应用简报

生物制药/制药

基于 2025 USP <467> 和中国药典 (ChP 0861) 的残留溶剂分析

使用 Agilent 8697 顶空进样器和 Agilent 8890B 气相色谱系统

作者

Youjuan Zhang

安捷伦科技（中国）有限公司

中国上海

摘要

残留溶剂的监管要求随时间推移而不断变化。《美国药典》(USP) <467> 于 2025 年 9 月发布了新的指南，扩展了 2B 类溶剂的清单和性能要求。同年，《中国药典》(ChP) 也进行了修订，纳入对通则 0861 (0861) 的更新。本应用简报介绍了根据现行 USP <467> 规定，测定处于其规定限值水平的 1 类和 2 类残留溶剂的方法。同样的分析工作流程也符合 ChP 0861 中描述的一般原则和分析要求。采用 Agilent 8697 顶空进样器结合双柱、双火焰离子化检测器 (FID) 气相色谱仪 (GC) 配置，能够通过互补的固定相进行高效筛查和确认。该方法具有稳定可靠的色谱性能：良好的分离度、峰形和重复性。分别以氦气和氮气为载气进行评估，结果均达到或超过 USP <467> 和 ChP 0861 中定义的可接受标准。除分析性能以外，Agilent 8890B 气相色谱系统的智能功能还提升了操作可靠性并简化了日常使用，其中 GC Assist 提供引导式分步支持，能够高效进行故障排除。

前言

残留溶剂是在药物制造过程中常见的杂质来源，通常来源于合成、纯化或制剂等工艺步骤。由于这些挥发性有机化合物可能存在毒理学风险，因此必须仔细监测其含量，以确保患者安全和满足法规要求。因此，残留溶剂分析是药物开发和生产生命周期中质量控制的关键组成部分。

USP <467> 为残留溶剂分析提供了统一的框架，规定了溶剂分类、浓度限值和分析要求[1]。2025 年 9 月发布的修订版 USP <467> 纳入了最新的毒理学评价数据，并更新了相关监管要求。修订后的章节扩展了 2B 类溶剂清单，并引入了新增化合物（包括叔丁醇和环戊基甲醚 (CPME)）的性能要求。这些更新不仅扩大了残留溶剂检测的分析范围，也更加强调了系统性能的一致性和适用性验证。在中国，残留溶剂控制遵循《中国药典》通则 0861 (ChP 0861)[2]，采用与国际人用药品注册技术协调会 (ICH) Q3C 一致的基于风险的分类系统[3]。尽管《中国药典》在分析程序方面使用了不同的术语，但其监管意图、溶剂分类和控制原则与 USP <467> 一致。

由于其稳定性以及对挥发性分析物的适用性，配备顶空进样的气相色谱法广泛用于残留溶剂测定。在监管要求持续演进的同时，现代气相色谱 (GC) 系统正不断向智能化方向发展，通过提升自动化与智能运行能力，支持分析方法的规范执行并确保法规合规性。Agilent 8890B 气相色谱仪集成了 GC Assist 功能，可帮助用户对气相色谱系统进行性能检查。不满足性能指标时，气相色谱系统会发出提醒，通知用户。通过与用户的互动，气相色谱可启动引导式故障排除工作流程，通过自主诊断功能支持分步式故障排查，无论经验丰富与否，分析人员都能在常规操作中高效解决问题。

在本应用简报中，介绍了一种用于测定 1 类、2A 类和扩展 2B 类残留溶剂的顶空 GC/FID 方法。本研究表明，采用具备智能化功能的气相色谱平台，可有效满足最新法规要求，同时实现可靠的性能评估、简化仪器故障诊断与排查，并保持稳定一致的分析性能。

实验部分

本研究中描述的实验条件遵循 USP <467> 流程 A 和 B 中概述的一般色谱原则。它们也与 ChP 0861 中描述的推荐的顶空气相色谱方法一致。在本研究中，流程 A 和 B 的筛查与确认概念通过双柱、双 FID/GC 配置同时实现。如图 1 所示，样品通过 Agilent 8697 顶空进样器引入 8890B 气相色谱系统中，并均等分流至 Agilent DB-Select 624 UI 和 DB-WAX UI 色谱柱进行平行检测。分别以氦气和氮气为载气，获得了相似的色谱性能。所有数据均通过 Agilent OpenLab CDS 2.8 软件采集。噪声采用峰-峰值 (Peak-to-Peak, PtoP) 方法进行测定，并据此计算目标分析物的信噪比 (S/N)。

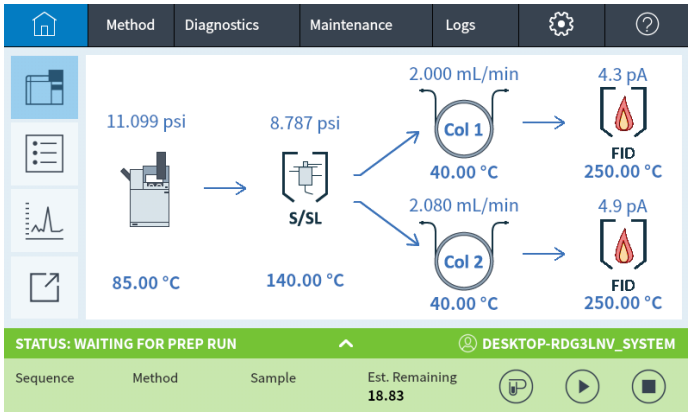


图 1. 用于残留溶剂分析的双柱、双 FID 气相色谱系统。一根 0.5 m × 0.32 mm 内径熔融石英管线从进样口连接至不带吹扫功能的两通分流器，将进样的组分平均分流到两根色谱柱中

表 1. 气相色谱条件

参数	值
Agilent 8697 顶空进样器	
样品瓶加压气体	N_2
定量环规格	1 mL
样品瓶规格	20 mL
样品瓶振荡	8（188 次振荡/分钟）
样品瓶平衡时间	40 min
进样时间	0.5 min
柱温箱温度	85 °C
定量环温度	85 °C
传输线	0.53 mm 内径去活熔融石英管线（部件号 160-2535-5）
传输线温度	100 °C
样品瓶填充压力	15 psi
定量环填充模式	定制
定量环升压速率	40 psi/min
定量环最终压力	4 psi
Agilent 8890B GC	
参数	值
进样口	SSL，140 °C，分流比 10:1
衬管	超高惰性，直型，1 mm 内径（部件号 5190-4047）
CFT 装置	不带吹扫功能的两通分流器（部件号 G3181B）
色谱柱	**色谱柱 1：**Agilent DB-Select 624 UI，30 m × 0.32 mm, 1.8 µm（部件号 123-0334UI） **色谱柱 2：**Agilent DB-WAX UI，30 m × 0.32 mm, 0.25 µm（部件号 123-7032UI）
载气	He 和 N_2 载气 2 mL/min，恒流
管线	0.32 mm 内径去活熔融石英管线（部件号 160-2325-5）
柱温箱	氦气载气：40 °C (5.5 min)，然后以 15 °C/min 升至 180 °C，保持 2.5 min 氮气载气：38 °C (5.5 min)，然后以 15 °C/min 升至 180 °C，保持 4 min
FID（两个通道）	温度：250 °C，氢气：30 mL/min，空气：300 mL/min
数据采集速率	10 Hz

试剂与标准品

本研究中使用的标准品：

1 类：USP <467> 1 类残留溶剂（部件号 5190-0490）

2A 类：USP <467> 2A 类残留溶剂（部件号 5190-0492）

2B 类：USP <467> 2B 类残留溶剂（USP 部件号 1601292），购自 Alta Scientific Co. Ltd.

甲基异丁基酮 (MIBK) 和异丙苯的单标，购自 Alta Scientific Co. Ltd.

