

高纯度对二甲苯中间二甲苯的常规痕量分析

利用 Agilent 8890B 气相色谱系统

作者

Scott Hoy
安捷伦科技有限公司

摘要

本应用简报介绍了使用 Agilent 8890B 气相色谱系统对高纯度对二甲苯中的痕量间二甲苯进行分析。实验中使用了两种不同的色谱柱：一种用于实现高分离度分离（分析时间 19.3 分钟），优先考虑系统的稳定性和稳健性；另一种用于快速分析（分析时间 13.8 分钟），通过使用内径更窄的色谱柱，以牺牲部分稳健性为代价，将运行时间缩短了 40%。间二甲苯在 10–50 ppm 浓度范围内线性关系良好，高分离度方法与快速分析方法的 R^2 分别为 0.99950 和 0.99975。使用 50 ppm 间二甲苯样品连续进样 200 次，评估方法精密度：高分离度方法和快速分析方法的峰面积相对标准偏差 (RSDs) 分别为 1.68%、2.88%；平均信噪比 (S/N) 分别为 98.5、27.7。此外，本文还展示了 8890B 气相色谱仪内置的早期维护反馈 (EMF) 计数器及峰评估功能的配置与使用。

前言

Agilent 8890B 气相色谱系统在 Agilent 8890A 气相色谱卓越性能的基础上，新增多项旨在提升用户体验的功能，无论对新手还是资深操作人员均适用。本应用简报探讨了这些功能在—项具有挑战性的气相色谱纯度测定方法中的应用案例 — 即定量对二甲苯 (PX) 中的痕量间二甲苯 (MX)。该分离需要仔细平衡多项关键色谱参数：速度、分离度与灵敏度。利用 Agilent GC Assist 功能，包括集成于 8890B GC 中的早期维护反馈 (EMF) 计数器和自动峰评估功能，有助于大幅提高方法稳健性并增加仪器正常运行时间。

尽管从概念上讲，分离和检测对二甲苯中少量间二甲苯十分简单，但实际上这非常具有挑战性，需要精确的仪器控制以及高品质的 GC 部件和消耗品。由于这两种化合物是位置异构体，沸点几乎相同，传统上一直使用强极性的长色谱柱（例如聚乙二醇“WAX”固定相）来实现分离。ASTM D7504 推荐使用尺寸为 60 m × 0.320 mm、固定相膜厚 0.25 μm 的 WAX 色谱柱。也可以使用 0.50 μm 的固定相膜厚以获得更高的分离度^[1]。使用含有约 1000 ppm 间二甲苯的对二甲苯标准品对该分离方法进行验证。若要测定更低浓度水平的间二甲苯，则需要提高 MX 与 PX 之间的分离度，这可以通过增加色谱柱固定相膜厚来实现，但代价是峰展宽加剧。峰展宽会对 MX 的检出限 (LOD) 和定量限 (LOQ) 产生负面影响，因此必须通过减小色谱柱内径来抵消，以使峰形重新变尖锐。本应用简报展示了使用内径 0.200 mm 和 0.100 mm 的 WAX 色谱柱，获得优化的分离效果，并介绍了两种分离方法相应的优势和局限性。

实验部分

8890B GC 配置了一台 Agilent 7650A 自动液体进样器 (ALS)、一个分流/不分流 (SSL) 进样口以及火焰离子化检测器 (FID)。实验选用了两根色谱柱，以考察两种不同的分离速度：一根是 Agilent J&W DB-WAX FF 色谱柱（20 m × 100 μm, 0.2 μm，部件号 127-7023FF），用于实现更快的分离速度，但样品容量较小；另一根是 Agilent J&W HP-INNOWax 色谱柱（50 m × 200 μm, 0.4 μm，部件号 19091N-205I），用于实现更高分离度，且具有更大的样品容量。两种方法均采用氢气作为载气，

并使用 Agilent Gas Clean 气体净化过滤器去除载气和 FID 氢气中的水分、烃类和氧气。FID 所用空气也经过水分和烃类过滤。GC 配置和方法详细参数分别见表 1 和表 2。

高纯度对二甲苯由试剂级对二甲苯（部件号 134449，Sigma-Aldrich）按照 ASTM D7504 中概述的重结晶程序制备而成。低浓度间二甲苯标样则使用纯化后的对二甲苯和 99% 间二甲苯（部件号 296325，Sigma-Aldrich）通过重量法配制。数据采集与分析使用 Agilent OpenLab CDS v2.8 软件完成。

进样口消耗品的选型综合考虑了惰性、使用寿命及成本。安捷伦高级绿色隔垫（部件号 5183-4759）在本实验条件下、进样口温度低于 300 °C 时，流失极低且使用寿命长。5 μL 安捷伦蓝色系列自动进样器进样针（部件号 G4513-80206）采用锥形针头，可减少隔垫碎屑，进一步延长隔垫使用寿命。安捷伦惰性分流进样口衬管（部件号 5183-4647）内含有玻璃毛，可截留隔垫碎屑并擦拭进样针针头，从而提高进样体积的精度。

表 1. Agilent 8890B GC 配置

配置		
	高分离度方法	快速分析方法
进样器	7650A 自动液体进样器 (ALS)	7650A 自动液体进样器 (ALS)
进样口	高压分流/不分流	高压分流/不分流
色谱柱	HP-INNOWax 50 m × 0.200 mm, 0.4 μm (部件号 19091N-205I)	DB-WAX FF 20 m × 0.100 mm, 0.2 μm (部件号 127-7023FF)
检测器	FID	FID
载气	氢气	氢气
消耗品		
进样口隔垫	不粘连高级绿色隔垫（部件号 5183-4759）	
进样口衬管	惰性低压降分流衬管，带玻璃毛（部件号 5183-4647）	
ALS 进样针	蓝色系列，5 μL，固定针头，23–26s/42/锥形针尖（部件号 G4513-80206）	
载气过滤器	用于载气的 Agilent Gas Clean 气体净化器套件，1/8 英寸（部件号 CP17976）	
FID 氢气过滤器	用于载气的 Agilent Gas Clean 气体净化器套件，1/8 英寸（部件号 CP17976）	
FID 空气过滤器	Agilent Gas Clean 水分净化器（部件号 CP17971）和 Agilent Gas Clean 烃类净化器（部件号 CP17972）	

表 2. 方法条件

	高分离度方法	快速分析方法
运行时间	19.3 分钟	13.83 分钟
ALS 和进样口		
载气	氢气, 1.5 mL/min, 恒流模式	氢气, 0.5 mL/min, 恒流模式
隔垫吹扫	6 mL/min	6 mL/min
进样量	0.3 µL	0.3 µL
模式	分流, 250:1	分流, 750:1
温度	250 °C	240 °C
柱温箱升温程序		
初始温度	40 °C	40 °C
初始保持时间	0 分钟	0 分钟
温阶 1 升温速率	3 °C/min	3 °C/min
温阶 1 设定值	85 °C	65 °C
温阶 1 保持时间	–	–
温阶 2 升温速率	50 °C/min	50 °C/min
温阶 2 设定值	250 °C	240 °C
温阶 2 保持时间	1 分钟	2 分钟
检测器		
数据采集速率	10 Hz	10 Hz
温度	260 °C	240 °C
空气	300 mL/min	300 mL/min
氢气	30 mL/min	30 mL/min
尾吹气 (N ₂)	25 mL/min	25 mL/min

