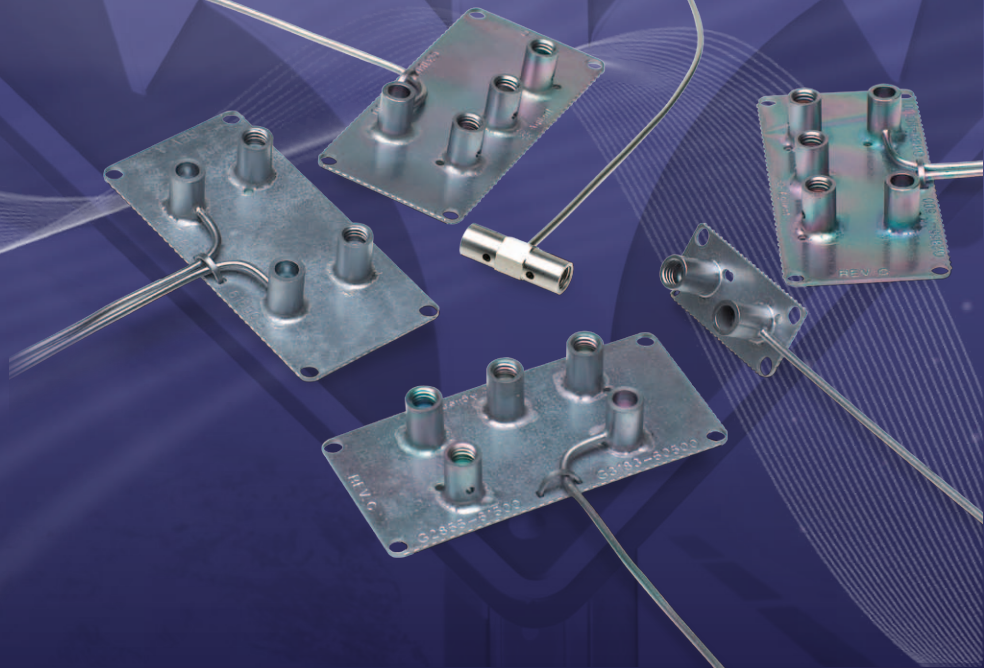


微板流路控制技术：反吹

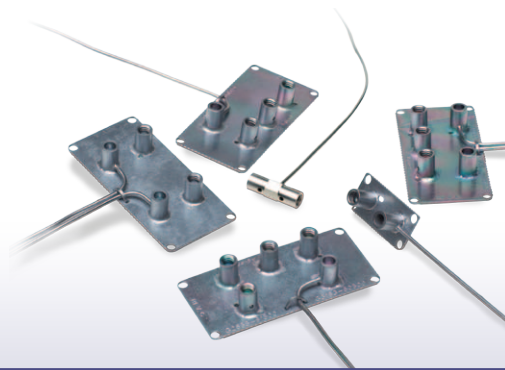
有效缩短运行时间 显著提高实验室通量

The Measure of Confidence



Agilent Technologies

显著缩短分析时间 提高实验室工作效率



许多 GC 和 GC/MS 分析是针对含有高沸点化合物的复杂样品。有些方法可能只需要对色谱图上早先出的峰进行检测和定量。无论哪种方法，分析时间都比必要的时间长，因为在开始下一次运行之前必须将样品基质中的所有组分都洗脱出来，所以。这通常意味着在方法结束时要进行烘烤，而这就大大增加了运行时间。