1 类溶剂

- 将 1 mL 储备液与 9 mL DMSO 一起用水稀释至 100 mL
- 将步骤 1 中的 1 mL 溶液用水稀释至 100 mL
- 将步骤 2 中的 10 mL 溶液用水稀释至 100 mL
- 将步骤 3 中的 1 mL 溶液与 5 mL 水一起加入 20 mL 顶空样品瓶中

2A 类溶剂

- 将 1 mL 储备液和一定量的 MIBK 和异丙苯，加入到水中，然后用水定容至 100 mL
- 将步骤 1 中的 1 mL 溶液与 5 mL 水一起加入 20 mL 顶空样品瓶中

2B 类溶剂

- 将 1 mL 储备液用水稀释至 100 mL
- 将步骤 1 中的 5 mL 溶液与 1 mL 水一起加入 20 mL 顶空样品瓶中

结果与讨论

由于所有的 1 类、2A 类和 2B 类溶剂均在 USP <467> 浓度限值下制备，因此有几种化合物表现出相对较低的检测器响应，包括四氯化碳、1,4-二氧六环、1,2-二甲氧基乙烷和硝基甲烷。此外，乙腈和吡啶在 DB-Select 624 UI 色谱柱上均表现出低响应和峰拖尾现象，从而使峰积分结果易受基线的影响。因此，建议对积分参数进行充分优化，以获得准确且一致的积分结果。

USP <467> 规定了残留溶剂分析的强制性系统适用性要求，这些要求汇总在表 2 中。其中包括流程 A 和 B 中针对 1 类溶剂的最低信噪比以及针对 2A 类溶剂中的关键化合物的最低分离度要求。符合这些标准可确保常规残留溶剂分析获得可靠的定量结果。

相比之下，ChP 0861 以更灵活的方式定义了系统适用性要求。它允许基于方法验证和实际分析需求建立适当的性能标准，而非针对特定溶剂设定固定限值。尽管两部药典在这些要求的详细程度上有所不同，但 USP <467> 和 ChP 0861 的最终目标都是确保足够高的灵敏度和色谱性能，以实现可靠的残留溶剂分析。

表 2. 残留溶剂分析的 USP <467> 系统适用性要求

流程	溶剂类别	化合物名称	USP <467> 的要求
A	1 类	S/N（1,1,1-三氯乙烷）	≥ 5
	1 类	S/N（其他溶剂）	≥ 3
	2A 类	分离度（乙腈/二氯甲烷）	≥ 1
B	1 类	S/N（苯）	≥ 5
	1 类	S/N（其他溶剂）	≥ 3
	2A 类	分离度（MIBK/顺式-1,2-二氯乙烯）	≥ 1
	2B 类	分离度（1,2-二甲氧基乙烷和环戊基甲醚）	≥ 1.5

图 2 至图 7 展示了使用氦气和氮气载气在 DB-Select 624 UI 和 DB-WAX UI 色谱柱上进行的 1 类、2A 类和 2B 类残留溶剂混合物分析。对于按照流程 A 分析的 1 类溶剂，当使用氦气作为载气时，1,1,1-三氯乙烷和四氯化碳的信噪比 (S/N) 分别为 78.3 和 11.1；而使用氮气作为载气时，相应的 S/N 值分别为 67.8 和 9.6。在分析 1 类溶剂的流程 B 中，使用两种载气时，苯表现出相似的高 S/N 值，使用氦气时达到 105.1，使用氮气时达到 104.8。对于按照流程 A 分析的 2A 类溶剂，乙腈和二氯甲烷在以氦气和氮气为载气时的分离度均为 3.4，表现出同等色谱性能。在流程 B 中，2A 类和 2B 类溶剂均实现了充分分离。以氦气为载气时，乙腈与 MIBK（2A 类）之间的分离度为 1.9；以氮气为载气时，分离度为 1.4，符合 USP <467> 可接受标准。对于 2B 类溶剂，1,2-二甲氧基乙烷和环戊基甲醚分离良好，在氦气和氮气载气条件下，分离度分别为 3.7 和 3.4。

在最新发布的 2025 版 USP <467> 中，叔丁醇和环戊基甲醚 (CPME) 已添加至 2B 类溶剂清单中。在按照流程 A 操作的 DB Select 624 UI 色谱柱上，吡啶在 CPME 之后立即洗脱。CPME 峰相对较大，而吡啶峰较小，两种化合物均表现出一定程度的峰拖尾现象。尽管面临这些挑战，仍成功实现了 CPME 与吡啶之间的基线分离。在按照流程 B 操作的 DB WAX UI 色谱柱上，CPME 在 3.91 分钟时洗脱，而吡啶在 9.14 分钟时洗脱（如图 6 所示）。两个峰完全分离，无相互干扰，且两种化合物均呈现出更对称的峰形。此外，对于 2B 类溶剂，无论使用氦气还是氮气作为载气，在流程 A 或 B 中均未观察到共洗脱现象，完全符合 USP <467> 的色谱要求。

为了评估整体系统稳定性，分别使用氦气和氮气作为载气，将 1 类、2A 类和 2B 类溶剂混合物连续进样九次。对所有分析物的峰面积重复性进行了评估，结果汇总于表 3 和图 8 中。当在流程 A 和 B 条件下使用氦气作为载气时，所有分析物的峰面积平均相对标准偏差 (%RSD) 为 1.32%，其中 47% 的化合物的峰面积 RSD 低于 1%。使用氮气作为载气时，所有分析物的平均峰面积 %RSD 为 1.28%，其中 50% 的化合物的峰面积 RSD 低于 1%。这些结果证明，使用氮气作为载气所获得的重复性与使用氦气所获得的重复性相当，表明无论选择何种载气，均可获得一致和可靠的系统性能。

表 3 还汇总了使用氦气和氮气作为载气时，两种毛细管柱上每种残留溶剂的保留时间 (RT) 重复性。总体而言，DB-Select 624 UI 色谱柱在两种载气条件下均表现出更好的 RT 重复性，平均 RT RSD 值约为 0.009%。以氦气和氮气为载气时，观察到通过 DB-WAX UI 色谱柱获得的 RT %RSD 略高，其中平均 RT %RSD 约为 0.018%。顶空样品瓶中的 6 mL 标准溶液含有高比例的水，在柱温箱中平衡样品瓶时，大量水蒸发到样品瓶顶部空间，随后与分析物一起被引入气相色谱柱中。WAX 固定相对水相对更敏感，这会影响保留时间稳定性。为进一步考察水分对 DB-WAX UI 色谱柱上目标化合物保留行为的影响，将该色谱柱连接至另一台配备热导检测器 (TCD) 的 GC 系统进行分析。检测结果显示，水峰的基线峰宽超过 1.5 min，且其峰尾结束位置接近间二甲苯的洗脱位置。在水峰尾部或之后洗脱的化合物（例如异丙苯、邻二甲苯、氯苯、吡啶和四氢化萘）受水影响，导致 RT 重复性略差。这一效应解释了为什么在 DB-Select 624 UI 色谱柱上获得的平均 RT %RSD 值始终低于在 DB-WAX UI 色谱柱上观察到的结果。然而，观察到

的保留时间偏移其实极小，对定性鉴定没有影响。事实上，这些微小的 RT 变化只有在大幅放大色谱图后才能观察到。这些结果进一步证明，即使在具有挑战性的富含水的顶空条件下，安捷伦气相色谱柱仍表现出出色的保留时间稳定性和整体性能。