结果与讨论

为确保该方法长期稳定运行，需要保护色谱柱固定相，这要求限制系统中的氧气含量。虽然载气污染通常是氧气的主要来源，但进样口隔垫也可能因连续进样产生针孔而导致氧气渗入，因此需要定期更换隔垫。安捷伦的消耗品与备件产品组合提供了多种专门应对这些挑战的解决方案。Gas Clean 净化系统配备的载气过滤器可去除氧气、水分和烃类，并带有变色视觉指示剂以指示过滤器寿命，该指示器还可通过可选的光学传感器由 8890B GC 进行远程监控。高级绿色隔垫经过精心设计，具有低流失和长使用寿命；搭配带有锥形针头的蓝色系列自动进样器进样针，可减少隔垫掉屑，进一步提升隔垫耐用性。定期维护这些部件可大幅延长仪器的正常运行时间。8890B GC 具有多项功能，可提醒用户何时需要进行维护，并在维护时提供协助，并追踪维护完成情况。

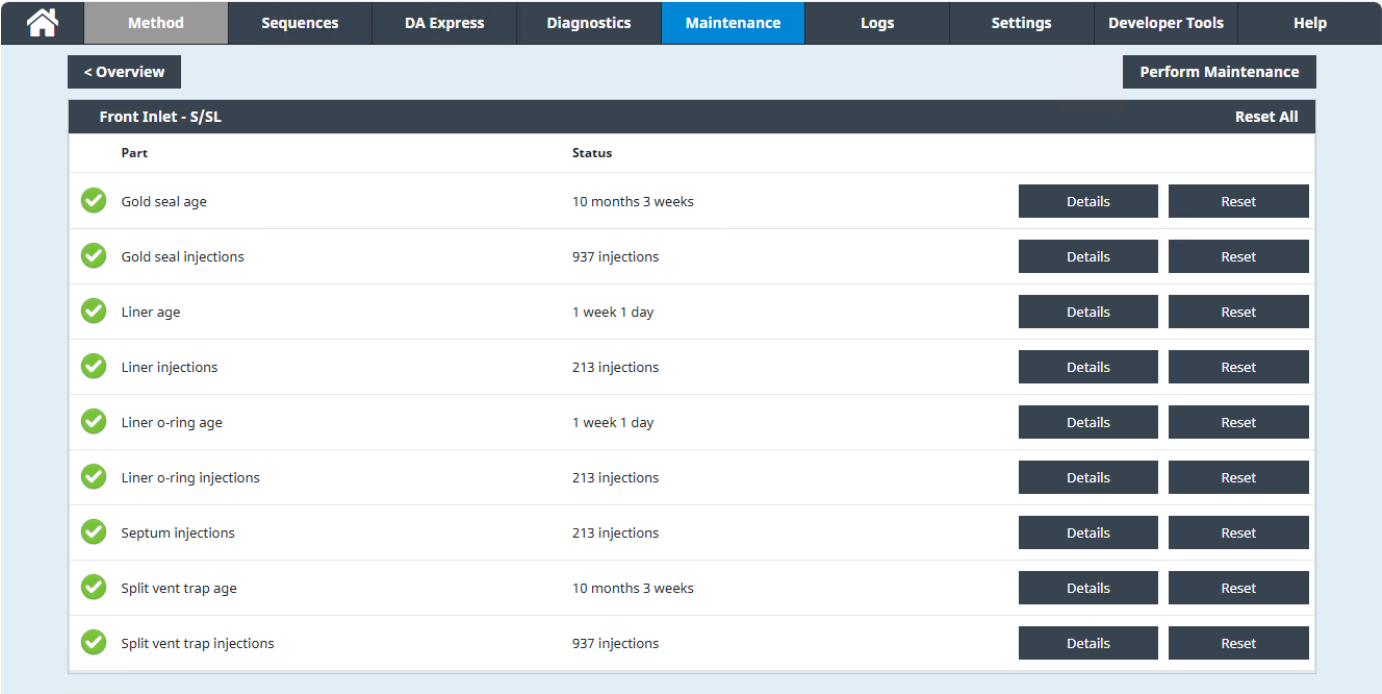


图 1. 早期维护反馈 (EMF) 计数器追踪前进样口的累计运行时间和进样次数

8890B GC 可基于进样次数与运行时间计数器，智能追踪各类消耗品的使用时长。这些 EMF 计数器设有两个可选的警告阈值 — “维护预警”和“维护到期” — 可由用户自行配置，其工作方式类似于汽车仪表盘上的机油指示灯，提示用户即将进行维护。EMF 计数器可直接通过气相色谱仪触摸屏访问，也可经由 GC Assist 界面查看。图 1 为前进样口 EMF 计数器总览；图 2 展示了隔垫维护的详细历史记录，包含当前隔垫的累计进样次数。通过触摸屏或 GC Assist 界面上的引导式维护流程对 8890B GC 执行维护时，流程结束后 EMF 计数器会自动重置，也支持手动重置。本应用将探讨针对隔垫、衬管、进样针、色谱柱、进样口分流平板以及载气过滤器的 EMF 计数器及相应警告阈值的设置。

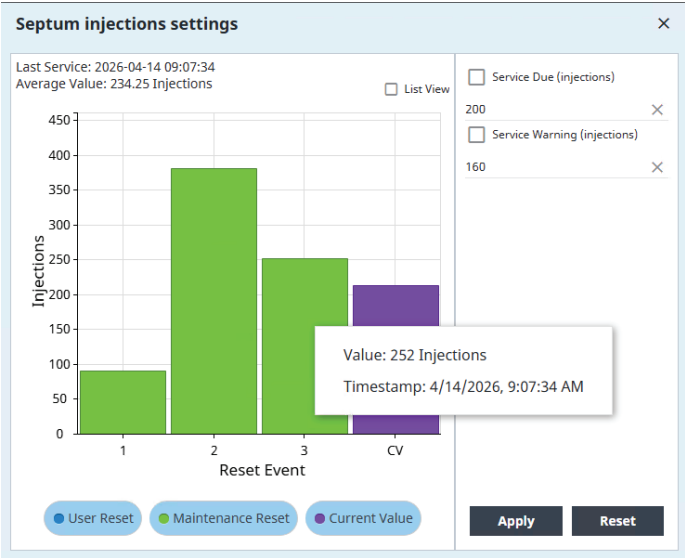


图 2. EMF 计数器详细历史记录，显示当前及上一前进样口隔垫的进样次数

色谱柱性能

分离 MX 和 PX 时的一个重要难点在于：由于 PX 峰处于过载状态，随着进样量的变化，两个峰的保留时间都会发生偏移。8890B GC 搭载安捷伦第七代电子气路控制 (EPC) 模块，其具备出色的气路控制精度与先进的控制能力，能够在进样过程中对 GC 周围局部温度和大气压条件变化进行校正，确保进样口内样品分流的一致性。最终可获得卓越的 MX 保留时间精密度，如图 3 和图 4 所示，这两张图是使用 OpenLab CDS 中的 Peak Explorer 生成的。Peak Explorer 有助于快速识别大型数据集中不同色谱图之间的差异。该工具将每次运行的色谱峰简化为水平时间轴上的圆形标记，并按垂直方向逐次堆叠各次运行，首次进样位于最上方，末次进样位于最底部。这种可视化形式使用户能够轻松快速识别异常运行并观察色谱行为的变化趋势。

