

# 安捷伦惰性流路的改进：对半挥发性化合物分析的影响

## 作者

Ken Lynam  
安捷伦科技公司

## 应用简报

环境

## 摘要

对配备安捷伦惰性流路组件和另一供应商流路产品的 Agilent 7890/5975C 气质联用系统的比较结果显示，采用安捷伦惰性流路能够使半挥发性化合物分析获得更优异的结果。对诸如五氯酚、特丁硫磷、百菌清、西玛津和莠去津等半挥发性分析物而言，采用安捷伦惰性流路系统能够获得更高的峰面积响应、更尖锐的峰形和更高的分离度。

## 前言

半挥发性分析物类包括大量具有化学活性的物质，其往往会吸附于当前气质联用系统流路的任何活性位点上。在气相分析中，分析物必须能够顺利通过从进样到检测的通路。但当目标化合物为活性分析物、含量很低且当流路表面具有活性时，将很难实现这一分析。实验室采用 GC/MS 分析复杂基质样品时，通常使用极少的样品前处理步骤，并需要获得极低的检测限，因此有必要采用一系列惰性流路组件作为分析物经过的通路。流路中的任何活性位点均可导致峰形和定量分析结果变差，或者分析物的丢失。

过去主要采用色谱柱和衬管去活来消除流路中的活性位点 [1,2]。这些策略业已开始重点关注流路中的附加部件，下一步理想的目标是实现完全惰性的流路。用于气体密封连接的进样口焊接件、分流平板和密封垫圈都是与目标分析物接触的流路部件 [3]。了解用于安捷伦 J&W 超高惰性色谱柱、衬管和惰性 MS 离子源部件设计的表面去活策略，可以为进一步提高惰性能打下良好的基础。采用这些策略可以进一步提高流路的惰性，包括使分流/不分流进样口顶部和外层焊接件、超高惰性分流平板和 UltiMetal Plus 可塑金属密封圈成为惰性组件。本应用简报展示了用于半挥发性化合物检测的最新版安捷伦惰性流路 (Agilent IFP) 解决方案的初步评估结果。

分别将半挥发性分析物混标注入至 Agilent IFP 和同样配备分流/不分流进样口的另一供应商的同类产品中，所得的示例性色谱图突出显示了 Agilent IFP 对具有化学活性的半挥发性化合物分析结果的巨大影响。为了便于对比，采用另一供应商的优质组件（包括 5% Sil MS 色谱柱、带经过处理的玻璃毛的衬管、经过处理的进样口密封垫和去活的顶部和外层的焊接件）组成另一种流路。

## 实验部分

用于比较进样口惰性的气质联用系统由配备三轴检测器的 Agilent 5975C MSD 与 Agilent 7890 气相色谱仪串接而成。使用一个 Agilent 7683B 自动进样器，并在前后分流/不分流进样口之间进行切换。将前进样口设置为安捷伦惰性流路进样口，后进样口配备另一供应商的同类组件。前后进样口实验条件尽可能地保持一致。

## 标准溶液的制备

一个包含 29 种成分、标示浓度为 10 ng/ $\mu$ L 的气质联用半挥发性化合物分析仪校验混标来自安捷伦科技有限公司（加利福尼亚州圣克拉拉市）（部件号 5190-0473）。采用 A 级容量玻璃器皿和容积式注射器转移该混合物并对其进行逐级稀释。超低残留分析级二氯甲烷购自 VWR International。