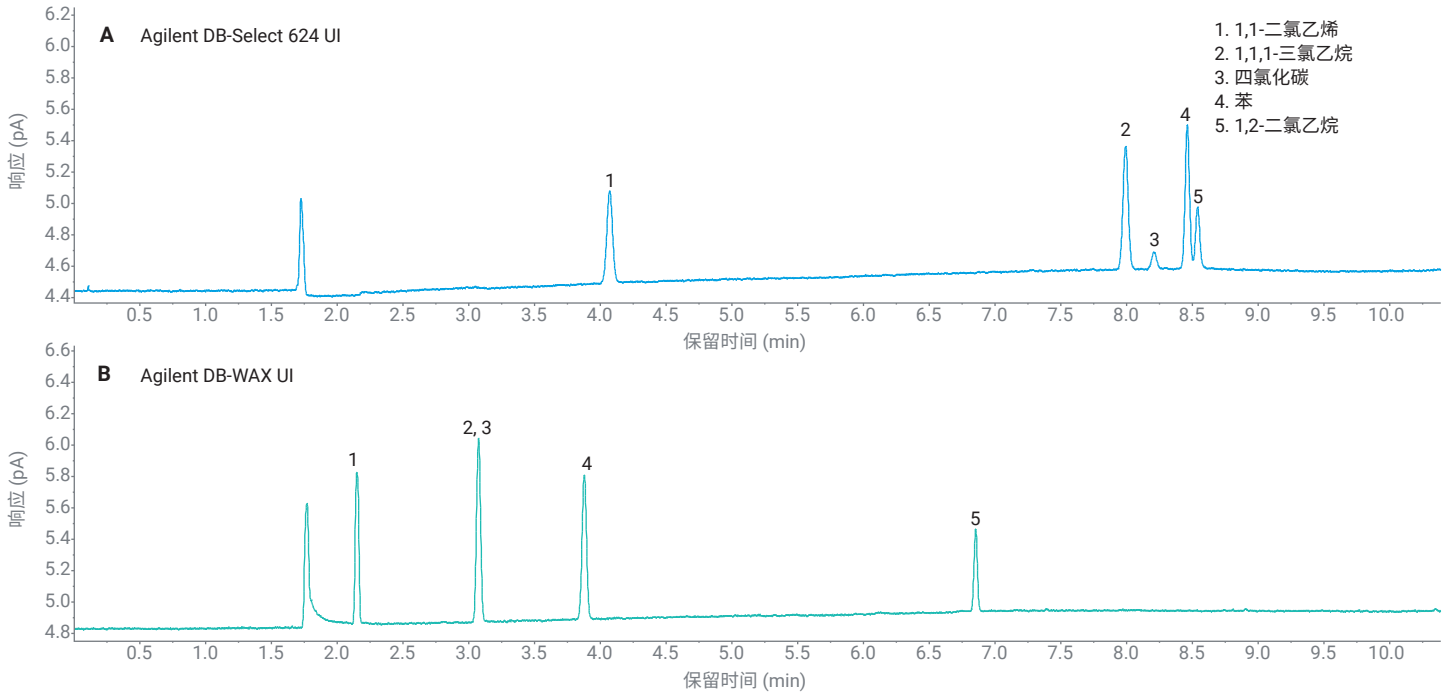


图 2. 以氦气为载气时，1 类标准溶液通过 Agilent DB-Select 624 UI 色谱柱（流程 A）和 Agilent DB-WAX UI 色谱柱（流程 B）获得的 GC/FID 色谱图

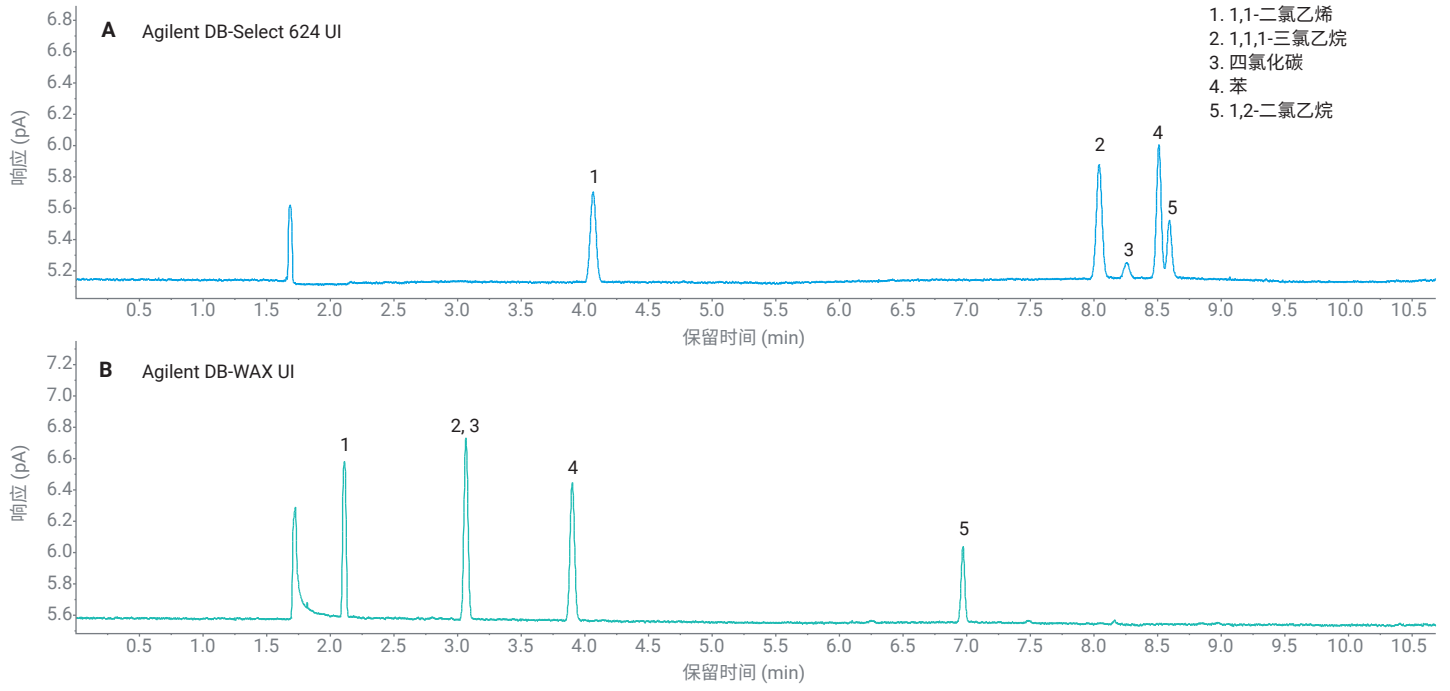


图 3. 以氦气为载气时，1 类标准溶液通过 Agilent DB-Select 624 UI 色谱柱（流程 A）和 Agilent DB-WAX UI 色谱柱（流程 B）获得的 GC/FID 色谱图

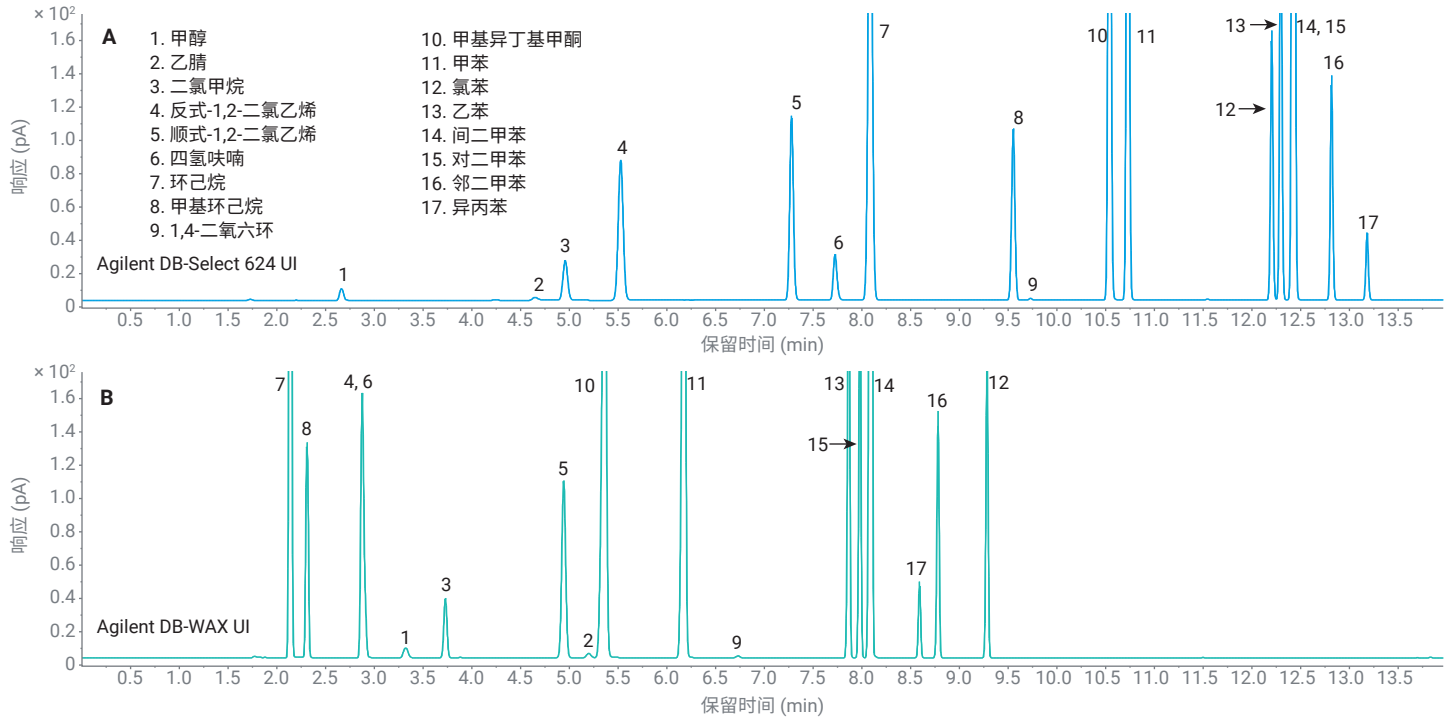


图 4. 以氦气为载气时，2A 类标准溶液通过 Agilent DB-Select 624 UI 色谱柱（流程 A）和 Agilent DB-WAX UI 色谱柱（流程 B）获得的 GC/FID 色谱图