图 3 和图 4 展示了两根色谱柱连续 200 次进样 50 ppm MX 的条件下，PX（左侧圆点）和 MX（右侧圆点）的长期保留行为。100 μm 内径的 DB-WAX FF 色谱柱分离 PX 和 MX 的保留时间分别约为 7.63 分钟和 7.68 分钟；总运行时间为 13.83 分钟，分析周期约为 17.5 分钟。200 μm 内径的 HP-INNOWax 色谱柱的保留时间比 100 μm DB-WAX FF 更长，PX 和 MX 的保留时间分别为 12.90 分钟和 13.04 分钟。HP-INNOWax 色谱柱的总运行时间为 19.3 分钟，分析周期约为 23.25 分钟。关键性能指标汇总见表 3。

表 3. 两种方法对 50 ppmw MX 标样连续 200 次进样的关键性能指标

	保留时间 (min)		峰面积		分离度 (USP)		S/N	
	快速	高分离度	快速	高分离度	快速	高分离度	快速	高分离度
平均值	7.6018	13.0410	0.2951	1.3736	0.4966	1.2758	27.65	98.47
标准偏差	0.0049	0.0010	0.0085	0.0231	0.0085	0.0147	2.36	9.86
%RSD	0.06	0.01	2.88	1.68	1.71	1.15	8.55	10.02

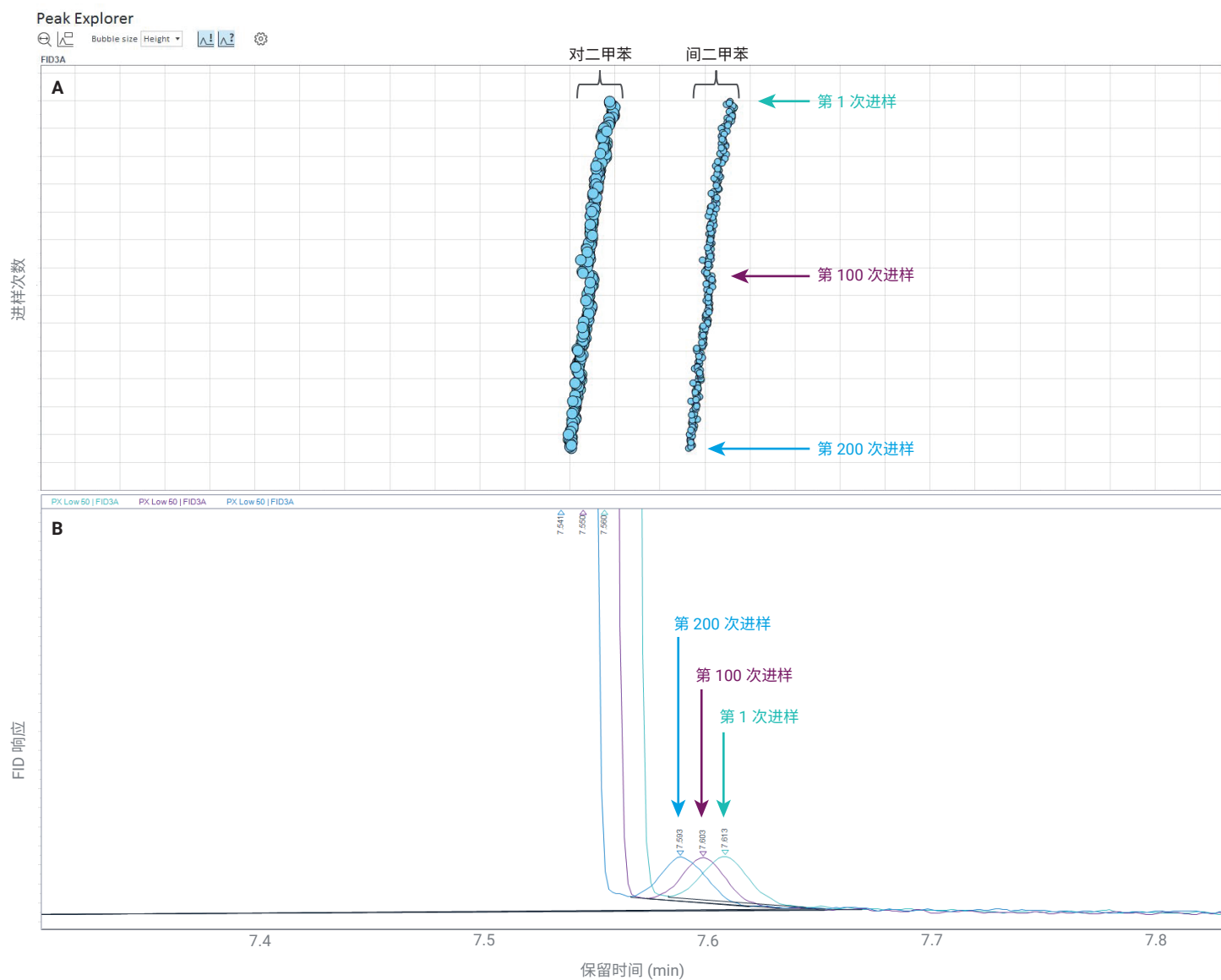


图 3. 使用 Agilent J&W DB-WAX FF 色谱柱，200 次进样条件下 PX 基质中 50 ppm MX 的保留时间精密度：(A) Peak Explorer 视图，(B) Agilent OpenLab CDS 中的色谱叠加图