## 条件一 安捷伦惰性流路

色谱柱：	Agilent J&W DB-UI 8270D, 20 m $\times$ 0.18 mm, 0.36 $\mu$ m (部件号 121-9723)
载气：	氦气, 32 $^{\circ}$ C 下流速 48.5 cm/s (1.2 mL/min), EPC 恒定流速
柱温箱：	32 $^{\circ}$ C 保持 2.5 min, 以 25 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 320 $^{\circ}$ C (保持 4.8 min)
进样：	0.5 $\mu$ L, 不分流进样, 230 $^{\circ}$ C, 在 1.42 min 时开启吹扫
检测器：	MSD 扫描模式, 扫描范围 40 至 450 amu, 离子源温度 300 $^{\circ}$ C, 四极杆温度 150 $^{\circ}$ C, 传输线温度 320 $^{\circ}$ C
气体净化器：	GC/MS 气体净化套件, 1/8 英寸 (部件号 CP17974)
进样口：	带有惰性外层和顶部焊接件 (部件号分别为 G3452-60570 和 G3452-60586) 的分流/不分流进样口
进样口衬管：	安捷伦单锥形超高惰性衬管, 带玻璃毛 (部件号 5190-2293)
分流平板：	安捷伦超高惰性分流平板 (部件号 5190-6144 UI)
进样针：	5 $\mu$ L, 蓝线 (部件号 G4513-80206)
密封垫圈：	进样口采用 UltiMetal Plus 可塑金属密封垫圈 (部件号 G3188-27501), MS 接口密封垫圈 (部件号 5188-5361)
色谱柱螺帽：	通用色谱柱螺帽, 1/16 英寸内六角, 2 件装 (部件号 5181-8830), 用于进样口
MS 螺帽：	MS 接口色谱柱螺帽 (部件号 05988-20066)
MSD 密封圈：	85/15 Vespel/石墨密封圈 (部件号 5062-3508)

## 条件一 另一供应商的流路

色谱柱：	Rxi-5Sil MS, 20 m $\times$ 0.18 mm, 0.36 $\mu$ m
载气：	氦气, 32 $^{\circ}$ C 下流速 48.5 cm/s (1.2 mL/min), EPC 恒定流速
柱温箱：	32 $^{\circ}$ C 保持 2.5 min, 以 25 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 320 $^{\circ}$ C (保持 4.8 min)
进样：	0.5 $\mu$ L, 不分流进样, 230 $^{\circ}$ C, 在 1.42 min 时开启吹扫
检测器：	MSD 扫描模式, 扫描范围 40 至 450 amu, 离子源温度 300 $^{\circ}$ C, 四极杆温度 150 $^{\circ}$ C, 传输线温度 320 $^{\circ}$ C
气体净化器：	气体净化 GC/MS, 1/8 英寸套件 (部件号 CP17974)
进样口：	带有钝化外层和顶部焊接件的分流/不分流进样口
进样口衬管：	带玻璃毛的 Sky 单细径锥衬管
分流平板：	经 Siltek 钝化处理的进样口密封垫
进样针：	5 $\mu$ L, 蓝线 (部件号 G4513-80206)
密封垫圈：	进样口采用安捷伦 UltiMetal Plus 可塑金属密封垫圈 (部件号 G3188-27501), MS 接口密封垫圈 (部件号 5188-5361)
色谱柱螺帽：	通用色谱柱螺帽, 1/16 英寸内六角, 2 件装 (部件号 5181-8830), 用于进样口
MS 螺帽：	MS 接口色谱柱螺帽 (部件号 05988-20066)
MSD 密封圈：	85/15 Vespel/石墨密封圈, 0.4 mm, 经过预老化 (部件号 5062-3508)

## 其他安捷伦配件

样品瓶：	琥珀色硅烷化螺口盖样品瓶 (部件号 5183-2072)
样品瓶盖：	蓝色螺口盖 (部件号 5185-5820)
样品瓶内插管：	250 $\mu$ L, 玻璃/聚合物底部 (部件号 5181-8872)
隔垫：	11 mm, 高级绿色不粘连隔垫 (部件号 5183-4759)
进样口密封圈：	安捷伦 UltiMetal Plus 可塑金属密封圈, 10 个/包 (部件号 G3188-27501)
放大器：	20 倍放大器环 (部件号 430-1020)
进样针：	可替换针头, PTFE 推杆, 1 mL (部件号 5190-1539), 0.5 mL (部件号 5190-1525)

## 结果与讨论

图 1 显示了采用安捷伦和非安捷伦流路得到的半挥发性化合物校验混标的示例性色谱图比较，每种成分的柱上量为 0.25 ng。考虑到该混标中存在活性酸性酚类、碱类和活性农药，所得到的峰形和响应已经比较优异。

