

# 提高喷气燃料中痕量脂肪酸甲酯的分析灵敏度与重现性

应用 Energy Institute 方法 IP 585 与 Agilent J&W DB-HeavyWAX 气相色谱柱

## 作者

Vanessa Abercrombie

## 摘要

本应用简报展示了将 Agilent J&W DB-HeavyWAX 气相色谱柱与 Energy Institute 方法 IP 585 结合，提高喷气燃料中脂肪酸甲酯 (FAME) 的分析灵敏度。提高了温度上限的 DB-HeavyWAX 厚膜色谱柱 (270 或 280 °C) 具有超低柱流失，是 GC/MS 应用的理想选择。提高了热稳定性的 DB-HeavyWAX 色谱柱特别适用于选择性离子监测模式。这是因为，即使最终使用温度在超过其他传统 WAX 型色谱柱 250 °C 温度上限的情况下，该色谱柱也能够长时间提供更具重现性的保留时间。

## 前言

如果喷气燃料样品在运输过程中受到污染，能够通过方法 IP 585 分析对生物柴油中脂肪酸甲酯 (FAME) 进行分析测定。这种分析最好采用 WAX 型色谱柱<sup>1</sup>。基于 100% 聚乙二醇 (PEG) 固定相的气相色谱柱可用于多种应用，如工业化学品分析。传统 WAX 气相厚膜色谱柱的最高操作温度为 250 °C，远低于聚硅氧烷固定相。

如果传统 WAX 气相色谱柱超过规定的最高允许操作温度 (MAOT)，就会表现出较差的热稳定性和较高流失<sup>2</sup>。在方法 IP 585 要求的 252 °C 下，传统 WAX 色谱柱可能会损失热稳定性。Agilent J&W DB-HeavyWAX 厚膜色谱柱能够提高温度上限，恒温时为 270 °C，程序升温时为 280 °C。这使得 DB-HeavyWAX 柱非常适用于使用方法 IP 585 来分析喷气燃料中的 FAME。

DB-HeavyWAX 色谱柱的温度上限经过扩展，能够维持 252 °C 的最终温度并且不会损坏固定相。也可以将最终温度提高至 270 °C 并保持较长时间，以及程序升温至 280 °C 以降低高分子量化合物的交叉污染、增加重现性。提高了热稳定性的 DB-HeavyWAX 柱具有更稳定的保留时间，且很长时间内无需更新色谱柱固定相损失导致的 SIM 窗口变化。

DB-HeavyWAX 不会受到传统 WAX 色谱柱在高温或 250 °C 下经常出现的低色谱柱流失的影响。这会使基线降低，能够对低浓度 FAME 实现更准确的定量。

## 实验部分

### 材料与amp;方法

本 GC/MSD 实验采用配备分流/不分流进样口的 Agilent 7890 GC/FID、Agilent 7010 MSD 以及配备 Agilent MassHunter 控制软件的 Agilent 7693 自动进样器。

### 仪器条件

气相色谱条件	
色谱柱	Agilent J&W DB-HeavyWAX, 60 m × 0.25 mm, 0.5 μm (部件号 122-7132) 传统市售 WAX 色谱柱, 60 m × 0.25 mm, 0.5 μm
载气	氮气, 恒流, 12 mL/min
柱温箱升温程序	150 °C (5.0 min), 以 12 °C/min 升至 200 °C (17.0 min), 以 3 °C/min 升至 252 °C (10 min)
进样口	分流模式, 260 °C, 分流比 50:1
进样口衬管	带玻璃毛的安捷伦超高惰性低压降分流衬管 (部件号 5190-2295)
GC/FID	Agilent 7890B 气相色谱仪, 配置双 FID
进样器	Agilent 7693 自动进样器
流路备件	
隔垫	流失与温度优化 (BTO) 的 11 mm 隔垫 (部件号 5183-4757, 50/包)
分流平板	安捷伦超高惰性分流平板 (部件号 5190-6145, 10/包)
样品瓶	2 mL, 螺口, 棕色, 带书写签, 经认证 (部件号 5182-0716, 100/包)
样品瓶内插管	250 μL 玻璃内插管, 经去活 (部件号 5181-8872, 100/包)
样品瓶盖	9 mm 蓝色螺口盖, PTFE/RS (部件号 5185-5820, 500/包)
进样口/FID/MSD	85:15 Vespel:石墨密封圈 (部件号 5062-3508, 10/包)
FID 条件	
温度	280 °C
氢气	30 mL/min
空气	400 mL/min
色谱柱气流速 + 尾吹气流速	25 mL/min
MSD 条件	
模式	SIM/Scan
扫描范围	33–320 amu
溶剂延迟	20.0 分钟
离子源温度	230 °C
四极杆温度	150 °C