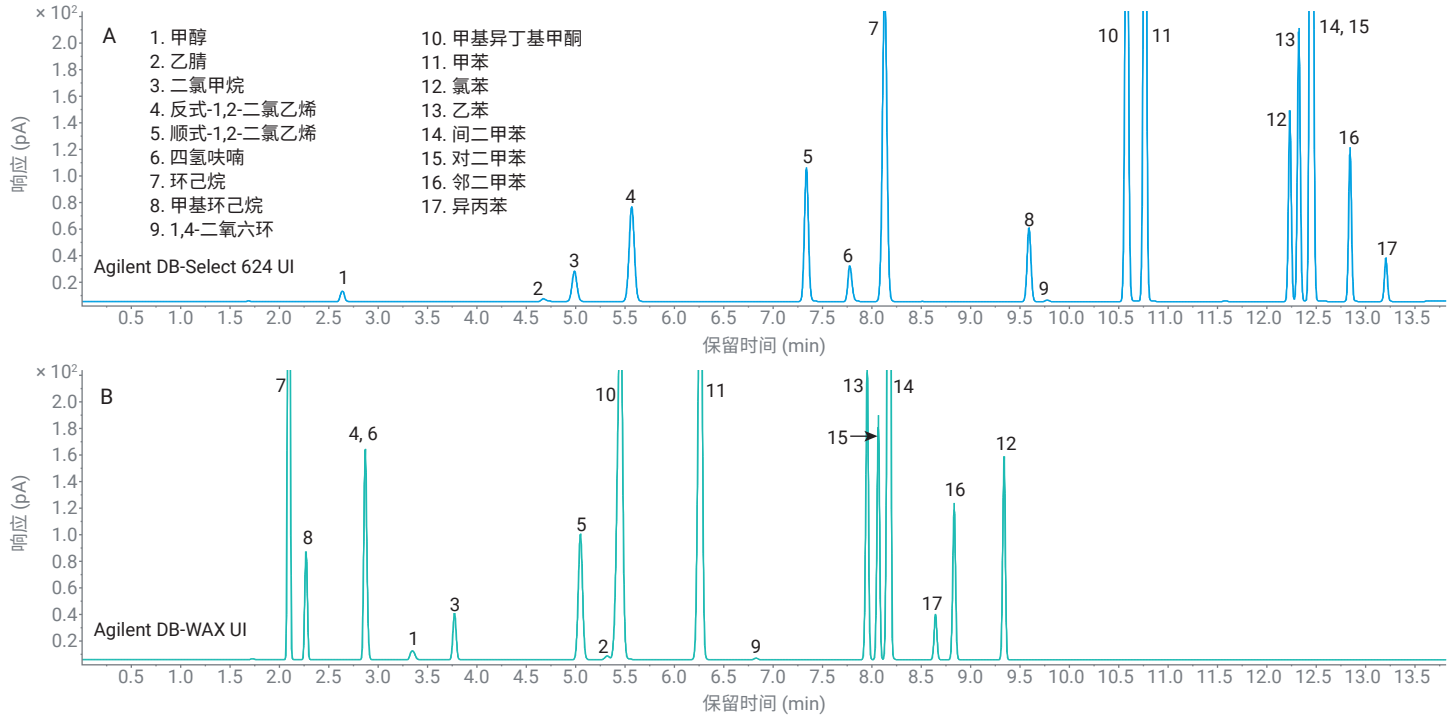


图 5. 以氮气为载气时，2A 类标准溶液通过 Agilent DB-Select 624 UI 色谱柱（流程 A）和 Agilent DB-WAX UI 色谱柱（流程 B）获得的 GC/FID 色谱图

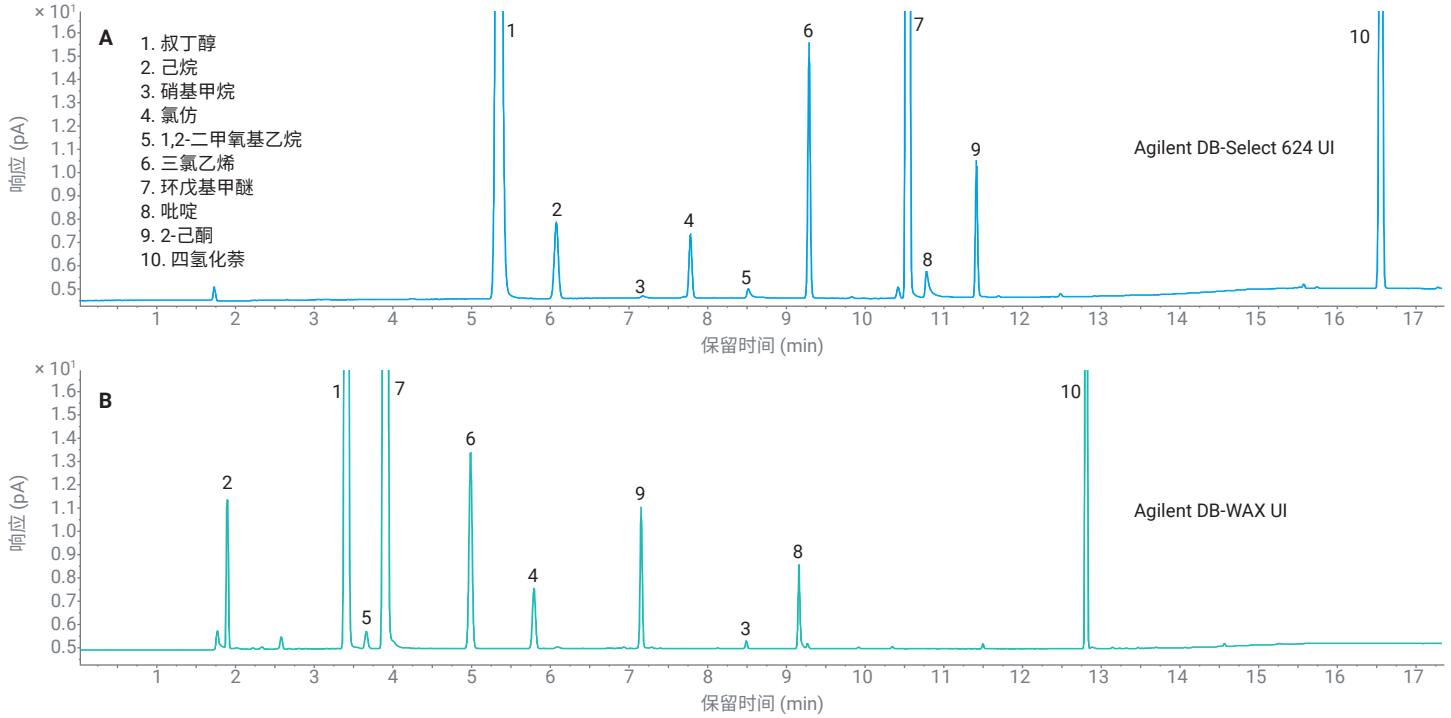


图 6. 以氦气为载气时，2B 类标准溶液通过 Agilent DB-Select 624 UI 色谱柱（流程 A）和 Agilent DB-WAX UI 色谱柱（流程 B）获得的 GC/FID 色谱图