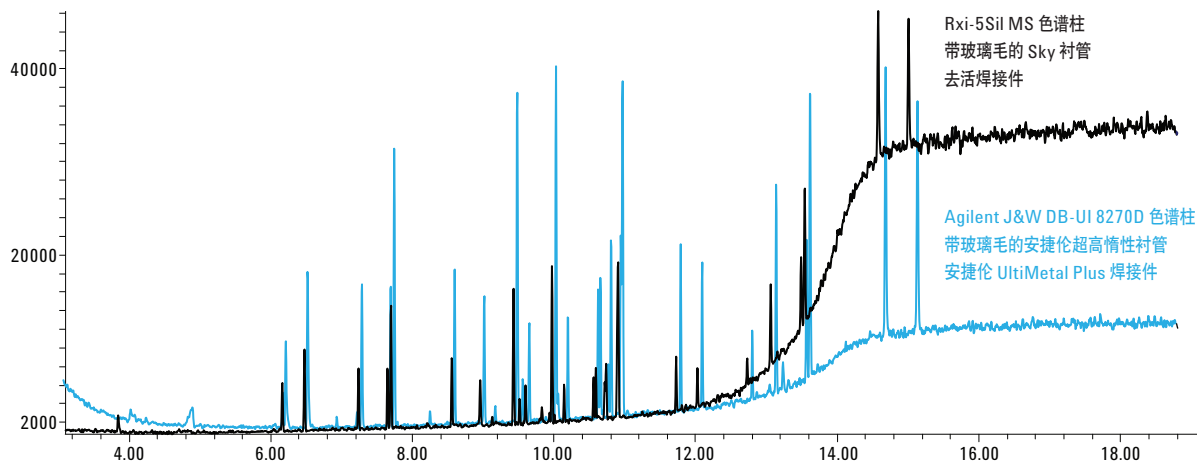


图 1. 利用 Agilent IFP (蓝色迹线) 与另一供应商流路 (黑色迹线) 得到的总离子流色谱图的叠加

图 2 为分析物响应的总离子流色谱图迹线的叠加，其中使用 Agilent IFP 组件得到的结果以蓝线表示，使用另一供应商组件得到的结果以黑线表示。从中可以看出，采用 Agilent IFP 能够使酸性酚类得到更强的信号强度和更尖锐的峰形。