## 样品前处理

校准标样购自 AccuStandard，工作标样根据方法 IP 585 配制，标称浓度为 2、10、25、50、75 mg/g，溶剂为己烷 (Sigma)。

## 结果与讨论

将 FAME 混标进样到 DB-HeavyWAX，并根据方法 IP 585 运行，柱温箱最终温度为 252 °C。使用火焰离子化检测器 (FID) 初步分析混合物，以测量色谱柱流失。图 1 显示与传统厚膜 WAX 色谱柱相比，DB-HeavyWAX 柱流失降低。与传统 WAX 型色谱柱相比，DB-HeavyWAX 柱在高温下柱流失降低，表明 DB-HeavyWAX 柱的热稳定性更高。

表 1.SIM 窗口

SIM 组	目标化合物	异名	符号	SIM 离子	驻留时间
1	十六烷酸甲酯	棕榈酸甲酯	C16:0	227*	75
				239	75
				270	75
				271	75
2	十七烷酸甲酯-d33	珠光脂酸甲酯-d33	C17:0-d33 (内标)	317	300
3	十七烷酸甲酯	珠光脂酸甲酯	C17:0	241*	100
				253	100
				284	100
4	十八酸甲酯	硬脂酸甲酯	C18:0	255*	100
				267	100
				298	100
5	十八烷酸甲酯	油酸甲酯	C18:1	264*	100
				265	100
				296	100
6	十八烷二烯酸甲酯	亚油酸酯	C18:2	262	60
				263*	60
				264	60
				294	60
				295	60
7	十八烷三烯酸甲酯	亚麻酸酯	C18:3	236*	75
				263	75
				292	75
				293	75