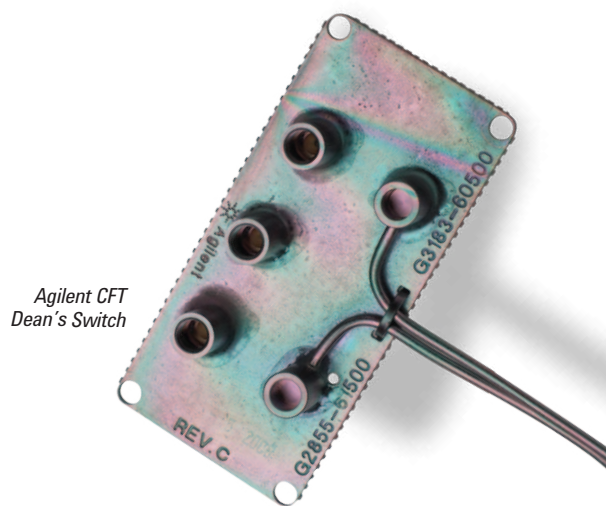
安捷伦的微板流路控制技术模块可以提供更为有效的解决途径。一旦所有目标峰都流出了色谱柱，它们可以实现对色谱柱的反吹。反吹使色谱柱的气流方向反转，因此，柱内滞留的组分就被迫通过进样口流出，这有很多好处，比如：

- » **缩短循环时间。** 较短的分析运行时间和冷却时间导致更快地获得分析结果、更高的实验室通量和工作效率
- » **减少维护。** 除去高沸点组分意味着更少的色谱柱维护和检测器维护，以及更少的重新校准
- » **更低的成本。** 因为色谱柱不再暴露于所需的较高温度下烘烤，也没有高沸点组分的聚集，所以，色谱柱的使用寿命更长
- » **更好的结果。** 色谱柱流失显著减少，鬼峰得以消除

解决了色谱问题

典型的反吹配置采用传统的旋转阀、不锈钢管和接头，这些均有高的热容（因此不能很好地追踪柱箱温度），长期使用很可能泄漏，还能引起峰展宽。安捷伦的微板流路控制技术模块消除了这些色谱问题，同时能够更快更容易地进行反吹。

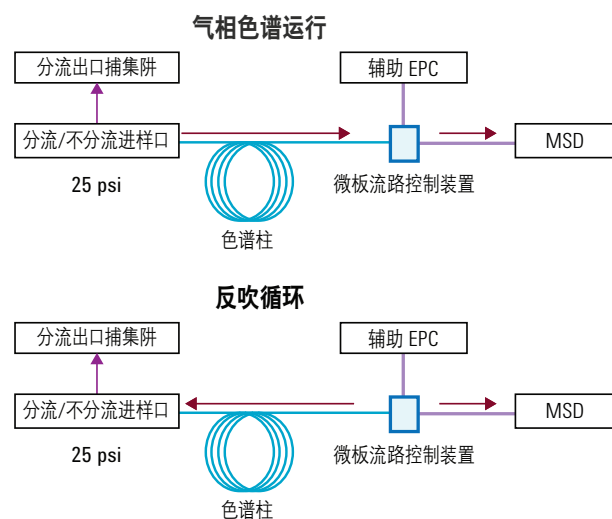
- 低热容允许模块紧密追踪柱箱温度程序
- 小而充分吹扫的死体积消除了峰展宽，可获得更高的分离度
- 金属密封垫和接头消除了泄漏—甚至在多次柱箱温度循环之后—优化了正常工作时间，提高了结果的准确度
- 完全惰性的表面消除了峰拖尾或被分析物损失



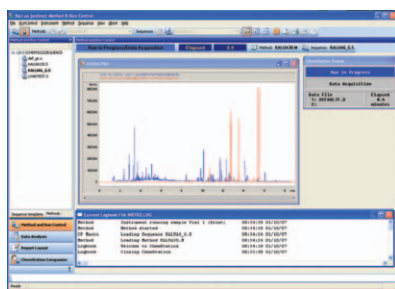
安捷伦微板流路控制技术反吹模块

所有的微板流路控制技术模块都需要使用电子气动控制 (EPC) 模块, 例如, 辅助 EPC (AUX EPC) 或气动控制模块 (PCM), 使色谱柱气流流向正确的色谱柱或检测器。在反吹过程中, 进样口压力会降至 1 或 2 psi, 同时辅助 EPC 或 PCM 的压力增加, 从而使气流反向通过分析色谱柱, 将不需要的基质和残留物从分流出口反吹出去。