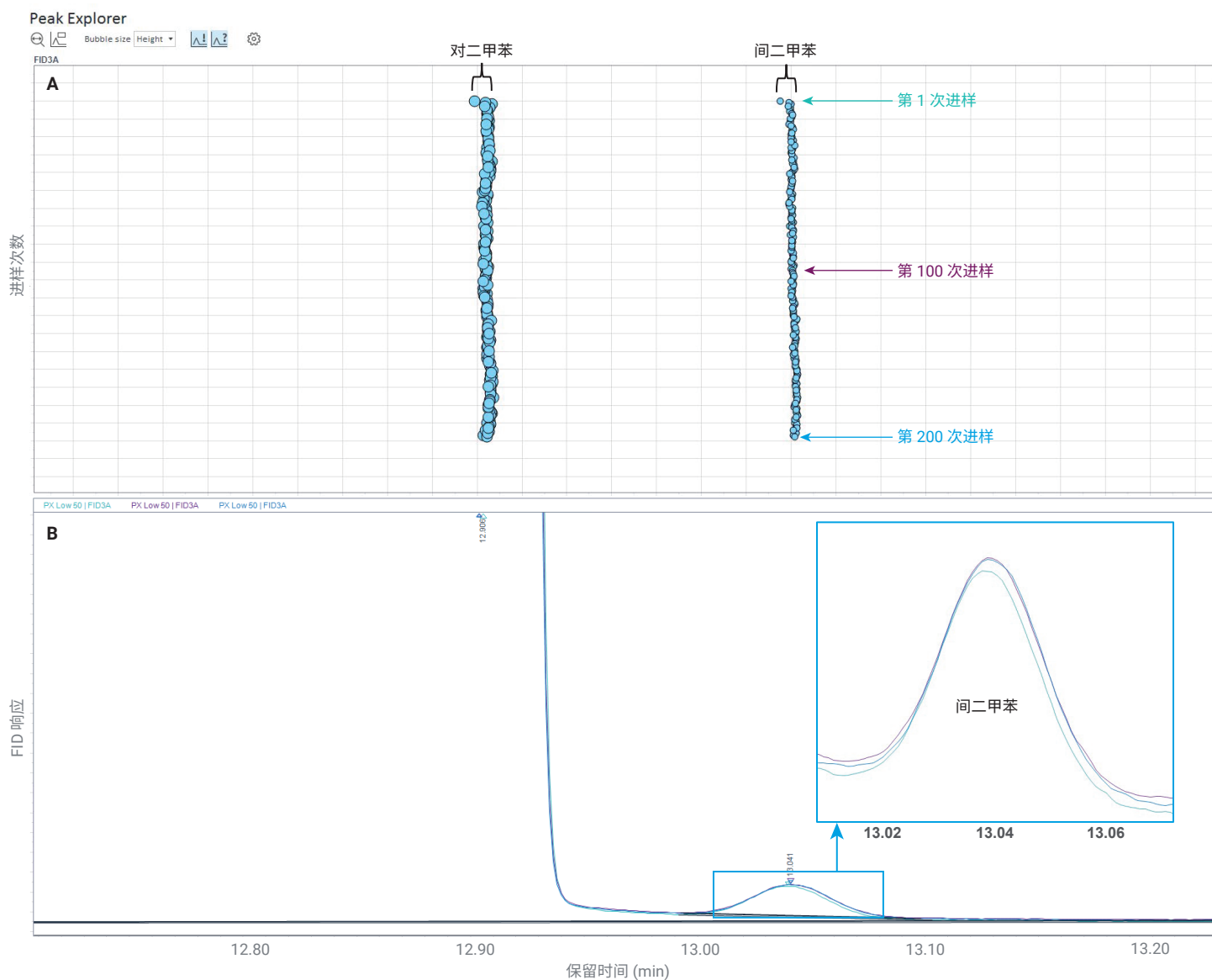


图 4. 使用 Agilent J&W HP-INNOWax 色谱柱，200 次进样条件下 PX 基质中 50 ppm MX 的保留时间精密度：(A) Peak Explorer 视图，(B) Agilent OpenLab CDS 中的色谱叠加图

正如预期，小内径的 DB-WAX FF 色谱柱比宽内径的 HP-INNOWax 色谱柱分离速度更快，但分离度更低，在 OpenLab CDS 中计算得到的 USP 分离度约为 0.49。导致分离度较低的一个主要因素是 DB-WAX FF 的固定相更薄，这显著降低了色谱柱的样品容量，并进一步加宽了 PX 基质峰。这一点通过使用更大的分流比（750:1，而 HP-INNOWax 为 250:1）得到了部分补偿；然而，这也导致 S/N 下降，进而使 LOD 和 LOQ 以大致相同的比例升高。

HP-INNOWax 色谱柱为 MX 提供了优异的分离度，在 OpenLab CDS 中计算得到的 USP 分离度约 1.28。尽管 PX 基质峰仍处于过载状态，但由于较厚固定相带来了更大的样品容量，色谱峰明显更尖锐。尽管会造成 MX 一定程度峰展宽，但更高的分离度允许增加进样量，以此改善 LOD 和 LOQ。图 5 展示了增加进样量对 10 ppm MX 的分离度和信噪比的影响。需要注意的是，随着色谱柱老化损耗，分离度会下降，因此该配置下，用户仅需调整进样量，即可在灵敏度与稳健性之间实现所需平衡。

