

# 使用集成 Agilent 8697 顶空进样器 在 8890 气相色谱-双 FID 系统上进行 血醇分析

## 作者

Abbey Fausett  
安捷伦科技有限公司

## 摘要

驾驶机动车的合法血醇浓度 (BAC) 限值在全球范围内各不相同，许多国家/地区将酒驾浓度设定为 0.05% 或 0.08%。对连接 Agilent 8890 气相色谱仪的 Agilent 8697 顶空进样器的统计评估结果显示，乙醇在 0.02%–0.4% 范围内线性良好。该仪器具有双色谱柱、双 FID 配置和 0.05% 浓度下的样品瓶间重现性，混合物中大多数醇类和羰基化合物的 RSD 小于 2%。

## 前言

采用气相色谱分析 BAC 是法律、法医和诊断领域中的成熟检测方法。血液是一种含有大量非挥发性物质的极其复杂的混合物。这对传统气相色谱方法中的全血样品直接进样提出了巨大挑战。饮酒或醉酒后产生的低分子量醇类和/或醇类代谢物的挥发性比血液基质的其余组分高得多，这为顶空进样创造了机会。

采用进样器来提取样品的挥发性物质，最大程度减少了大量样品前处理和人为误差带来的不便。8697 顶空进样器以成熟的阀和定量环技术为基础，增加了改进的气路控制、与气相色谱驱动程序的完全集成，以及几项用户改进。改进包括分步诊断（可通过浏览器用户界面或触摸屏交互）、指示灯（用于确认样品盘是否放置正确）和更坚固的传输线。参数区域的相似性使现有 7697A 顶空参数可以无缝迁移<sup>[1,2,3]</sup>。

## 实验部分

采用配备分流/不分流进样口和双火焰离子化检测器 (FID) 的 Agilent 8890 气相色谱仪，由 Agilent 8697 顶空进样器接收样品。更多系统详细信息如图 1 所示，检测中使用的分析标准品和消耗品见表 1。

方法条件如表 2 所列。配制含 0.1% (v/v) 叔丁醇的 1 L 水（由 Millipore 分装）溶液，用作内标和溶剂。用于检测的顶空样品瓶中的样品体积为 0.5 mL，其中含 50  $\mu$ L 标准品和 450  $\mu$ L 叔丁醇水溶液。