适用于反吹的进样口类型 (如 S/SL、MMI、PTV) 具有可更换的分流出口捕集阱, 设计用于处理任何通过进样口的物质 — 包括反吹出去的高沸点化合物。



安捷伦化学工作站软件完全支持由安捷伦微板流路控制技术实现的反吹功能和其它增强工作效率的功能。



缩短循环时间

图 1 显示使用带微板流路控制技术吹扫三通分流器的 Agilent GC/MSD 分析牛奶萃取物的三张总离子流色谱图。最上面的色谱图显示所有的目标化合物均在 42 min 之前流出 (柱箱温度到 280 °C)。然而, 要将高沸点组分流出色谱柱还需要在 320 °C 烘烤 33 min 的时间。这一烘烤时间几乎与流出所有目标化合物的时间一样长。中间的色谱图是再次分析同样的牛奶萃取物的结果, 在 42 min 停止, 让然后加上在 280 °C 反吹 7 min 的后运行。最下面的色谱图显示空白运行结果, 可见, 7 min 的反吹净化色谱柱效果与 33 min 烘烤的结果相当。

这一例子证明了反吹在减短循环时间和减少样品记忆方面的有效性。循环时间减少 30% 以上, 而且色谱柱不必暴露于较高的烘烤温度下。使用反吹使得过多的色谱柱流失和重组分残留不会进入 MSD, 因而减少了对离子源的污染。

采用反吹提高工作效率, 并延长色谱柱寿命

安捷伦应用文摘 5989-6018CHCN

行业:
多种行业

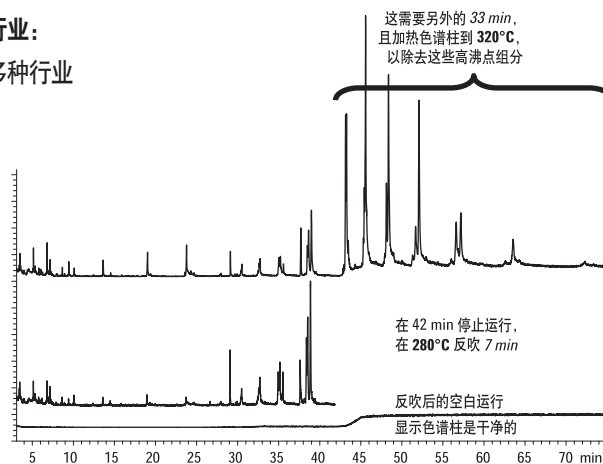


图 1. 反吹减少循环时间

消除样品残留

添加了 Aroclors 或单独 PCB 同系物的鱼油样品经稀释后直接进入带双 ECD 和微板流路控制技术 DeansSwitch 的 Agilent 7890 GC 进行分析, DeansSwitch 还用于反吹迟流出的化合物。在这一应用中, 采用反吹去除了所有保留的鱼油成分, 这些成分累积在色谱柱中可引起残留和保留时间漂移, 甚至一次运行之后就会如此。

图 2 显示 10% 鱼油样品 1 μL 不分流进样所得 GC/FID 色谱图, 色谱柱为 30 m \times 0.18 mm \times 0.18 μm DB-XXL。17.5 min 处的箭头所指为 GC/ECD 方法结束和后运行反吹开始的时间。在此情

况下, 没有反吹, 所以柱箱温度要在 290 $^{\circ}\text{C}$ 保持额外的 25 min。这样的运行又在不进样的情况下重复两次, 但是要在运行结束时把柱箱温度保持在 310 $^{\circ}\text{C}$ 下持续 30 min。可以看到鱼油进样后的残留组分在持续流出, 甚至第二次烘烤之后还有流出。

在图 3 中, 第一次 (上图) 和第六次 (倒图) 进样是添加了 Aroclor 1260 的 10% 鱼油样品。每次运行后反吹色谱柱, 防止了鱼油残留物的聚集。二者比较可见, 没有鱼油累积所引起的保留时间漂移。

