



Agilent CrossLab 消耗品改善岛津 GC/MS 仪器性能

应用简报

环境与食品安全

作者

Ken Lynam
安捷伦科技有限公司

摘要

适用于岛津气相色谱的 Agilent CrossLab 手拧式色谱柱螺帽在经历了 150 次以上加热循环后所展示出的无泄漏性能已经在岛津 QP-2010 GC/MS 系统上完美地呈现。与典型原始设备制造商 (OEM) 消耗品的对比还可体现出用于岛津气相色谱产品的其他 CrossLab 消耗品的性能优势。从一系列 GC/MS 总离子流叠加色谱图可以看出, 相对 OEM 消耗品而言, 用于岛津的 CrossLab 消耗品在色谱分离性能方面更加出色。

前言

用于岛津气相色谱的创新型 Agilent CrossLab 手拧式色谱柱螺帽可确保无泄漏的 GC/MS 连接, 现已能够适用于岛津 GC 和 GC/MS 系统 [1]。这些手拧式柱螺帽采用新型的内置弹簧式设计, 可使推荐的聚酰亚胺/石墨密封垫圈在 38 - 325 °C 内重复热循环时维持其压力恒定 [2]。经过 150 次以上的加热循环后, 螺帽仍可在无需重新拧紧的条件下维持无泄漏密封。

除手拧式色谱柱螺帽外, 安捷伦还提供经专利设计、包装洁净的去活进样口衬管、O 形圈、进样口隔垫和色谱柱密封垫圈, 以及专为岛津 GC 和 GC/MS 单元设计的样品瓶、瓶盖和进样针 [3,4]。这些产品的生产过程与性能验证测试均可确保为岛津 GC/MS 设备用户提供优异的性能、易用性和持续可靠的结果。Agilent CrossLab 企业计划还提供用于其他供应商仪器全套实验室解决方案的备件和服务。



Agilent Technologies

本文突出展示了半挥发性物质和农残分析中的目标色谱峰与采用原始设备制造商或标准消耗品组件所得数据的示例色谱图对比结果。这些直观的对比可证明用于岛津 GC/MS 运行的 Agilent CrossLab 消耗品的色谱性能大大增强。

实验部分

安捷伦手拧式色谱柱螺帽（图 1）的无泄漏性能经过了 150 次以上 38 - 325 °C 的重复加热循环测试。系统经设置后可自动运行而无需人工操作，而常规情况下通常需要重新拧紧标准接头以阻止由聚酰亚胺/石墨密封垫圈收缩和松动而导致的泄漏。此项实验的色谱条件列于表 1。



图 1. 安捷伦手拧式色谱柱螺帽

表 1. 岛津 QP-2010 GC/MS 中加热循环测试的色谱条件

色谱柱:	Rxi-5Sil MS, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (OEM 部件号 220-94698-00)
柱温箱:	38 °C 保持 1.0 min, 然后以 20 °C/min 的速度升高至 325 °C, 并保持 4.8 min
载气:	氦气, 1.2 mL/min 恒流, 9.15 psi, 38 °C
进样:	1 μL, 分流, 250 °C, 分流比 10:1
进样口衬管:	带玻璃毛的分流衬管, 5 个/包 (OEM 部件号 220-90784-00)
金箔垫片:	金制, 5 个/包 (OEM 部件号 221-49065-91)
密封垫圈:	进样口和传输线, 10 个/包 (部件号 8001-0221)
进样口和传输线螺帽:	用于岛津气相色谱的 CrossLab 手拧式 MS 柱螺帽 (部件号 8001-0009)。请注意, 使用的进样口螺帽取决于仪器配置。也可提供用于进样口和 FID 检测器的外螺纹型螺帽。
检测器:	MSD, 10 - 450 amu 范围内全扫描, 离子源温度 250 °C, 传输线温度 300 °C

在第二个实验中, 岛津 QP-2010 GC/MS 中安装的其他 CrossLab 组件可用于证明它们在岛津产品平台上的性能。采用 OEM 消耗品备件的气相色谱条件列于表 2; 采用 CrossLab 消耗品的气相色谱条件列于表 3 (蓝色字体)。表 4 中列出了用于标准前处理与处理的一些其他 CrossLab 部件 (蓝色字体) 和耗材。除非另有说明, 所有部件号均来自安捷伦。