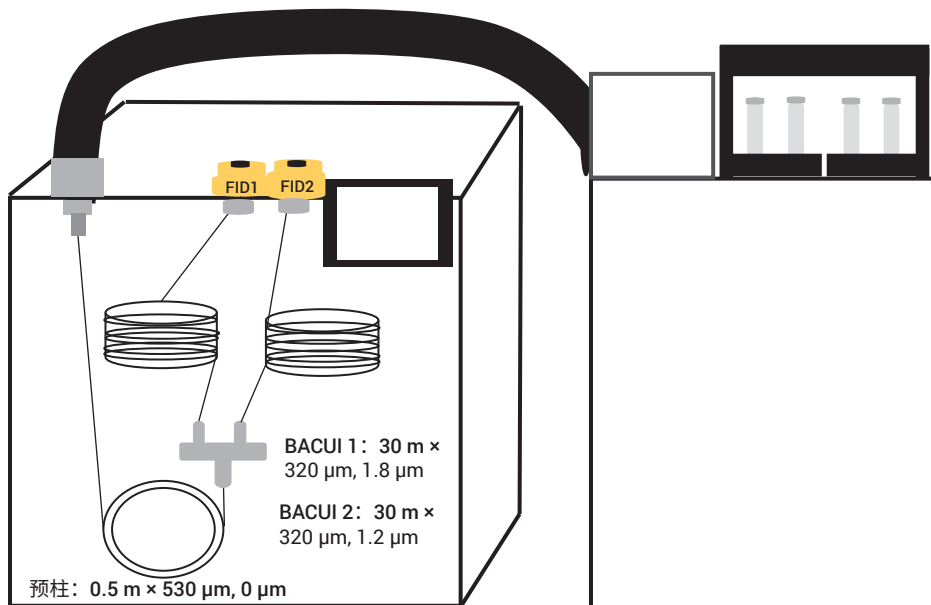


图 1. 检测中使用的顶空/气相色谱系统配置详细信息

表 1. 检测所用的仪器消耗品和标准品

消耗品		标准品		供应商	检测
20 mL 样品瓶和钳口盖	部件号 5190-2286	BAC 分离度测试混标	5190-9765	安捷伦	分离度
气相色谱衬管（内径 2 mm）	部件号 5190-6168	乙醇校准	G3440-85035	安捷伦	线性
传输管（去活熔融石英）	内径 0.53 mm	叔丁醇，> 99%	24127	Millipore/Sigma	
色谱柱		定制溶剂	定制	Restek	重现性
预柱：0.5 m × 0.53 mm × 0 μm	部件号 160-2535-10				
色谱柱 1：Agilent J&W DB-BAC1 UI (30 m × 0.32 mm × 1.8 μm)	部件号 123-9334UI				
色谱柱 2：Agilent J&W DB-BAC2 UI (30 m × 0.32 mm × 1.2 μm)	部件号 123-9434UI				

表 2. 检测中使用的顶空和气相色谱条件

8697 顶空条件	
柱温箱温度	70 °C
定量环温度	80 °C
传输线温度	90 °C
样品瓶平衡时间	7 min
进样时间	1 min
样品瓶规格	20 mL
样品瓶填充模式	默认
填充压力	15 psi
加压气体	氮气
定量环填充模式	定制
定量环最终压力	1.5 psi
定量环平衡时间	0.05
样品环体积	1 mL
8890 气相色谱仪条件	
进样口温度	150 °C
分流比	10:1
模式	恒压
进样口压力	21 psi (氮气)
柱温箱	40 °C 恒温 5 分钟
FID 温度 (两个)	250 °C
空气流速	400 mL/min
氢气流速	30 mL/min
尾吹气流速 (N <sub>2</sub> )	25 mL/min

## 结果与讨论

通过 3 项检测评估 8697 顶空进样器的性能：乙醇线性、样品瓶间重现性和 BAC 混标的分离度。

### 乙醇线性

使用 0.02–0.4 mg/dL 间的 6 个数据点创建校准曲线。校准测试的单个图如图 2 所示。使用叔丁醇内标，并在无需加重的情况下比较相对比，来生成曲线回归。进行几次平行乙醇线性检测，所有 R<sup>2</sup> 值在该范围内均超过 0.9995。