鱼油直接进样用 GC-ECD 分析 PCB

安捷伦应用文摘 5989-6095CHCN

行业:

环境、食品、药物、消费产品

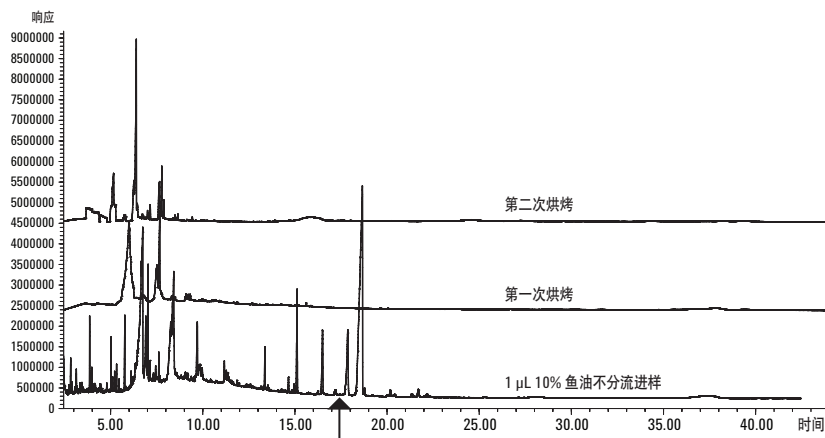


图 2. 即使在多次烘烤运行之后仍然可以观察到残留物

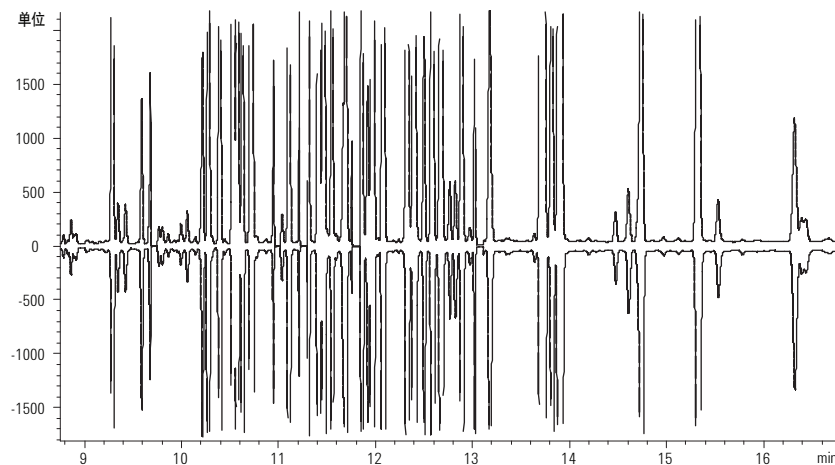


图 3. 反吹防止了鱼油残留物的聚集, 从而消除了样品残留和保留时间的漂移

更快获得优质结果

采用 GC/MS 对提取自复杂基质（如，血液或其它生物液体）的样品进行分析时，离子源部位出现的基质累积可能会产生严重影响，降低检测灵敏度，增加维护需求。此类问题通常会降低实验室的效率。本示例中将通常称为压力控制三通 (PCT) 的吹扫 Ultimate 接头用于柱中配置和运行后反吹模式，去除流出较晚的化合物。

图 4 表明：即使使用了选择性的 PCI 和最“温和”的 CI 试剂气体，样品仍然非常复杂，与其它基质组分相比，分析物的峰仍非常小。最强的峰是较晚流出的生物制剂，此物质会“污染”色谱

柱固定相。去除这些物质需要将柱温箱升温程序扩展至 340 °C 并在该温度下保持 3 min。此程序通过修复色谱柱固定相提高了色谱性能，但将这些组分快速驱入离子源会减弱分析物的响应。然而，在使用 PCT 配置时，可通过反吹将这些组分吹至进样口并吹出分流出口进行清除。