表 2. 岛津 QP-2010 GC/MS 中 OEM 组件评估的气相色谱条件

色谱柱:	Rxi-5Sil MS, 20 m × 0.18 mm, 0.36 μm (OEM 部件号 43604)
柱温箱:	38 °C 保持 1.0 min, 然后以 20 °C/min 的速度升高至 325 °C, 并保持 2.0 min
气体净化器:	安捷伦气体净化 GC/MS 过滤器, 1/8 英寸套件 (部件号 CP17974)
载气:	氦气, 38 °C 下流速 38 cm/s (0.75 mL/min), 恒定线速度
进样:	1.0 μL, 分流, 250 °C, 分流比 5:1
进样口衬管:	带玻璃毛的分流衬管, 5 个/包 (OEM 部件号 220-90784-00)
金箔垫片:	金制, 5 个/包 (OEM 部件号 221-49065-91)
进样针:	可更换针头, 10 μL, 23/42 锥形针尖, 用于岛津气相色谱 (部件号 8001-0004)
密封垫圈:	内径 0.4 mm, 石墨/Vespel (OEM 部件号 220-90418-14)
进样口和传输线螺帽:	不锈钢螺帽 (OEM 部件号 670-11009-00)
检测器:	MSD, 10 - 450 amu 范围内全扫描, 离子源温度 250 °C, 传输线温度 300 °C

表 3. 岛津 QP-2010 GC/MS 的气相色谱条件 (用于岛津气相色谱产品的 Agilent CrossLab 组件以蓝色字体表示)

色谱柱:	Agilent J&W DB-UI 8270D, 20 m × 0.18 mm, 0.36 μm (部件号 121-9723UI)
柱温箱:	38 °C 保持 1.0 min, 然后以 20 °C/min 的速度升高至 325 °C, 并保持 2.0 min
气体净化器:	安捷伦气体净化 GC/MS 过滤器, 1/8 英寸套件 (部件号 CP17974)
载气:	氦气, 38 °C 下流速 38 cm/s (0.75 mL/min), 恒定线速度
进样:	1.0 μL, 分流, 250 °C, 分流比 10:1
进样口衬管:	直型超高惰性衬管, 带中间收口和玻璃毛, 内径 3.5 mm, 5 个/包 (部件号 8001-0157)
金箔垫片:	金制, 5 个/包 (OEM 部件号 221-49065-91)
进样针:	可更换针头, 10 μL, 23/42 锥形针尖, 用于岛津气相色谱 (部件号 8001-0004)
密封垫圈:	进样口和传输线, 0.4 mm 石墨/聚酰亚胺混合材料, 用于 0.25 mm 色谱柱, 10 个/包 (部件号 8001-0221)
进样口和传输线螺帽:	用于岛津气相色谱的 CrossLab 手拧式 MS 柱螺帽 (部件号 8001-0009)
检测器:	MSD, 10 - 450 amu 范围内全扫描, 离子源温度 260 °C, 传输线温度 300 °C

表 4. 其他备件（用于岛津气相色谱产品的 Agilent CrossLab 组件，以蓝色字体表示）

样品瓶:	螺口, 2 mL, 棕色, 带书写签, 100 个/包 (部件号 8010-0016)
样品瓶盖:	螺口盖, 9 mm, 蓝色 PTFE/硅橡胶/PTFE (部件号 8010-0087)
样品瓶内插管:	玻璃/聚合物支脚, 250 μ L (部件号 5181-8872)
隔垫:	岛津不粘连高级绿色隔垫, 50 个/包 (部件号 8010-0215)
密封垫圈:	进样口和传输线, 0.4 mm 石墨/聚酰亚胺混合材料, 用于 0.25 mm 色谱柱, 10 个/包 (部件号 8001-0221)
放大器:	20 倍放大器 (部件号 430-1020)
标准品:	GC/MS 半挥发性化合物分析仪校验混标 (部件号 5190-0472), 农药分析仪校验混标 (部件号 5190-0468)
进样针:	PTFE 头推杆手动进样针, 带用于稀释的可更换针头; 1 mL (部件号 5190-1529), 100 μ L (部件号 5190-1510), 50 μ L (部件号 5190-1504)

样品前处理

将若干份 GC/MS 半挥发性化合物分析仪校验混标和农药分析仪校验混标转移至带内插管的棕色玻璃瓶中供岛津 GC/MS 使用。半挥发性物质混标和半挥发性内标购自 Ultra Scientific, 将其配制为 10 μ g/mL 的标示浓度。所有稀释操作均采用 A 级玻璃器皿、容积式注射器和通过 VWR 购买的超低残留分析级溶剂。