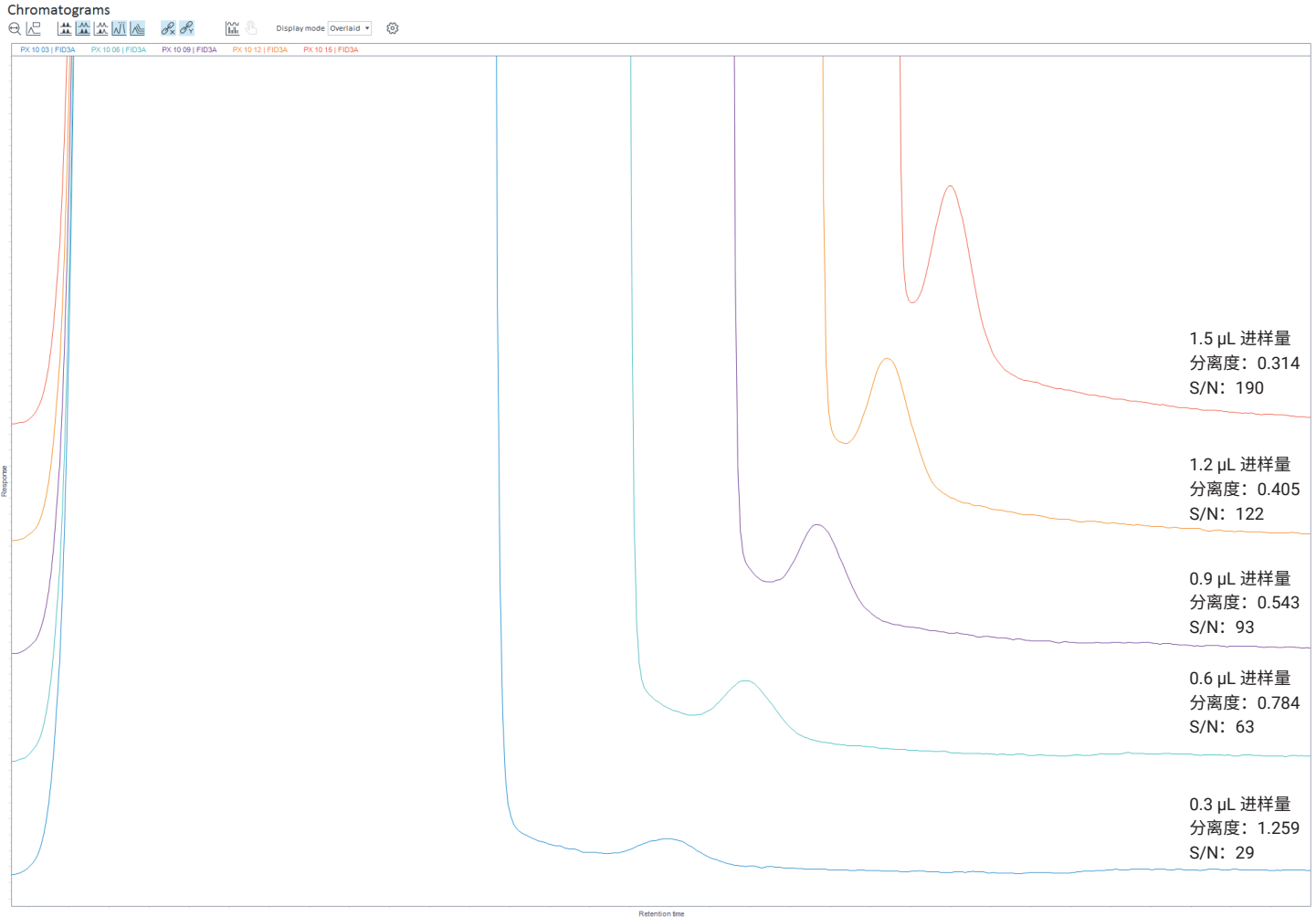


图 5. 叠加色谱图，展示了使用 Agilent J&W HP-INNOWax 色谱柱时，进样量对 PX 基质中 10 ppmw MX 分离度及信噪比的影响

痕量水平线性

以纯化的对二甲苯为溶剂，通过重量法配制了目标浓度分别为 10、20、30、40 和 50 ppmw 的间二甲苯低浓度标样，其实际浓度分别为 9.98、20.01、30.34、42.23 和 49.75 ppmw。每个标样均进行三次重复分析，并采用忽略原点的线性最佳拟合模型进行绘图。两款色谱柱所得模型分别如图 6 和图 7 所示，R² 分别为 0.99975 和 0.99950。这些结果突显了 8890B GC 先进的气路与温度控制的优势，证明间二甲苯在接近 LOD 与 LOQ 浓度下，可获得稳定的色谱性能与线性响应。

合模型进行绘图。两款色谱柱所得模型分别如图 6 和图 7 所示，R² 分别为 0.99975 和 0.99950。这些结果突显了 8890B GC 先进的气路与温度控制的优势，证明间二甲苯在接近 LOD 与 LOQ 浓度下，可获得稳定的色谱性能与线性响应。

