

Application News

01-00005-CN

通过使用自动进样器自动进样内标物 提高分析工作效率

辻畑仁美、东结衣

用户体验优点

- ◆ 减少繁琐的样品制备工作，提高分析工作效率。
- ◆ 多层进样分析的自动进样器的推荐设置是预设的，任何人都可以轻松设置进样条件。
- ◆ 通过使用自动进样器进行自动进样，可以零差错地添加内标物。

前言

内标法是 GC 的定量方法之一，可以校正仪器的灵敏度波动和进样量误差，因此得到广泛使用。但是，需要对所有样品精确添加内标物 (IS)，与标准曲线法 (外标法) 相比，样品制备的工作量增加。

本文中使用的自动进样器 AOC-30i 的 SamplerNavigator 功能中的多层进样功能，分析常用的醇、酮、酯、醚和芳烃类，确认了标准曲线的线性和面积比重复性。

Sampler Navigator 功能

AOC-30i 的多层进样功能是注射器按照 IS → 分析样品的顺序吸入后，同时注入进样口 (图 1)。选择 Sampler Navigator 功能的多层进样时，可一键设置 IS 自动进样的推荐条件。

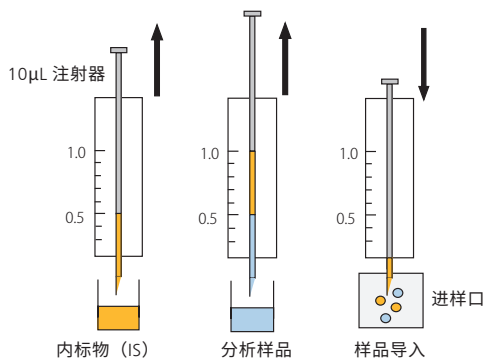


图 1 IS 及分析样品的吸入和进样流程

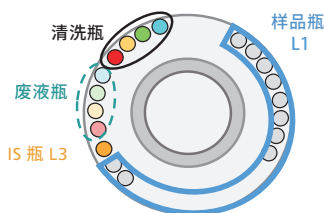


图 2 AOC-30i 的转盘

混合样品的制备

本实验中混合样品的成分及 IS 如表 1 所示。使用各自溶剂稀释，制备 20 ppm、200 ppm、1000 ppm、2000 ppm 的混合样品。

另外，Mixture 1 及 2 的 IS 溶液使用各自溶剂进行稀释，制备为 1000 ppm。Mixture 3 使用 1000 ppm 的标准溶液。

表 1 混合样品的成分、IS 及溶剂

	混合物 1 (醇类)	混合物 2 (酮、酯、醚类)	混合物 3 (芳烃类)
	甲醇	THF	苯
	2-丙醇	乙酸乙酯	甲苯
分析样品	乙醇	MIBK	邻二甲苯
	正丙醇	MBK	乙苯
	异丁醇	-	四氢萘
IS	2-丁醇	MEK	p-BFB
溶剂	丙酮	丙酮	甲醇

p-BFB: p- 溴氟苯 - 氟苯混合物标液
(各 1 mg/ml 甲醇溶液)

多层进样分析条件

使用 Nexis GC-2030 + AOC-30i，按照表 2 的条件分析了各种混合样品。混合样品放置在图 2 的 L1 中，IS 溶液放置在 L3 中。

表 2 分析条件

型号	: Nexis GC-2030 / AOC-30i
进样器模式	: Sampler Navigator - 多层进样 (IS 5%, 分析样品 0.5 µL) *
注射器	: AOC 用 10µL 注射器 (P/N 221-34618)
进样量	: 0.5 µL (IS) + 0.5 µL (混合样品)
进样口温度	: 200°C
进样模式	: 分流
分流比	: 1:30 (混合物 1, 3) 1:50 (混合物 2)
载气	: He
载气控制模式	: 恒线速度 (35 cm/sec)
色谱柱	: SH-Stabilwax (P/N 227-36252-02) (60 m × 0.32 mm I.D., 1.0 µm)
柱温程序	
混合物 1	: 70°C (5 min) - 5°C/min - 80°C - 15°C/min - 140°C (5 min)
混合物 2	: 60°C (5 min) - 10°C/min - 80°C - 40°C/min - 140°C (5 min)
混合物 3	: 90°C - 20°C/min - 200°C (5 min)
检测器	: 氢火焰离子化检测仪 (FID)
检测器温度	: 250°C
检测器气体	: H ₂ 32 mL/min, 空气 200 mL/min
尾吹气	: N ₂ 24 mL/min