结果与讨论

最初的实验采用配备除 CrossLab 手拧式色谱柱螺帽外的典型 OEM 消耗品组件的岛津 QP-2010 GC/MS 仪器进行。色谱柱为 Rxi-5Sil MS, 30 m \times 0.25 mm, 0.25 μ m。最初, 此色谱柱表现出较高的流失, 但在 150 次高至 325 $^{\circ}$ C 的连续加热循环过程中, 流失逐渐减慢到典型水平。在超过 150 次的加热循环过程中无需人工操作也能保持接头紧密贴合。在经过多次加热循环且不重新拧紧接头的情况下, 通常会发生空气渗漏导致的柱流失增高。聚酰亚胺石墨密封垫圈随温度循环不断膨胀和收缩。密封垫圈材料完全收缩后, 通常会在低温下发生泄漏。当空气渗入系统并使色谱柱在高温下暴露于氧气中时, 色谱柱流失将显著增高。图 2 是安装于进样口和接口传输线的 CrossLab 手拧式色谱柱螺帽在经历 150 次加热循环后所得的一系列总离子流叠加色谱图 (TIC)。事实上, 此处的色谱柱流失随加热循环的持续进行而降低, 这是色谱柱螺帽发挥应有作用且维持无泄漏密封的有力证据。

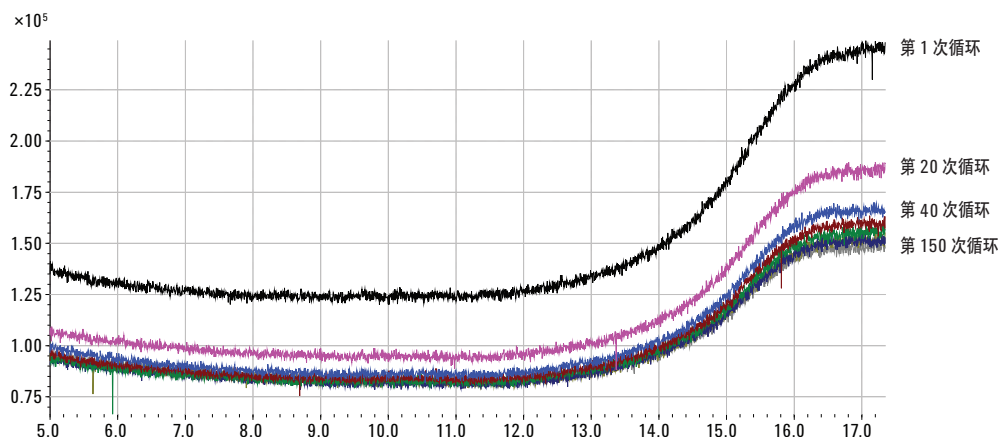


图 2. 采用用于岛津气相色谱的 Agilent CrossLab 手拧式色谱柱螺帽得到的 38 - 325 $^{\circ}$ C 连续加热循环下的总离子流色谱图

图 3 显示 OEM 色谱柱螺帽和聚酰亚胺/石墨密封垫圈经过 25 次加热循环后产生的严重空气渗漏影响。系统出现的 ODA0 错误表示短时间内灯丝电压关闭后随即重新开启。数据采集的最初 3 分钟是聚酰亚胺垫圈冷却并从之前的高温暴露收缩至其最小尺寸的时间。此外，请注意质谱图中 m/z 为 28 的峰（即氮气峰）为基峰，同时 m/z 32 峰（氧气峰）的比例正确，约占氮气峰的 20%。由于色谱柱在高温下暴露于氧气中将导致过度柱流失与不可逆性损伤，因此应避免系统中进入氧气。