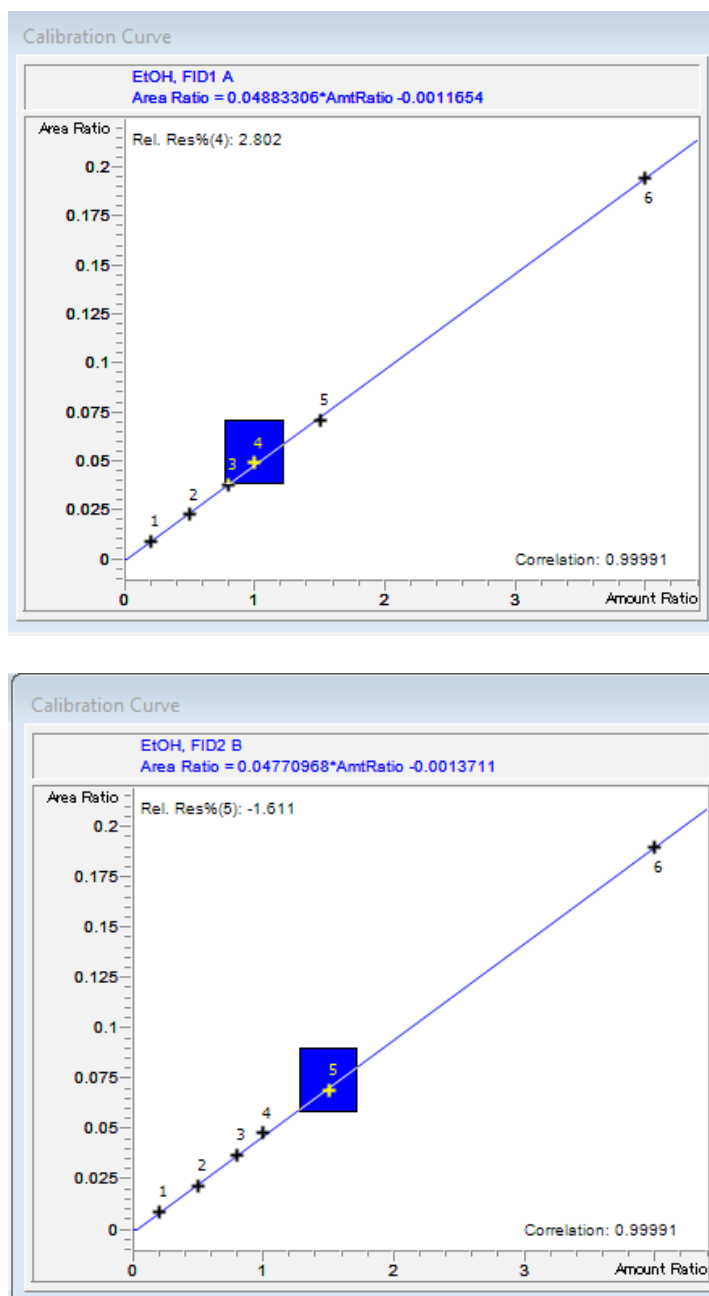


图 2. 0.02–0.4 mg/dL 范围内两个 FIDs 获得的乙醇校准曲线

## 重现性

将多组分溶液加入水/内标中，在每个顶空样品瓶中配制浓度为 0.05 mg/dL 的溶液，进行重现性研究。表 3 详述了 12 次连续进样中各化合物相对叔丁醇内标的保留时间和重现性。

## 分离度

在这些条件下，使用 Agilent J&W DB-BAC1 和 DB-BAC2 UI 的色谱柱确认可提供出色的分离度。根据单个化合物列表和分离度要求，可加快或减慢流速。两根色谱柱获得的色谱图见图 3，保留时间和分离度数据见表 4。

表 3. BAC 混标的样品瓶间重现性

化合物	FID 1		FID 2	
	RT	RRF	RT	RRF
甲醇	0.03%	2.06%	0.03%	1.72%
乙醛	0.04%	2.09%	0.00%	2.11%
乙醇	0.00%	2.16%	0.02%	1.69%
异丙醇	0.02%	1.49%	0.03%	1.34%
丙酮	0.02%	0.74%	0.00%	1.01%
1-丙醇	0.04%	1.90%	0.02%	1.61%
2-丁酮	0.04%	2.74%	0.02%	2.68%