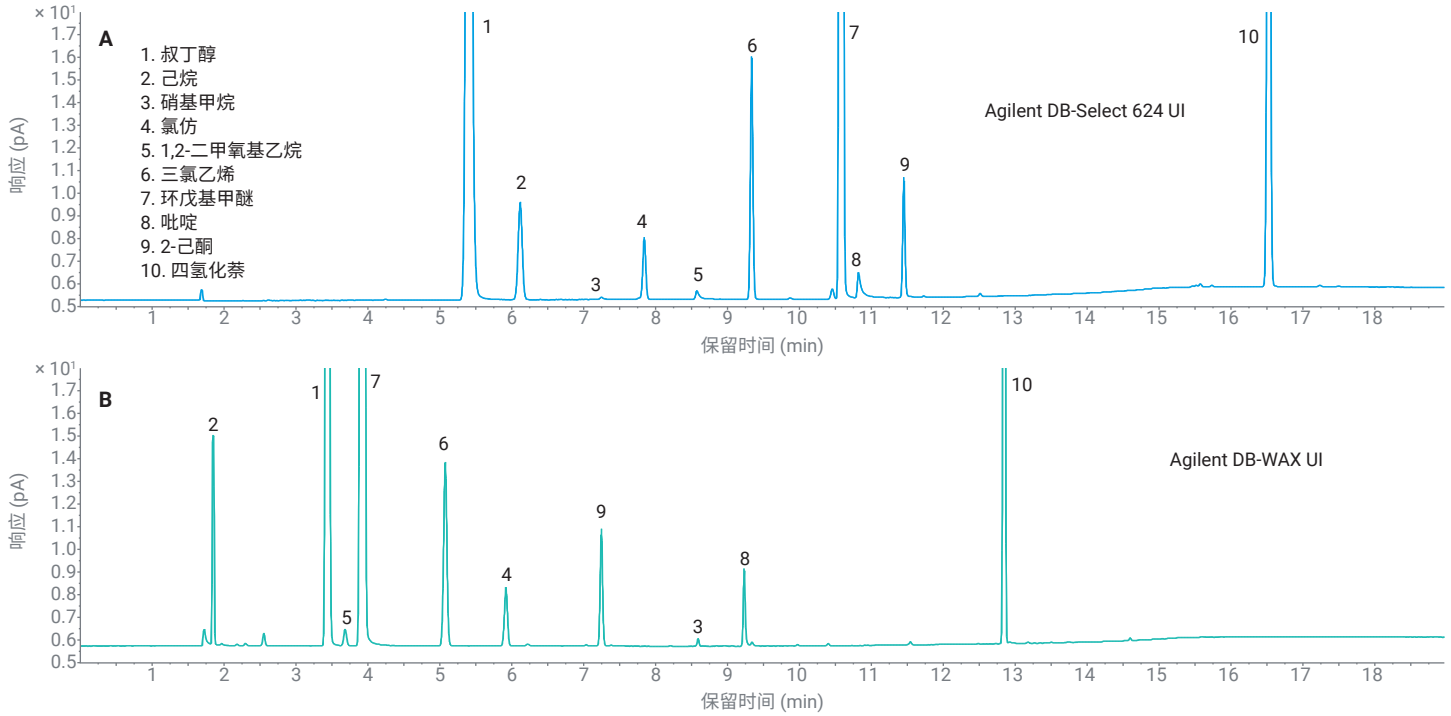


图 7. 以氦气为载气时，2B 类标准溶液通过 Agilent DB-Select 624 UI 色谱柱（流程 A）和 Agilent DB-WAX UI 色谱柱（流程 B）获得的 GC/FID 色谱图

表 3. 以氦气和氮气为载气时，通过 Agilent DB-Select 624 UI 和 Agilent DB-WAX UI 色谱柱获得的 RT 和峰面积重复性 (n = 9)

化合物名称	He 载气				N_2 载气			
	流程 A DB-Select 624 UI		流程 B DB-WAX UI		流程 A DB-Select 624 UI		流程 B DB-WAX UI	
	RT %RSD	峰面积 %RSD	RT %RSD	峰面积 %RSD	RT %RSD	峰面积 %RSD	RT %RSD	峰面积 %RSD
1 类								
1,1-二氯乙烯	0.021	1.275	0.016	1.931	0.034	2.186	0.034	1.714
1,1,1-三氯乙烷	0.005	1.373	0.008	1.409	0.005	2.201	0.012	1.799
四氯化碳	0.016	1.955	与 1,1,1-三氯乙烷共洗脱	与 1,1,1-三氯乙烷共洗脱	0.03	2.825	与 1,1,1-三氯乙烷共洗脱	与 1,1,1-三氯乙烷共洗脱
苯	0.004	1.833	0.013	1.36	0.006	1.828	0.01	2.002
1,2-二氯乙烷	0.003	2.107	0.01	1.768	0.007	2.807	0.009	2.265
2A 类								
甲醇	0.047	2.521	0.04	2.558	0.014	2.629	0.021	2.647
乙腈	0.014	1.406	0.017	1.38	0.003	1.765	0.004	1.797
二氯甲烷	0.007	0.777	0.012	0.765	0.003	0.324	0.004	0.37
反式-1,2-二氯乙烯	0.01	0.845	与四氢呋喃共洗脱	与四氢呋喃共洗脱	0.005	0.53	与四氢呋喃共洗脱	与四氢呋喃共洗脱
顺式-1,2-二氯乙烯	0.004	0.696	0.014	0.719	0.004	0.399	0.003	0.389
四氢呋喃	0.009	0.937	0.009	0.837	0.004	0.485	0.005	0.504
环己烷	0.006	0.882	0.009	0.879	0.007	0.398	0.004	0.399
甲基环己烷	0.003	1.89	0.01	1.868	0.002	0.403	0.003	0.418
1,4-二氧六环	0.006	2.393	0.009	2.002	0.003	2.483	0.007	2.77
甲基异丁基甲酮	0.002	0.704	0.011	0.712	0.003	0.338	0.005	0.332
甲苯	0.003	0.641	0.01	0.636	0.003	0.398	0.005	0.393
氯苯	0.001	0.655	0.073	0.644	0.002	0.406	0.02	0.411
乙苯	0.002	0.643	0.007	0.635	0.002	0.408	0.003	0.404
间二甲苯	0.002	0.645	0.005	0.632	0.003	0.416	0.002	0.409
对二甲苯	与间二甲苯共洗脱	与间二甲苯共洗脱	0.005	0.692	与间二甲苯共洗脱	与间二甲苯共洗脱	0.003	0.436
邻二甲苯	0.002	0.541	0.088	0.522	0.002	0.386	0.024	0.38
异丙苯	0.002	0.788	0.1	0.787	0.003	0.402	0.028	0.42
2B 类								
叔丁醇	0.038	1.025	0.008	1.033	0.078	1.064	0.012	1.051
己烷	0.007	2.59	0.016	2.575	0.011	1.779	0.015	1.57
硝基甲烷	0.026	3.016	0.012	2.598	0.02	2.942	0.017	2.38
氯仿	0.004	1.728	0.008	1.722	0.007	1.833	0.014	1.604
1,2-二甲氧基乙烷	0.008	1.912	0.014	2.256	0.017	2.802	0.018	1.729
三氯乙烯	0.003	2.141	0.008	2.092	0.003	2.076	0.016	2.084
环戊基甲醚	0.003	0.58	0.006	0.581	0.004	0.75	0.012	0.746
吡啶	0.004	1.167	0.048	1.786	0.007	3.291	0.104	2.264
2-己酮	0.002	0.61	0.005	0.643	0.002	0.879	0.009	0.682
四氢化萘	0.003	1.025	0.012	1.03	0.003	1.227	0.024	1.194