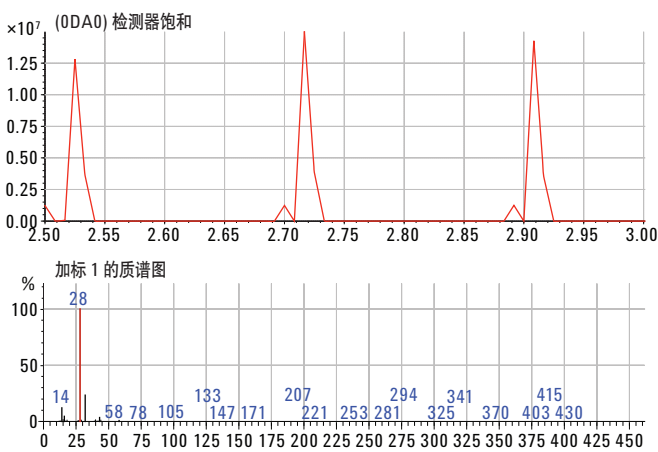


图 3. 配备 OEM 接头和密封垫圈的岛津 QP-2010 GC/MS 经历 25 次加热循环后发生的检测器饱和，显示 OEM 色谱柱螺帽和聚酰亚胺/石墨密封垫圈经过 25 次加热循环后产生的严重空气渗漏影响

图 4 显示配备标准 OEM 流路组件（红色）和用于岛津气相色谱部件的 CrossLab 组件（蓝色）的 QP-2010 生成的 TIC 叠加图。采用 CrossLab 组件后半挥发性物质混标中多数分析物的信号响应均表现出显著的增大。更多的信号响应意味着更轻松、更可靠的积分以及更少的假阴性结果。

与 Rxi-5Sil MS 色谱柱相比，采用 Agilent J&W DB-UI 8270D 色谱柱时表现出的流失特性具有显著改善。DB-UI 8270D 色谱柱和 CrossLab 手拧式色谱柱螺帽表现出的流失性能的改善大大得益于色谱柱生产工艺的最新改进以及有效避免重复加热循环时因聚酰亚胺混合材料垫圈收缩造成的泄露导致的色谱柱损坏。安捷伦超高惰性玻璃毛衬管和 CrossLab 备件的非接触洁净包装实现的优异惰性对于保持流路洁净且免受污染至关重要。

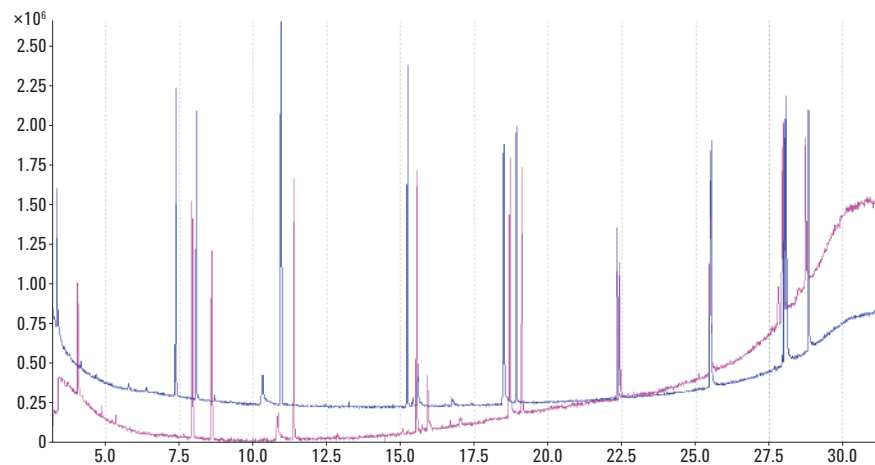


图 4. 半挥发性物质混标与内标的总离子流叠加色谱图

图 5 显示配备标准 OEM 流路组件（红色）和用于岛津气相色谱的 Agilent CrossLab 部件（蓝色）的 QP-2010 生成的 TIC 叠加图。DB-UI 8270D 色谱柱的稳定性与标准产品相比具有极大的改善，可实现此类基质对晚洗脱农药更出色的积分与定量。

不难看出，CrossLab 组件的使用对于农药分析仪混标中的化合物信号强度具有显著的改善效果。图 6 中显示敌敌畏、醚菊酯和溴氰菊酯三种农药的放大图。流路中使用 OEM 部件（红色）产生的较差峰形、较低信号响应以及倾斜的基线凸显了常规积分和定量领域的挑战。