\* 指定量离子

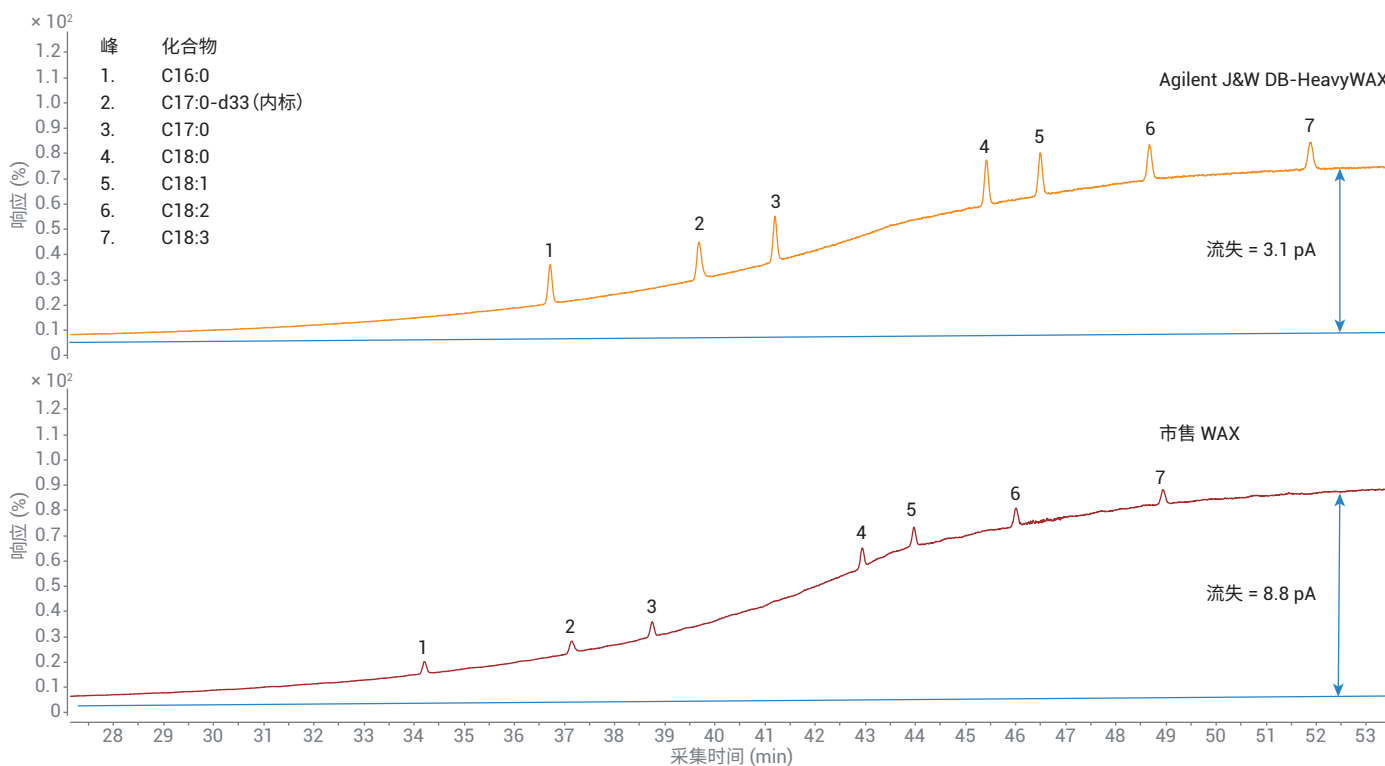


图 1. FID 采集的 10 mg/g FAME 标样在 Agilent J&W DB-HeavyWAX 色谱柱和市售 WAX 色谱柱上的结果

图 2 显示当色谱柱用于质谱时，由 FID 测得 DB-HeavyWAX 的低柱流失能够获得更高的信噪比 (S/N)。长时间在 250 °C 的高温下运行时，与传统 WAX 色谱柱相

比，DB-HeavyWAX 的高 S/N 提供了更高的灵敏度以及对生物柴油中 FAME 更准确的定量。

图 3 显示 SIM 或 Scan 模式下采用低柱流失的 DB-HeavyWAX 柱分析 FAME 具有怎样的优势。扫描模式下，即使浓度低至 2 mg/g 也能够检测到 DB-HeavyWAX 色谱柱上的目标分析物。