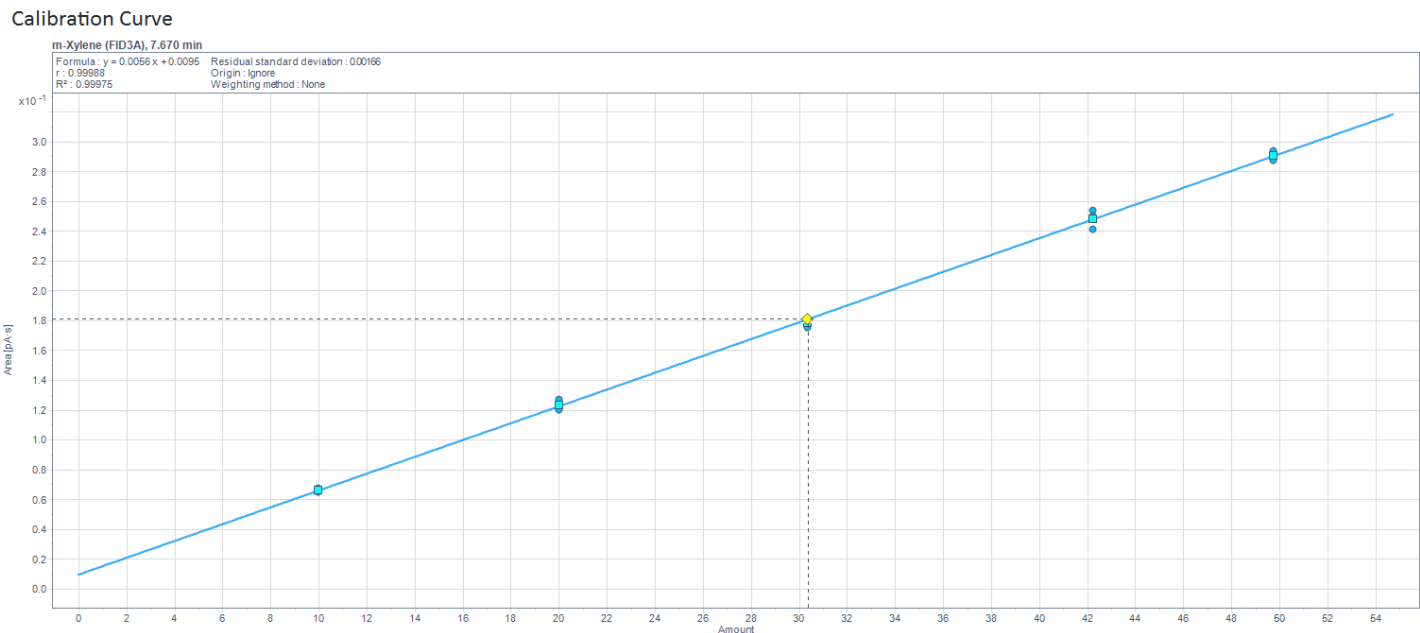


图 6. 使用 Agilent J&W DB-WAX FF 色谱柱的快速分析方法中，MX 在 10、20、30、40 和 50 ppmw 浓度下的校准模型

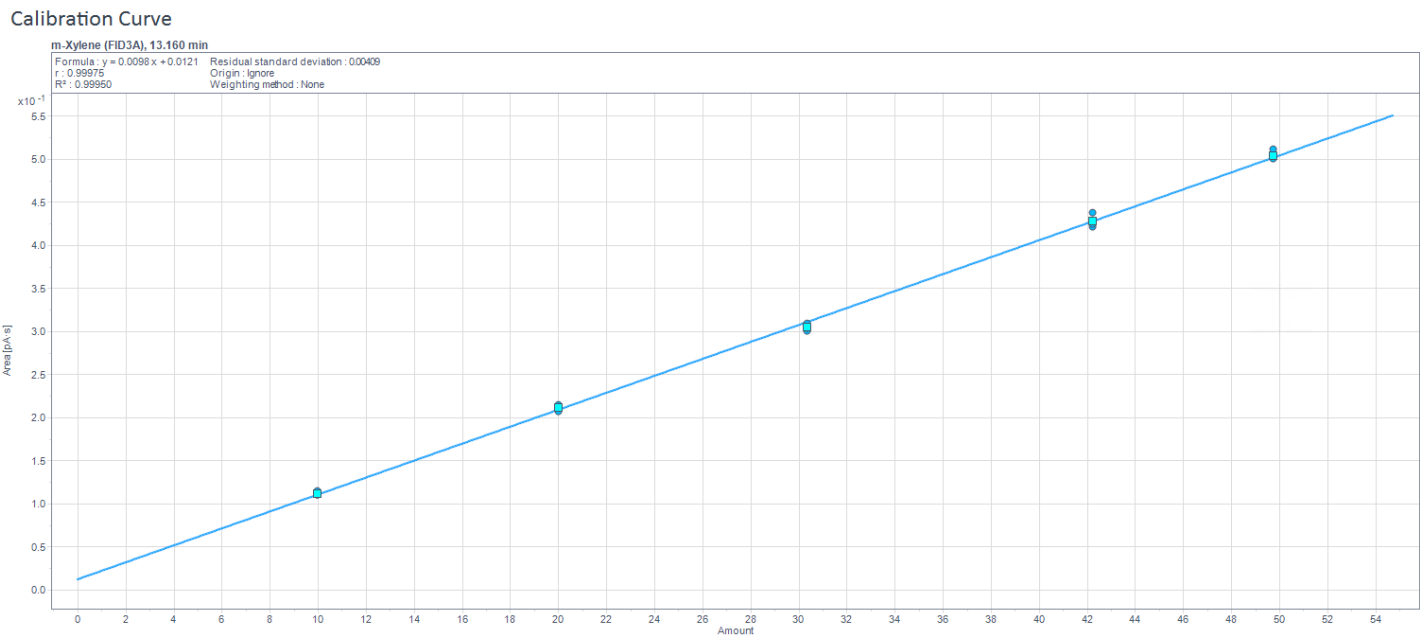


图 7. 使用 Agilent J&W HP-INNOWax 色谱柱的高分离度方法中，MX 在 10、20、30、40 和 50 ppmw 浓度下的校准模型

降低噪声

计算 LOD 和 LOQ 的方法多种多样，但大多数方法都直接或间接地与测量噪声相关。降低噪声对于痕量分析十分有利，可通过在 FID 气体管路上加装过滤器并将 FID 数据采集速率降至 10 Hz 来实现。

图 8 对比了过滤器在启用与旁路两种情况下 10 ppm 间二甲苯的分析结果：在启用过滤器时，使用 OpenLab CDS 计算得到的 ASTM 噪声^[2] 降低了约 45%。需要注意的是，过滤器的效果可能因用户实际情况而异，具体取决于气体质量以及从气源到气相色谱仪管路的洁净程度。

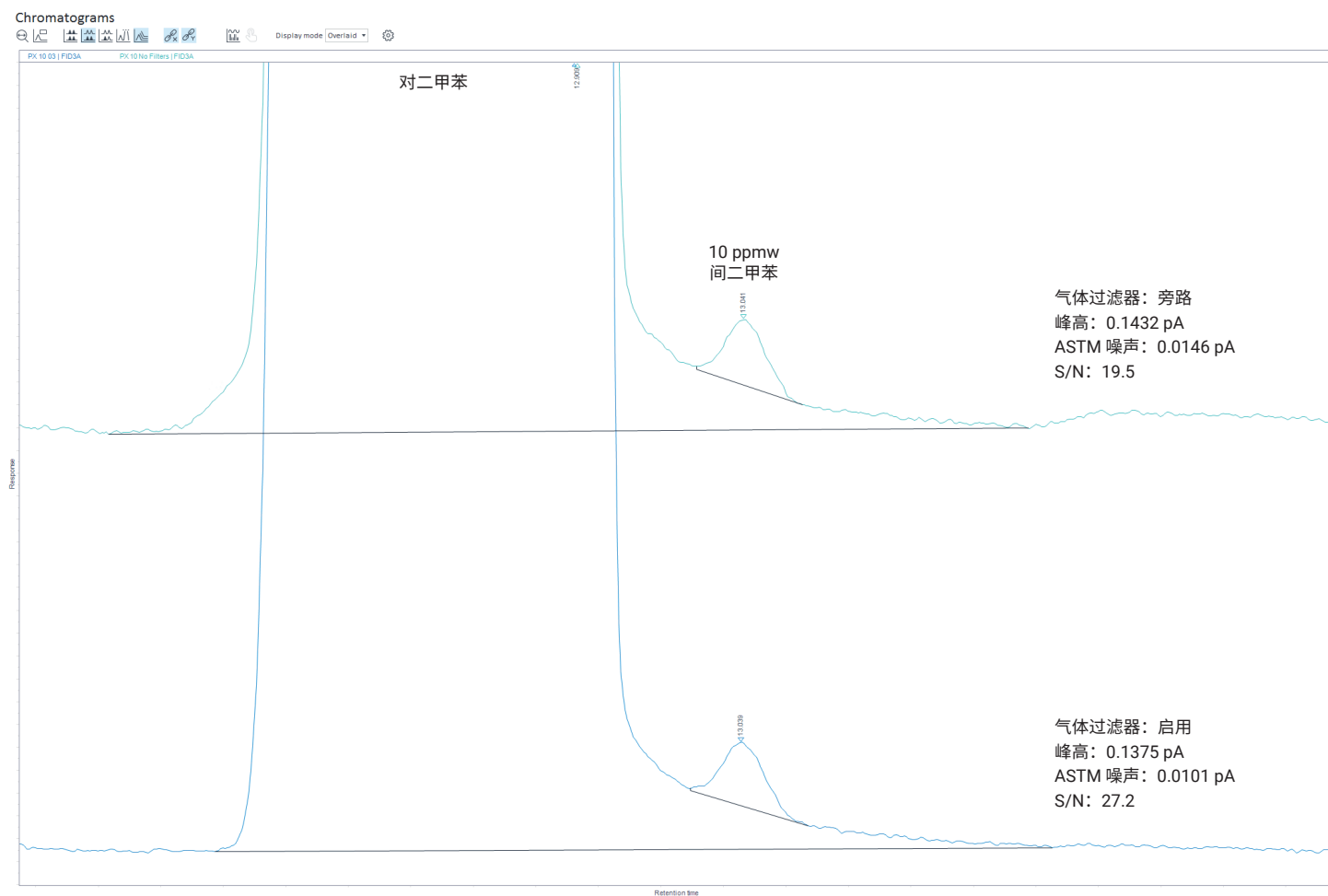


图 8. 色谱图显示了载气和检测器 Agilent Gas Clean 气体净化过滤器对 10 ppmw MX 的峰高、噪声和信噪比的影响

8890B GC FID 支持 5–1000 Hz 的数据采集速率，可适配超快速色谱分析，但较高的采集速率会导致噪声增加。因此，痕量分析应选用满足分析需求的最低采集速率。图 9 展示了 10 ppm 间二甲苯样品分别以 50 Hz、20 Hz、10 Hz FID 采集速率得到的谱图，以及不同速率对峰形、ASTM 噪声的影响。

图 9 中三条数据曲线来自同一次进样的同步采集；用户只需在 OpenLab CDS 的采集方法中增加额外信号曲线，即可轻松评估数据采集速率对结果的影响。最终选择 10 Hz 作为 200 μm HP-INNOWax 和 100 μm DB-WAX FF 两种色谱柱配置的最佳采集速率。