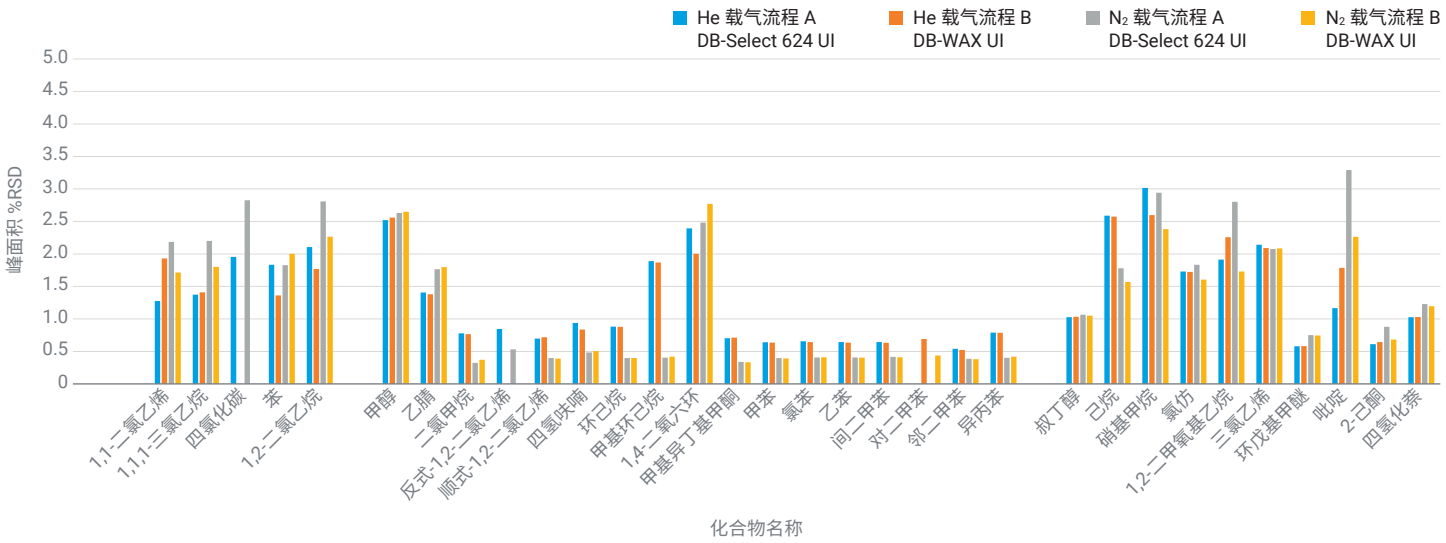


图 8.以氦气和氮气为载气时，所有溶剂通过 Agilent DB-Select 624 UI 和 Agilent DB-WAX UI 色谱柱获得的峰面积 %RSD

单次运行分析混合残留溶剂

在常规制药实验室中，1 类、2A 类和 2B 类残留溶剂通常不会单独进样分析。在大多数实际应用中，目标残留溶剂通常包括 1 类和 2 类化合物。因此，将含有 1 类、2A 类和 2B 类溶剂的标准品合并为由 32 种化合物组成的单一混标。如图 9 和图 10 所示，大多数化合物获得基线分离。然而，少数化合物对发生共洗脱。重要的是，本研究中使用的系统为双柱配置。一些在 DB-Select 624 UI 色谱柱上共洗脱的化合物在 DB-WAX UI 色谱柱上实现完全分离，而在 DB-WAX UI 色谱柱上未分离的组分可以在 DB-Select 624 UI 色谱柱上得到有效分离。这些互补的分离特性清晰地展示了双柱分析的优势，为复杂的残留溶剂混合物中的化合物鉴定提供了改善的分离度和更高的可信度。值得注意的是，在目前的条件下，若干化合物（例如顺式-1,2-二氯乙烯、四氢呋喃和 CPME）在两根色谱柱上均与其他组分共洗脱。在此类情况下，可使用 MSD 以提供额外的定性确认。

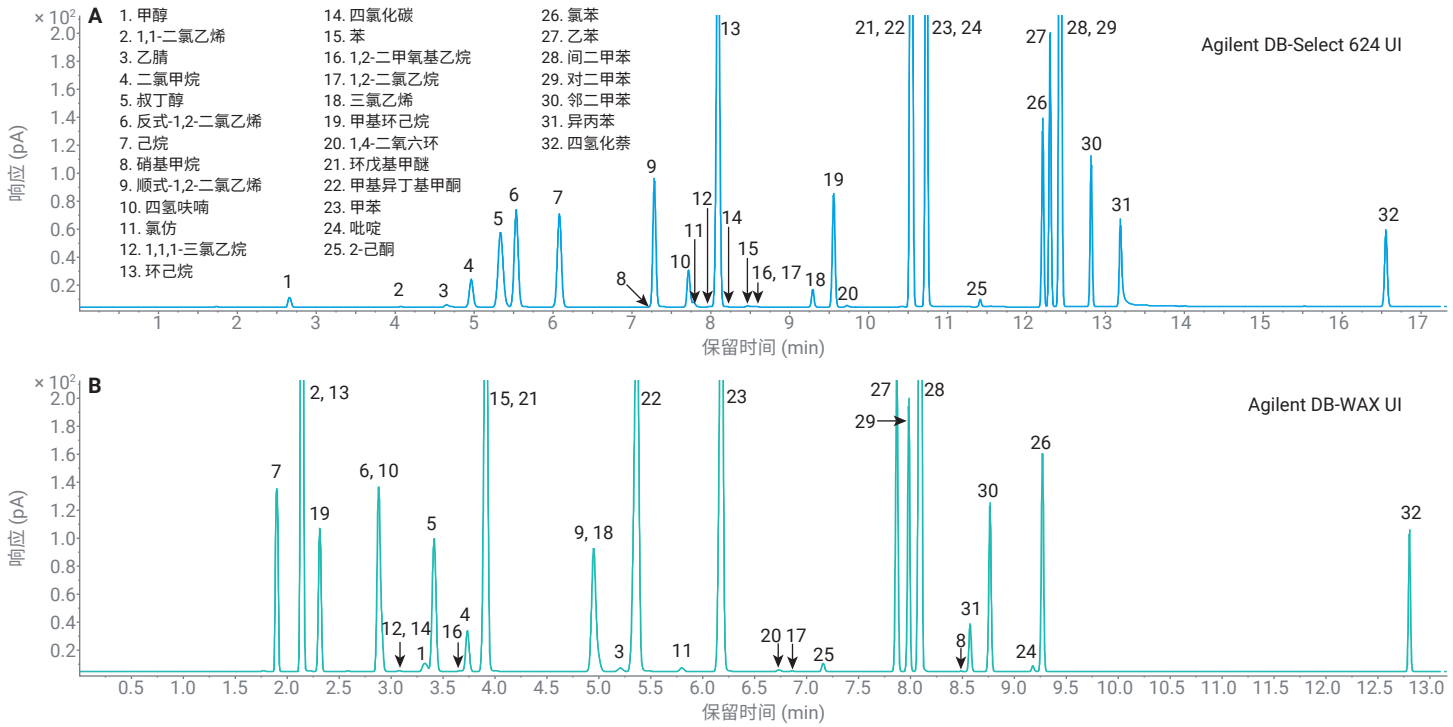


图 9. 以氦气为载气时，1 类、2A 类和 2B 类混合物通过 Agilent DB-Select 624 UI 色谱柱（流程 A）和 Agilent DB-WAX UI 色谱柱（流程 B）获得的 GC/FID 色谱图