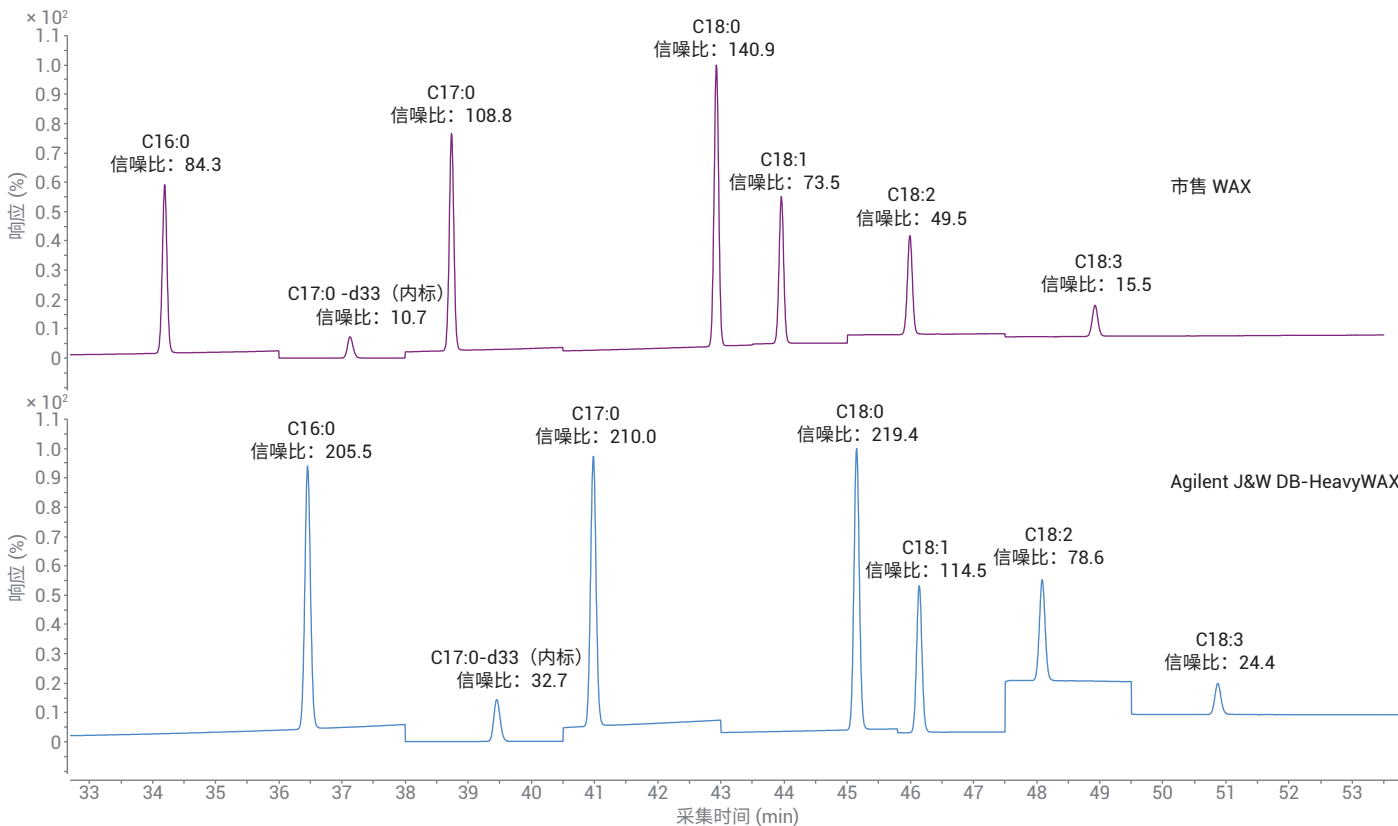


图 2. SIM 模式下采集的 25 mg/g FAME 标样在 Agilent J&W DB-HeavyWAX 色谱柱和市售 WAX 色谱柱上的结果

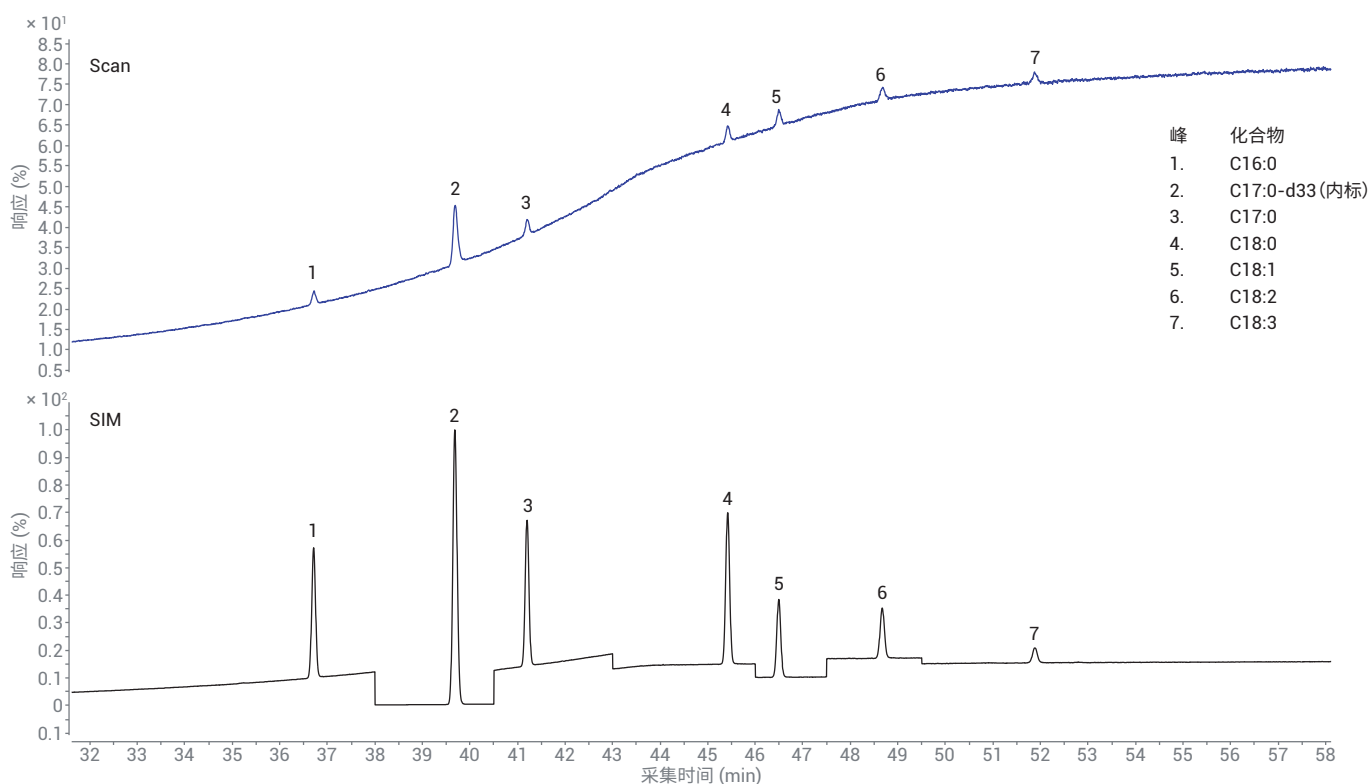


图 3. Scan 和 SIM 模式下采集的 2 mg/g FAME 标样在 Agilent J&W DB-HeavyWAX 色谱柱上的结果

### 重现性与使用寿命

表 2 显示将 2 mg/g FAME 标样重复进样 9 次，在 SIM 模式下采集 200 多次 260 °C 下运行 50 个小时的总进样结果。所有化合物的 %RSD 均低于 0.15%，表明 DB-HeavyWAX 柱具有长时间的稳定性与耐用性。

表 2. 2 mg/g FAME 标样在 Agilent J&W DB-HeavyWAX 色谱柱上重复进样 9 次，在 SIM 模式下采集的 260 °C 下运行 50 小时的结果

化合物	260 °C 下运行时间 (h)									平均值	%RSD
	1	5	7	13	22	39	42	46	49		
C16:0	36.58	36.47	36.45	36.44	36.43	36.43	36.43	36.43	36.42	36.45	0.13%
C17:0 d33 (内标)	39.57	39.47	39.45	39.44	39.44	39.44	39.44	39.44	39.44	39.46	0.11%
C17:0	41.09	40.99	40.98	40.96	40.97	40.97	40.97	40.97	40.96	40.98	0.10%
C18:0	45.26	45.16	45.15	45.13	45.14	45.15	45.15	45.15	45.14	45.16	0.08%
C18:1	46.25	46.15	46.14	46.12	46.13	46.13	46.13	46.13	46.13	46.15	0.09%
C18:2	48.20	48.10	48.09	48.07	48.08	48.07	48.08	48.08	48.07	48.09	0.09%