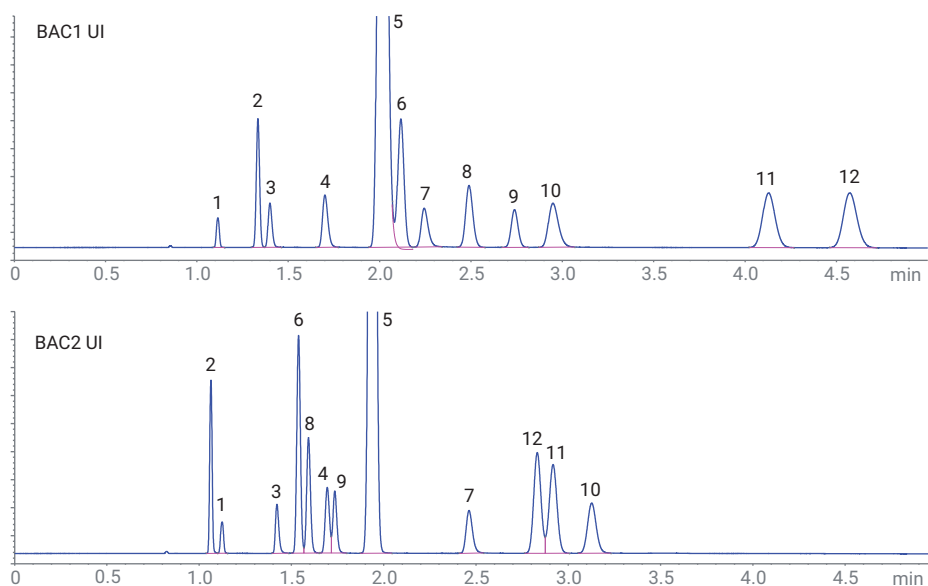


图 3. 安捷伦 BAC 分离度混标在 Agilent J&W DB-BAC1 UI 和 DB-BAC2 UI 色谱柱上获得的 FID 色谱图

表 4. BAC1 UI 和 BAC2 UI 色谱柱的峰归属、保留时间和分离度 (USP) 计算值

峰号	化合物名称	RT BAC1 UI (min)	Rs BAC1 UI	RT BAC2 UI (min)	Rs BAC2 UI
1	甲醇	1.071		1.081	2.7
2	乙醛	1.284	7.9	1.022	
3	乙醇	1.348	2.0	1.371	11.5
4	异丙醇	1.644	7.2	1.640	3.1
5	叔丁醇	1.953	5.2	1.881	5.3
6	丙醛	2.048	1.3*	1.485	4.1
7	正丙醇	2.175	2.0*	2.388	10.6
8	丙酮	2.412	3.8	1.538	1.8
9	乙腈	2.65	3.9	1.674	1.1
10	2-丁醇	2.867	3.0	3.043	3.3
11	乙酸乙酯	4.027	12.4	2.84	1.6
12	2-丁酮	4.456	4.1	2.753	7.1

表中的分离度值为目标峰与紧邻目标前化合物峰的相对值。丙醛和正丙醇的分离度值手动计算得出。为在乙醇校准和分离度混标之间保持一致的叔丁醇（内标）响应，在积分参数中应用了拖尾峰撇去。这项修改禁用了 USP 分离度计算要求的切线峰宽的自动计算（图 4）。两根色谱柱的洗脱顺序不完全相同，色谱柱 1 上分离度较低的化合物在色谱柱 2 上能得到更好的分离，有效证明了这一确认分析的互补性。也可使用正丙醇作为内标。

峰宽和峰对称性等峰属性可成为系统和消耗品运行状况的有用指标。8890 和 Intuvo 9000 气相色谱系统提供了一项名为“峰评估”<sup>[4]</sup>的功能，可用于监测应用程序的重要功能，及时通知用户存在的微小差异，避免分析效率有任何降低。只需简单的固件升级，现有认证气相色谱主机的用户即可使用。

$$R = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{W_1 + W_2}$$

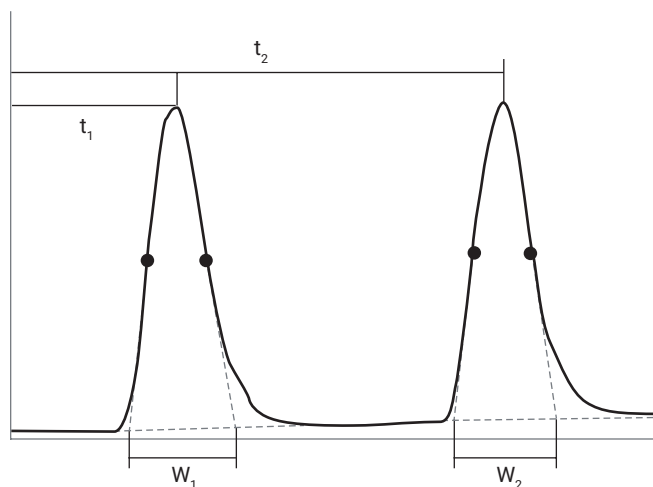


图 4. 由 Agilent OpenLab ChemStation 版（版本 C.1.10）测定的分离度的 USP 计算值

## 结论

Agilent 8697 顶空进样器具有简单的方法转移以及与 Agilent 7697A 进样器相当的性能。8697 实现了气相色谱智能功能在完全集成的驱动程序中的扩展，改进的用户引导式诊断，以及引导用户完成维护、运行和故障排除以提高效率的触手可及的资源。

## 参考文献

1. 使用 Agilent Intuvo 9000 气相色谱系统进行血醇浓度分析，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-8999ZHNCN，2020

2. Abercrombie, V. 使用 Agilent J&W DB-BAC1 超高惰性色谱柱和 DB-BAC2 超高惰性色谱柱改善血醇浓度测定的分离度和峰形，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-8206CHCN，2017
3. Wieder, L.; Pan, J.; Veeneman, R. 血醇浓度的法医学分析，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5994-0443ZHNCN，2019
4. 安捷伦科技公司：气相色谱智能功能。  
<https://www.agilent.com/en/product/gas-chromatography/gc-intelligence> (2021 年 2 月 16 日访问)

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)

用于司法鉴定。

RA44246.726412037

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，2021  
2021 年 3 月 8 日，中国出版  
5994-3126ZHNCN

 **Agilent**  
Trusted Answers