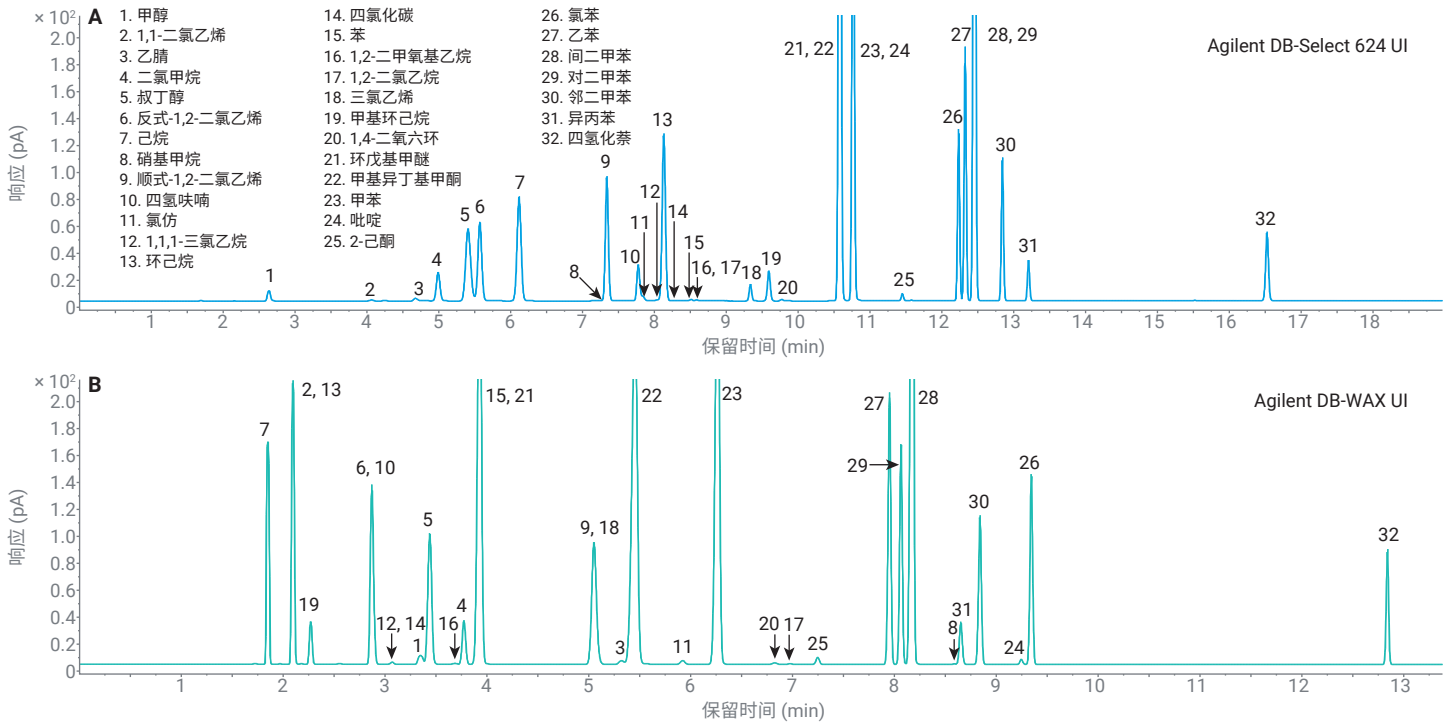


图 10. 以氮气为载气时，1 类、2A 类和 2B 类混合物通过 Agilent DB-Select 624 UI 色谱柱（流程 A）和 Agilent DB-WAX UI 色谱柱（流程 B）获得的 GC/FID 色谱图

GC Assist 用于性能监控和引导式故障排除

在常规制药实验室工作流程中，日常气相色谱操作通常从系统适用性测试开始，该测试在每日分析实际样品之前或在每个分析序列开始时进行，以确认仪器性能是否可接受。这些检查通常包括关键化合物对的分离度、保留时间稳定性、峰面积一致性等。未能满足预定义的系统适用性标准，通常需要根据 GMP 规程进行调查和记录。

尽管本研究中描述的方法遵循 USP <467> 和 ChP 0861 的要求，并采用双柱配置进行化合物鉴定，但许多制药实验室对其产品非常熟悉，且对样品中存在的残留溶剂有清晰的认识。因此，使用单柱的气相色谱配置广泛用于常规残留溶剂分析。

尽管 8890B 气相色谱系统目前还不能对所有系统适用性标准进行全面评估，但它可以支持对单通道配置进行一系列关键性能检查。这些检查包括评估目标峰的保留时间、峰面积、对称性以及关键化合物对的分离度是否在预定义的可接受范围内。如果发现任何参数超出允许的范围，则序列可以被配置为继续运行或中止。评估完成后，将生成一份报告，显示结果为合格或不合格。如果结果不合格，用户可以手动启动内置的自引导故障排除功能。仪器根据峰评估结果识别问题，并不断与用户互动，逐步引导用户完成故障排除过程，从而协助用户完成故障诊断。

整个过程始于采集参考色谱图。在 OpenLab CDS 2.8 版本中，在采集软件界面选择 **GC Plugins**（GC 插件）并启动 **Peak Evaluation Setup**（峰评估设置），该功能提供了引导式的工作流程，如图 11 所示。软件会显示一系列对话框，使用户无需任何专业知识即可逐步进行操作。

如图 11 所示，**Peak Evaluation Setup**（峰评估设置）由三个步骤组成。

- 第一步，通过指定标准溶液的样品瓶位置和相关的采集方法，采集参考色谱图。用户启动后，气相色谱系统执行采集，并将生成的参考色谱图直接存储在气相色谱系统中
- 第二步，用户执行一系列操作，包括对参考色谱图积分、识别和命名目标化合物、保存最终的参考色谱图。然后将参考色谱图应用于采集方法，以确保常规操作中性能评估的一致性
- 第三步，在采集方法中，用户启用峰评估功能并定义性能可接受限值（例如，允许的保留时间偏差为 ±2%，如图 11 中的 “*6. 设定可接受限值*”所示）。定义这些设置后，方法即得以保存，并可用于常规操作中的关键性能评估

配置完成后，该采集方法即可用于关键性能评估。如果所有受监控的性能参数均保持在预定义的可接受限值内，则自动生成 **Pass**（合格）报告。如果一项或多项标准超出指定范围，系统将生成 **Fail**（不合格）结果。在此类情况下，气相色谱触摸屏上会自动出现一个通知窗口，表明峰评估不合格，如图 12 所示。

以下故障排除流程旨在作为一个代表性案例研究。根据遇到的具体问题，触摸屏会显示不同的对话框、消息和建议操作。手动单击警报窗口左下角的 **View Conditions**（查看条件），可以访问更多详细信息。如图 12 中的截图 “*2. 开始故障排除*” 所示，结果不合格是由于保留时间超出了允许的范围。当用户选择 **Troubleshoot**（故障排除）时，下一个对话框表明气相色谱系统已将当前问题识别为 **No Peaks**（未出峰）。然后用户可以单击 **Next**（下一步），然后气相色谱系统会询问是否要继续进行故障排除，以确定当前流路中缺失峰的原因。然后触摸屏依次显示方法参数，供用户验证是否正确。如果用户确认参数正确，只需单击 **Next**（下一步）继续。方法经过验证后，气相色谱系统会询问是否怀疑存在系统泄漏，逐步引导用户完成故障排除过程。

如果怀疑存在与色谱柱相关的问题并且用户需要切割或重新安装色谱柱，Agilent 8890B 气相色谱系统将启动一个内置的冷却程序来给进样口和柱温箱降温，以确保安全操作。在随后的引导式程序中，系统会清楚地告知用户安装色谱柱所需的具体工具，并在触摸屏上直接提供分步说明。触摸屏上还会显示色谱柱安装指导视频，用户可以全屏观看，也可以根据需要暂停，以便于在仪器旁执行任务时跟随安装步骤进行操作。

此外，8890B 气相色谱系统的柱温箱内配备有柱温箱灯，且亮度可调，以满足用户的偏好。这一增强的照明显著改善了色谱柱安装过程中的可见性，使用户能够清楚地看到连接点和色谱柱位置。色谱柱安装完毕后，气相色谱系统会自动进行进样口泄漏测试，以确认无泄漏。

在此过程中，系统提供分步指导，使用户能够系统地找出并解决问题。这一集成式工作流程展示了 Agilent 8890B 智能气相色谱系统如何简化日常工作和故障排除，即使在常规制药实验室环境中也能实现高效、合规的运营。