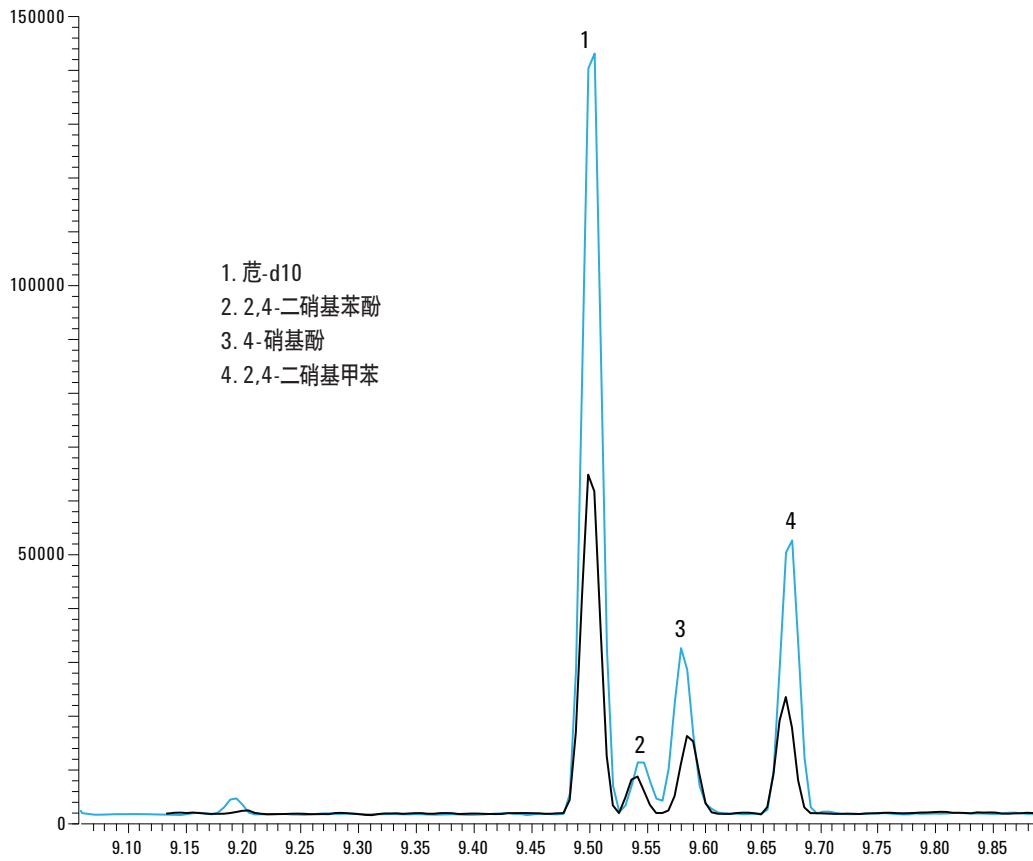


图 2. 利用 Agilent IFP (蓝色迹线) 使酸性酚类表现出更优异的结果，具有更高的信号强度和更尖锐的峰形

图 3 显示了总离子流色谱图的叠加，其中突出显示了更强的信号强度和更尖锐的峰形对色谱图分离度的影响。五氯酚与特丁硫磷只有在 Agilent IFP 进样口上才能得到分离（蓝色迹线）。采用配备 Agilent IFP 的进样口和 DB-8270D UI 色谱柱能够提高百菌清和菲-d10 的色谱峰分离度。还可以使三嗪类除草剂西玛津和莠去津获得更强的信号和更尖锐的峰形。

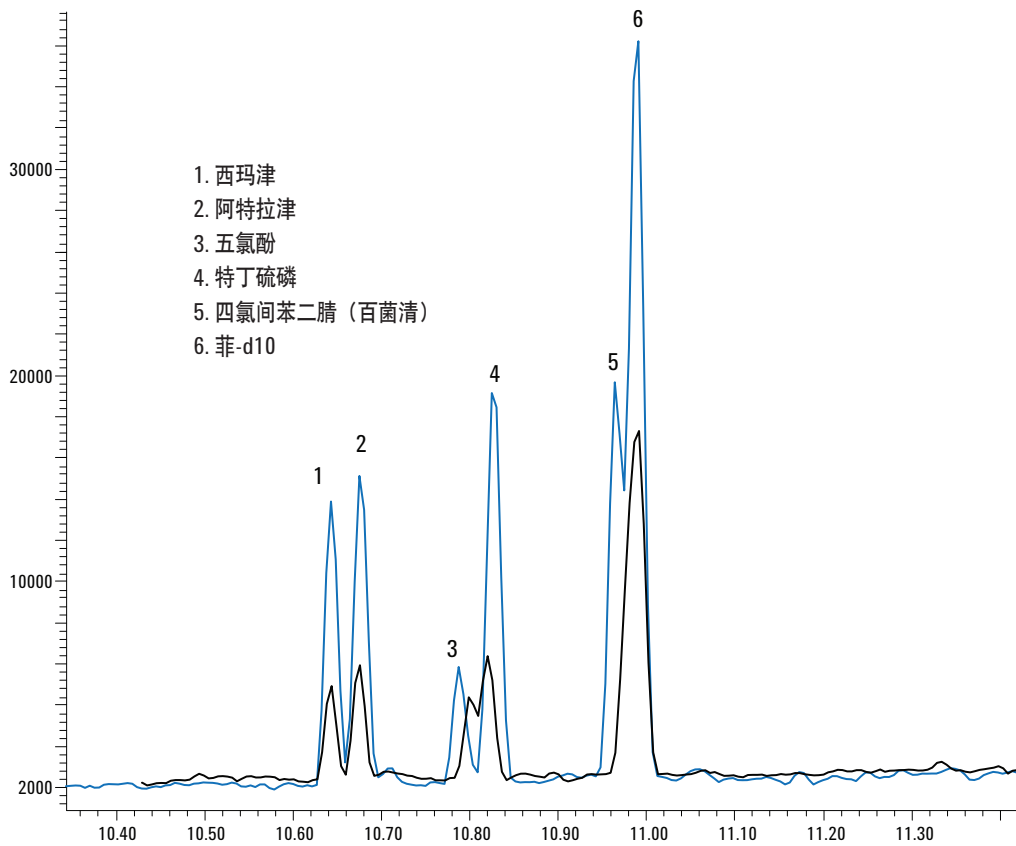


图 3. 利用 Agilent IFP (蓝色迹线) 使五氯酚得到了更强的信号并改善了复杂农药的分离度

必须尽量减少硅氧烷色谱柱高温下的流失才可充分发挥惰性流路的优势。图 4 显示了相对于另一供应商进样口而言，配备 Agilent IFP 的进样口能够使后洗脱化合物获得更强的分析物信号，且在高达 320 °C 时仍具有低流失性。