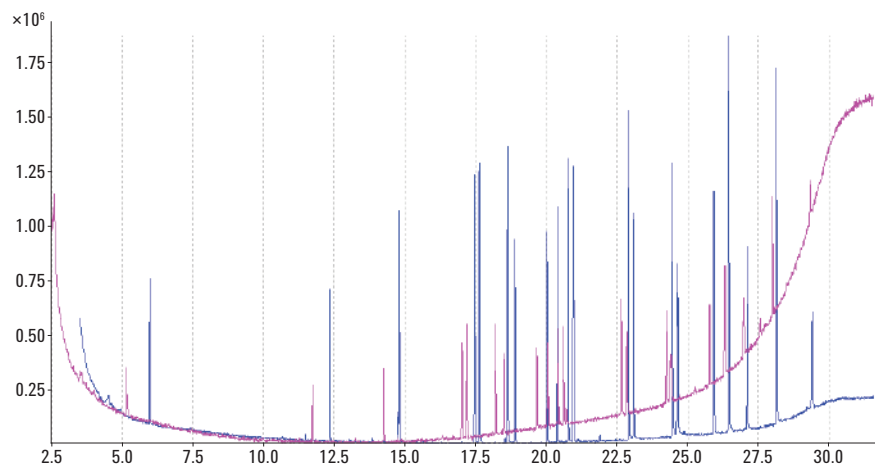


图 5. 采用 OEM 组件（红色）与 Agilent CrossLab 流路组件（蓝色）得到的安捷伦农药分析校检混标总离子流叠加色谱图的对比

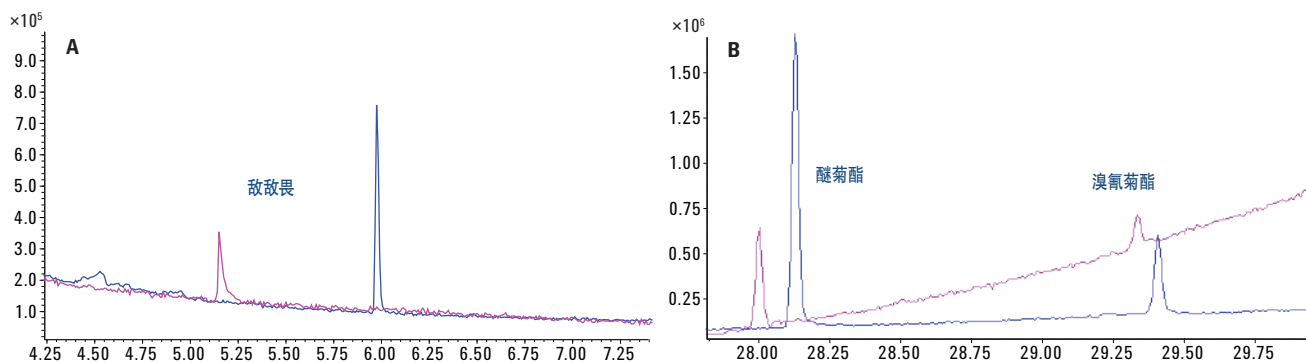


图 6. 采用 OEM 组件（红色）与 Agilent CrossLab 流路组件（蓝色）得到的安捷伦农药分析校检混标总离子流叠加放大色谱图的对比

结论

用于岛津的 Agilent CrossLab 手拧式色谱柱螺帽可在 150 次以上的进样中维持岛津 QP-2010 GC/MS 产品平台的无泄漏密封，且无需进行重新拧紧接头的人工操作。

用于岛津 GC 和 GC/MS 产品的 Agilent CrossLab 产品性能出色，与 OEM 组件相比具有更高惰性和更低流失。CrossLab 组件在半挥发性化合物分析和农药分析中均表现出较高性能。采用 CrossLab 流路备件尤其可显著改善农药分析中的信号响应、峰形和基线稳定性。

参考文献

1. Lynam, K, *验证新型手拧式气相色谱柱螺帽的长期无泄漏性能*; 安捷伦科技有限公司, 应用简报, 出版号 5991-3612CHCN, **2013**
2. Anon, *气相色谱和气质联用系统漏气检查的最佳实践方案*; 安捷伦科技有限公司, 技术概述, 出版号 5991-3899CHCN, **2014**
3. Anon, *Agilent CrossLab Supplies for Shimadzu GC Systems (适用于岛津气相色谱系统的 Agilent CrossLab 备件)*; 安捷伦科技有限公司, 快速参考指南, 出版号 5990-9427EN, **2012**
4. www.agilent.com/chem/crosslab

致谢

作者十分感谢宾夕法尼亚州立大学的 Frank Dorman 博士和 Maura McGonigal 协助提供的岛津 QP-2010 GC/MS 仪器。

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

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，2015
2015 年 2 月 3 日，中国出版
5591-5522CHCN



Agilent Technologies