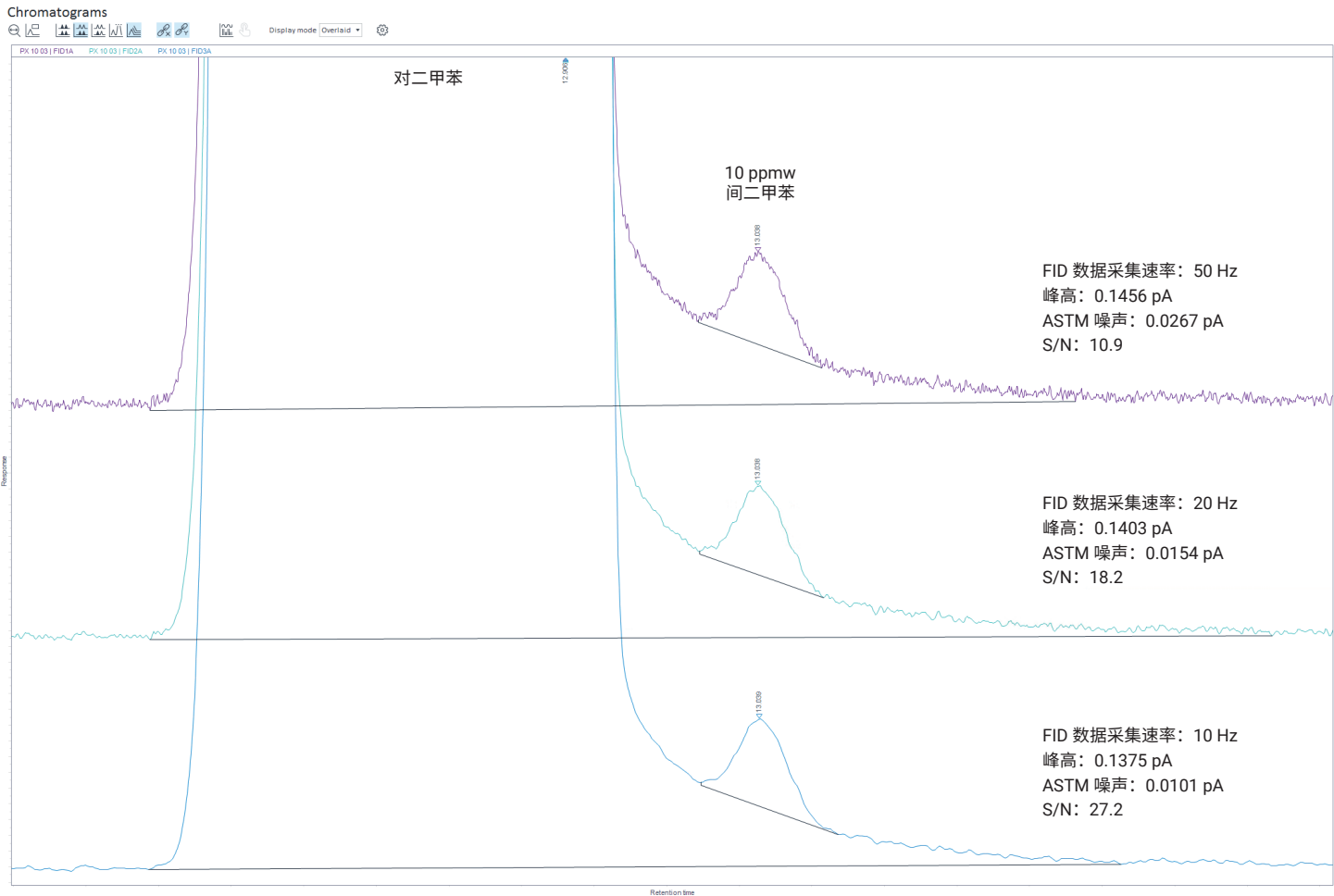


图 9. FID 数据采集速率对 10 ppmw MX 的峰高、噪声和信噪比的影响

GC Assist: EMF 计数器阈值

8890B GC 配备了实用的 EMF 计数器，可通过追踪仪器消耗品状态，并在部件超过用户设定的进样次数或运行时间阈值、即将需要维护时发出提醒，从而帮助客户尽可能延长仪器正常运行时间。每个 EMF 计数器均设有 Service Warning（维护预警）和 Service Due（维护到期）两级阈值，帮助用户主动掌控仪器维护，而非等问题发生后再被动维修。仪器出厂已预设默认阈值；然而，最佳值因方法和仪器配置而异，并受多种因素影响。本节针对本应用简报所涉及的消耗品说明了合适的阈值设定，为用户提供可靠的初始设置参考。用户可能需要根据自身的具体情况、样品通量以及公用设施质量对这些数值进行调整。影响这些阈值的一些主要因素包括：

- **样品洁净度：**与成品样品相比，过程控制样品更可能含有会降低消耗品寿命的污染物
- **气体洁净度：**气体品质差以及受污染的输送系统（管道、管线、阀门等）会更快地损坏过滤器和固定相

进样口隔垫

维护预警：250–300 次进样。高级绿色隔垫最终会因为进样器针头的反复穿刺而失效。使用 23/26 号锥形针头可减缓这一过程。应在隔垫失效前更换，以减少氧气进入色谱柱。

进样口衬管

维护预警：500–1000 次进样。衬管的主要污染物包括隔垫碎屑以及过程样品中的污染物，会造成色谱图出现杂峰。建议每更换三到四次隔垫时更换一次衬管，或视需要进行更换。

气体过滤器维护

维护到期：365 天。Gas Clean 气体净化过滤器应每年更换一次，或在指示剂变色时更换。气体品质会显著影响其更换频率。选配的 Gas Clean 气体净化过滤器传感器可监测过滤器寿命，并在过滤器饱和时通知用户；安装新过滤器后，该传感器会自动重置 EMF 计数器。

进样针进样

维护预警：2000 次进样，或视需要。进样针故障较难预判，很大程度取决于样品洁净程度。PX 样品一般不会缩短进样针寿命，按需更换即可。可结合峰评估功能监测 PX 峰高，辅助判断进样针当前损耗状态。

距上次色谱柱切割后的进样次数

维护预警：10000 次进样。样品中的重污染物最终会污染柱头，导致 MX 与 PX 之间的分离度下降。应根据需要切割色谱柱。对于进样高纯度样品并使用高纯度气体的系统，这是一项不常需要进行的操作。

进样口分流平板

使用默认阈值，或视需要。PX 样品通常不含会损坏分流平板的物质。每次更换衬管时均可对分流平板进行目视检查，若发现变色或残留污染物则应更换。

GC Assist: 峰评估

除了 EMF 计数器之外，8890B GC 还配备了一套名为 GC Assist 的自监控与评估功能。峰评估是 GC Assist 的一项功能，可使 GC 依据用户设定的参考色谱图，对一个或多个峰的色谱性能进行监测。当样品产生的数据与参考色谱图存在显著差异时，系统会通知用户。峰评估在概念上类似于质量控制图，但它是用于评估气相色谱仪本身的性能，而非评估方法的性能。本节将讨论如何利用峰评估功能，支持 8890B GC 长期开展对二甲苯中痕量间二甲苯的分析工作。