C18:3	51.01	50.89	50.87	50.85	50.84	50.86	50.86	50.87	50.86	50.88	0.10%

## 结论

Agilent J&W DB-HeavyWAX 厚膜色谱柱的温度上限提高至 270/280 °C，柱流失较低。温度上限的提高使得灵敏度与热稳定性也得到改善。具有高热稳定性与耐用性的 DB-HeavyWAX 柱非常适用于保留时间重现性对分析效率非常重要的 SIM 方法（例如 IP 585）。DB-HeavyWAX 柱的超低柱流失可使目标分析物获得更高的 S/N，使得 SIM 或扫描模式采集数据的灵敏度与灵活性有所提高。

## 参考文献

1. McCurry, J. GC/MS Analysis of Trace Fatty Acid Methyl Esters (FAME) in Jet Fuel Using Energy Institute Method IP585 (使用 Energy Institute 方法 IP585 对喷气燃料中的痕量脂肪酸甲酯 (FAME) 进行 GC/MS 分析)，安捷伦科技公司，出版号 5990-9432EN，**2011**
2. Abercrombie, V.; Provoost, L. 提高 Agilent J&W DB-HeavyWAX 色谱柱的热稳定性和最高温度，安捷伦科技公司，出版号 5991-9035ZHCN，**2018**

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://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](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

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

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

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，2018  
2018 年 3 月 6 日，中国出版  
5991-9116ZHCN