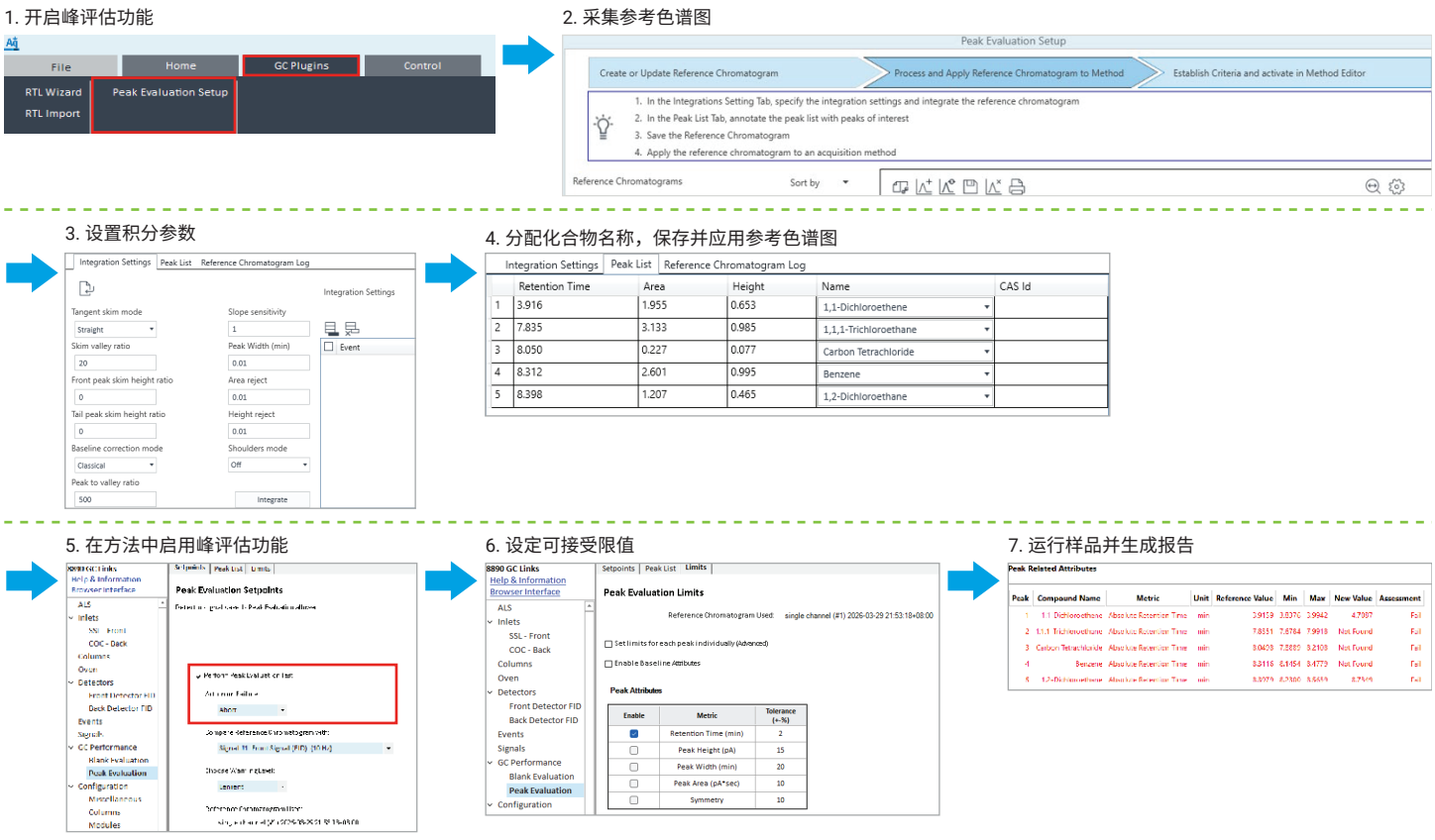
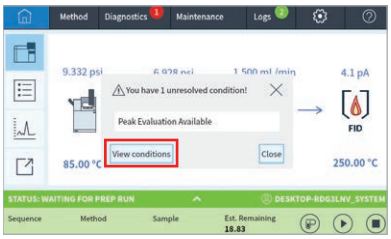
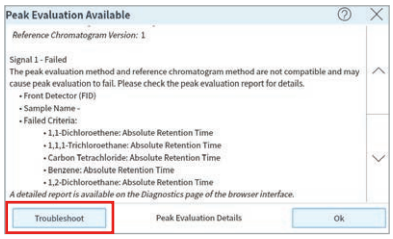


图 11. 峰评估工作流程中的代表性步骤

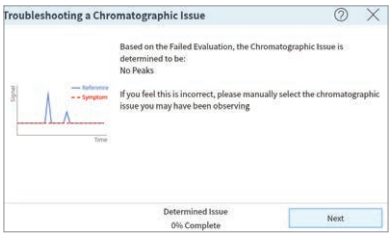
1. 评估峰异常故障



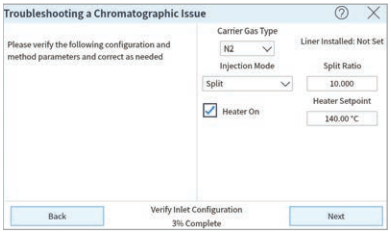
2. 开始故障排除



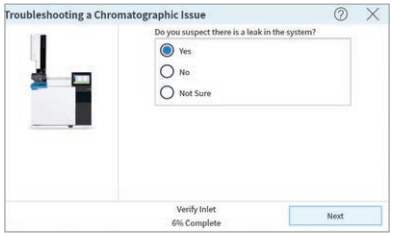
3. 判定故障原因



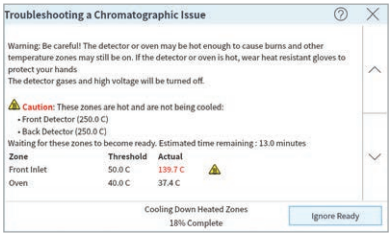
4. 检查方法参数



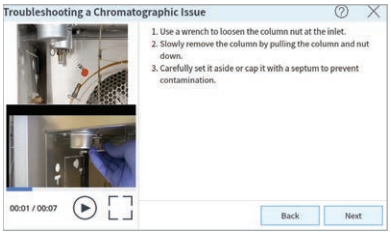
5. 怀疑系统泄漏



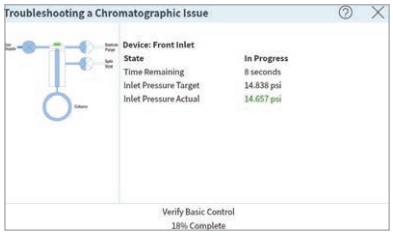
6. 自动冷却



7. 色谱柱安装视频



8. 自动进行进样口泄漏测试



9. 结束故障排查

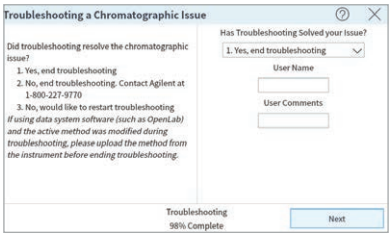


图 12. 引导式故障排除工作流程中的代表性步骤

结论

本应用简报展示了一种统一的顶空 GC/FID 工作流程，适用于残留溶剂分析，符合 2025 年版《美国药典》(USP) <467> 和《中国药典》（ChP 2025，通则 0861）的要求。通过在单个进样口上采用双柱、双 FID 配置，可同时进行筛选和确认分析，与传统的单柱分别分析相比，显著缩短总分析时间，同时保持正交分离选择性。

集成的 Agilent 8697 顶空进样器和 8890B 气相色谱平台在使用氦气和氮气载气时均可提供一致的色谱性能，在保障数据质量的前提下支持灵活的实验室运营。除分析性能以外，8890B 气相色谱系统的智能功能还提升了操作可靠性并简化了日常使用。内置的 GC Assist 功能通过与用户持续交互，采用向导式引导流程，逐步带领用户完成故障排查过程，从而实现高效、准确的故障诊断。这些功能相结合，为符合最新 USP <467> 和 ChP 0861 要求的残留溶剂检测提供了一种合规、省时、用户友好的解决方案。

参考文献

1. USP-NF<467>Residual Solvents. United States Pharmacopeia and National Formulary, **2025**
2. 中国药典通则 0861：残留溶剂，**2025**
3. International Council for Harmonisation (ICH) Q3C: Impurities—Residual Solvents

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

DE-014959

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 5 月 22 日，中国出版
5994-9212ZHCN

Agilent

Trusted Answers