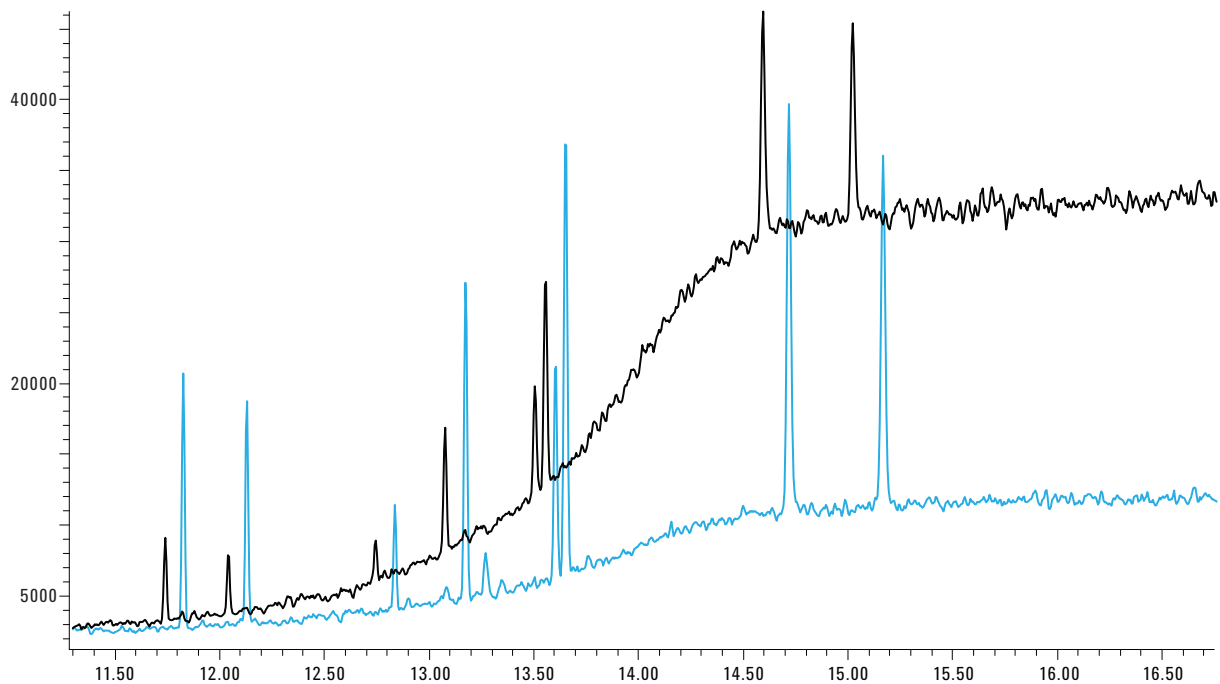


图 4. 利用 Agilent IFP（蓝色迹线）在高温下获得了更强的信号和更低的柱流失

## 结论

配备安捷伦惰性流路的 Agilent 7890/5975C 气质联用仪与配备另一供应商流路的系统相比，表现出更高的信号响应、更尖锐的峰形和更低的柱流失。更高的信号强度和更好的峰形对五氯酚和特丁硫磷的分离效果具有显著影响。这些化合物的色谱峰只有在配备 Agilent IFP 的进样口上才可得到分离，而在配备另一供应商产品的进样口上将发生共洗脱。

结果表明使用配备 Agilent IFP 组件的安捷伦气质联用仪能够使半挥发性化合物轻松实现更优异的检测和定量分析。彻底去活处理的超高惰性衬管、超高惰性分流平板、进样口焊接件、超高惰性色谱柱和惰性 MS 离子源组件均对活性分析物获得最佳的分析结果具有重要作用。

## 参考文献

1. K. Lynam., “使用通过惰性检测的 Agilent J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱分析半挥发性化合物”，应用简报，安捷伦科技公司，出版号 5989-8616CHCN (2008)
2. L. Zhao 等人，“采用气相色谱和活性化合物评估超高惰性衬管去活技术”，应用简报，安捷伦科技公司，出版号 5990-7380CHCN (2011)
3. Anon., 优化您的气相色谱流路的惰性。海报，安捷伦科技公司，[www.agilent.com/chem/uiorder](http://www.agilent.com/chem/uiorder)

## 更多信息

这些数据代表典型结果。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](http://www.agilent.com/chem/cn)

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

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。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2013  
2013年7月9日，中国印刷  
5991-2745CHCN



**Agilent Technologies**