/2007_07_10_methods_method_organics_624.pdf

3. C. Coslett. Facts on Palm Kernel Oil.
http://www.ehow.com/facts_5783441_palm-kernel-oil.html

如需更多信息

这些数据仅代表典型结果。有关我们的产品和服务的详细信息，请访问我们的网站：www.agilent.com/chem/cn。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料中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，2012

中国印刷

2012 年 11 月 8 日

5991-1441CHCN



Agilent Technologies