*IS 的进样量可选择注射器容量的 5%、10%。

结果

各混合样品的色谱图如图 3、4、5 所示。此外，200 ppm 时的面积比重复性和标准曲线的 R^2 值如表 3、4、5 所示。

表 3、4、5 的结果证明，本次测定的所有化合物校准曲线 R^2 均 >0.9995 ，线性良好。另外，面积比重复性也取得了良好的结果。

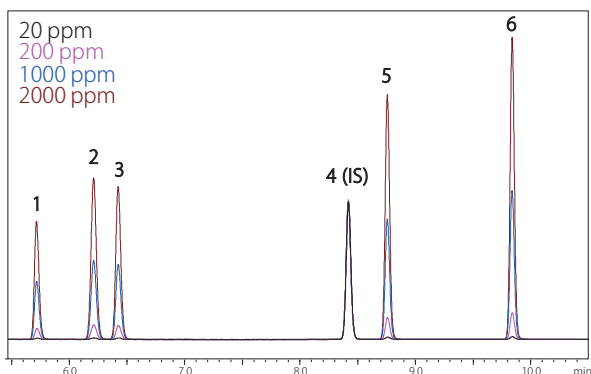


图 3 混合物 1 的色谱图

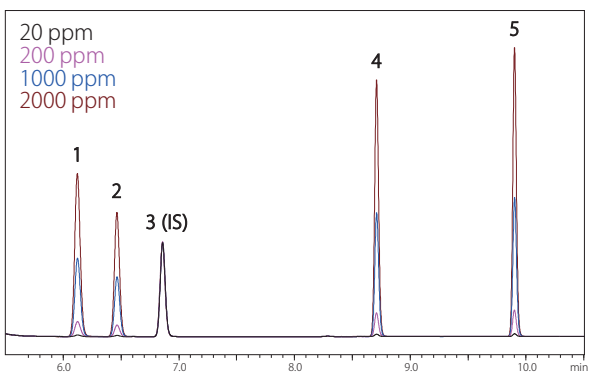


图 4 混合物 2 的色谱图

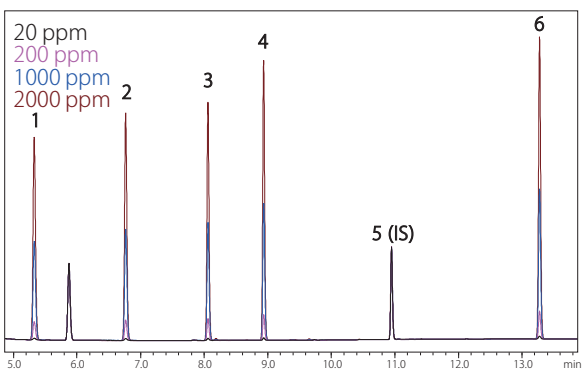


图 5 混合物 3 的色谱图

表 3 混合物 1 中
各种化合物的保留时间、面积比重复性及 R^2 值 (200 ppm, n=6)

序号	分析样品	保留时间 (min)	面积比重复性	R^2
1	甲醇	2.724	1.07	0.9998
2	2-丙醇	6.213	0.77	0.9998
3	乙醇	6.428	0.74	0.9998
4	2-丁醇	8.420	-	-
5	正丙醇	8.759	0.93	0.9998
6	异丁醇	9.839	0.99	0.9998

表 4 混合物 2 中
各种化合物的保留时间、面积比重复性及 R^2 值 (200 ppm, n=6)

序号	分析样品	保留时间 (min)	面积比重复性	R^2
1	THF	6.125	0.49	0.9997
2	乙酸乙酯	6.467	0.32	0.9998
3	MEK	6.857	-	-
4	MiBK	8.710	0.53	0.9997
5	MBK	9.902	0.33	0.9997

表 5 混合物 3 中
各种化合物的保留时间、面积比重复性及 R^2 值 (200 ppm, n=6)

序号	分析样品	保留时间 (min)	面积比重复性	R^2
1	苯	5.328	0.67	0.9996
2	甲苯	6.769	0.63	0.9997
3	邻二甲苯	8.063	0.58	0.9997
4	乙苯	8.760	0.60	0.9997
5	p-BFB	10.951	-	-
6	四氢萘	13.280	0.40	0.9996

总结

使用 AOC-30i 的 Sampler Navigator 功能中的多层进样功能，通过内标法分析了醇、酮、酯、醚和芳烃类。在所有的化合物中，标准曲线的线性和面积比重复性均取得了良好的结果，证明这是实现内标法预处理自动化的有效功能。

其中，多层进样的内标样品的进样量可以选择注射器尺寸的 5%、10%。请用于进样时的 IS 浓度制备。

岛津应用云



Nexis 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

Stabilwax 是 Restek Corporation 在美国及其他国家的商标或注册商标。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2021 年 2 月