启用峰评估需要生成用于比对的参考色谱图，为所需的对比指标设定上下相对百分比阈值，并将这些设置应用到采集方法中。对于 MX 和 PX 的分离，将峰评估配置为监测两峰之间的分离度，可提前预警色谱柱即将需要维护。此外，通过监测 PX 峰高可以提醒用户进样过程中是否存在问题。

表 4 列出了用于监测 PX 峰高、MX 分离度以及两种化合物保留时间的推荐峰评估阈值。

表 4. MX 和 PX 色谱性能监测的推荐初始峰评估阈值

化合物名称	指标	下限 (%)	上限 (%)	比对峰
对二甲苯	保留时间	5	5	–
	峰高	5	5	–
间二甲苯	保留时间	5	5	–
	分离度	10	10	对二甲苯

每一次进样都可以对上述指标进行监测，但需注意，过程控制样品组分易发生非预期波动，有可能导致误报（假阳性）。由于峰评估所使用的参考色谱图与特定的采集方法绑定，因此可

通过为不同样品类型创建不同名称的采集方法，来监测各自不同的特征。例如，一家同时分析过程控制样品和产品认证样品的生产现场实验室，可以在质量控制样品上监测 MX 与 PX 之间的分离度，同时所有样品上监测 PX 峰高。在该示例中，峰评估既能利用组成稳定的质量控制样品对分离性能进行长期监测，又能针对所有 PX 样品，在出现进样异常时立即发出警告。图 10 显示了 GC Assist 界面中 PX 峰高的趋势图，使用的是 5% 的阈值。可对 8890B 气相色谱仪进行编程设置，当超出峰评估阈值时，使其中止序列运行或继续运行。通过这种方式，色谱性能监测可以根据用户需求进行高度自定义。

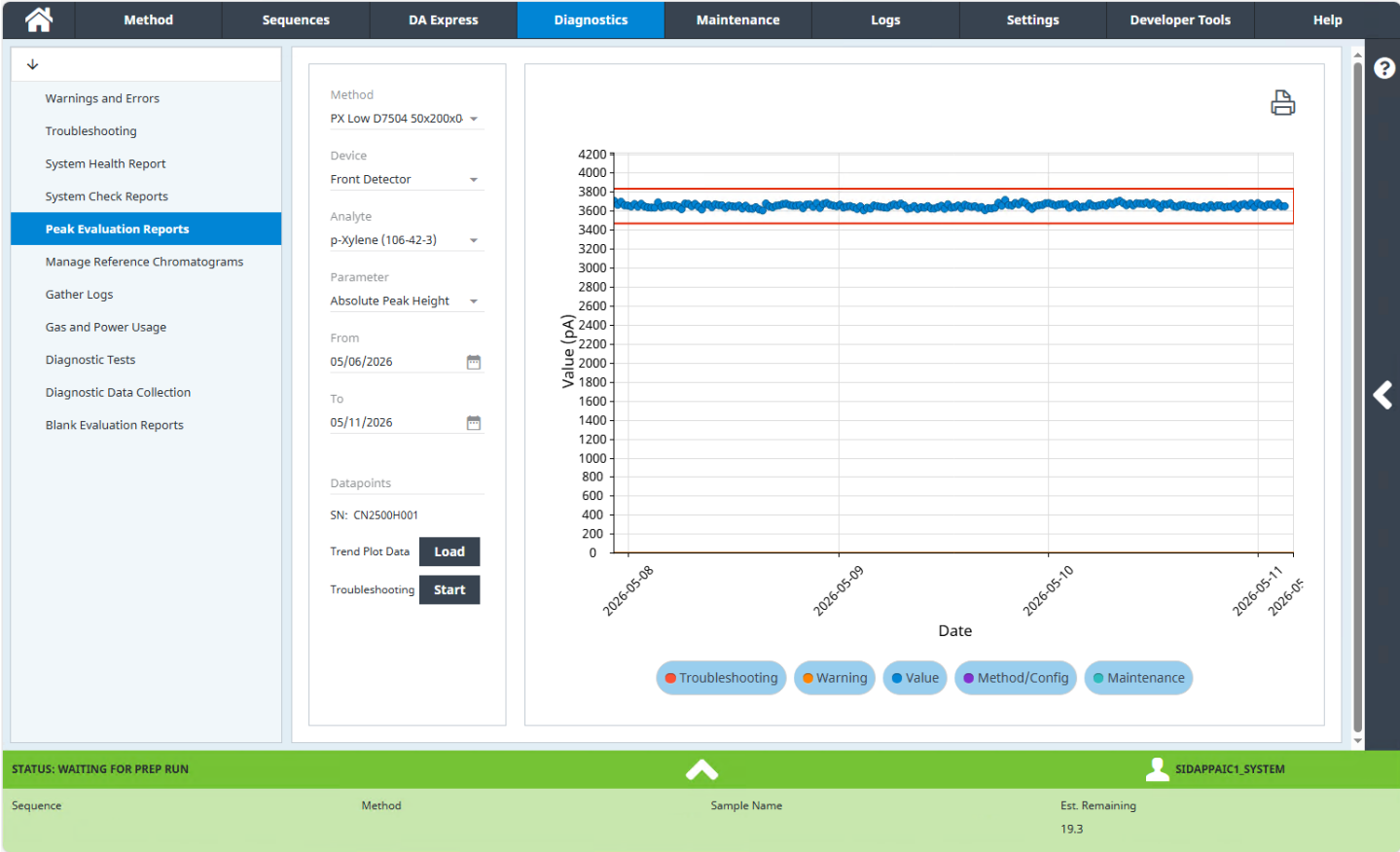


图 10. Agilent GC Assist 界面中的峰评估报告，显示了 PX 峰高趋势图，阈值设为 5%（红色线）

结论

Agilent 8890B 气相色谱系统，搭配安捷伦高品质色谱柱与备件，可为测定对二甲苯 (PX) 中的痕量间二甲苯 (MX) 提供稳定可靠、高灵敏度的解决方案。Agilent J&W HP-INNOWax 色谱柱实现了超高分离度和卓越的保留时间稳定性，50 ppm MX 的 S/N 达到 98.5。内径更窄的 Agilent J&W DB-WAX FF 色谱柱将运行时间缩短了 40%，但代价是分离度和保留时间稳定性有所降低，50 ppm MX 的 S/N 为 27.7。仪器内置的 Agilent GC Assist 功能，包括峰评估与早期维护反馈 (EMF) 计数器，能够对系统状态与分离性能开展智能化自动监测，大幅延长仪器正常运行时间，保障常规痕量分析长期稳定运行。

参考文献

1. ASTM International. Standard Test Method for Trace Impurities in Monocyclic Aromatic Hydrocarbons by Gas Chromatography and Effective Carbon Number; ASTM D7504-23; ASTM International: West Conshohocken, PA, **2023**. <https://www.astm.org/d7504-23.html>
2. ASTM International. Standard Practice for Testing Fixed-Wavelength Photometric Detectors Used in Liquid Chromatography; ASTM E685-93(2021); ASTM International: West Conshohocken, PA, **2021**. <https://www.astm.org/e0685-93r21.html>

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

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，2026
2026 年 7 月 10 日，中国出版
5994-9329ZHCN