图 5 示出了这方面做出的改进。使用连续 50 m 的色谱柱配置（无 PCT 或反吹），分析物信号持续降低，到第 30 次进样时，信号强度比初始信号降低了 30% 以上。使用 PCT 并进行反吹时，信号维持较好，且可将信号的减弱保持在首次进样响应的 10% 以内。

用于 GC/MS 的微板流路控制技术：使用快速反吹去除基质的简单三通配置进行可靠分析的功效

安捷伦应用简报 5989-9359CHCN

行业：
环境

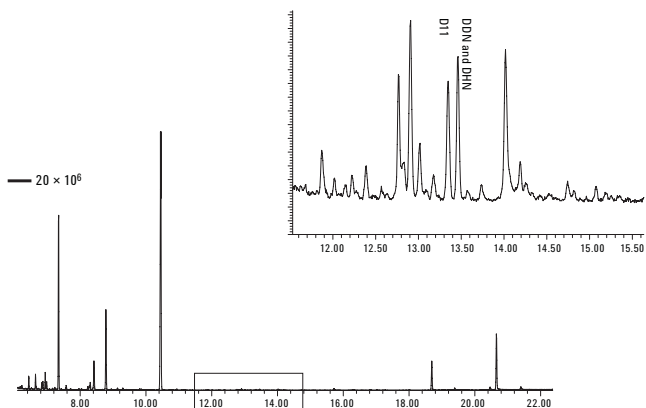


图 2. 典型样品的 PCI-NH3 全扫描采集 RTIC 色谱图。请注意 14 min 处较晚流出组分的强峰

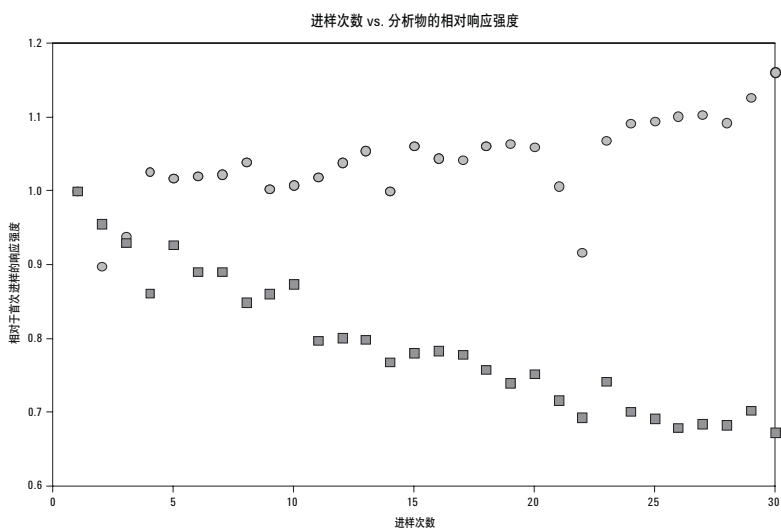


图 3. 使用有反吹功能的 PCT (圆形) 和使用无反吹功能的连续色谱柱 (方形) 时所得的分析物响应强度 vs. 进样次数图

如需了解提高实验室效率的方法，请访问 agilent.com/chem/CapillaryFlowTechnology

反吹过程中保持 MSD 灵敏度

使用微板流路控制技术装置需要利用尾吹气，它在样品气流中引入额外的气流。因为大部分现代 GC 检测器比典型应用所需的灵敏度高，这一小的稀释效应可以忽略，特别是与采用微板流路控制技术所获得的好处相比更是如此。然而，当使用低流速检测器如 MSD 时，必须考虑这个问题。

实现反吹的独特替代方法是在分析柱中间使用微板流路控制装置。换言之，不是使用一根 30 m 的色谱柱，而是使用两根 15 m 的色谱柱，通过一个 Capitalize 吹扫 Ultimate 接头连接起来（见图 6）。辅助 EPC 加入的尾吹气刚好与第一根色谱柱的流速相匹配，因而只有很少的流速增加（稀释），灵敏度减低很少。这一配置的反吹是通过降低第一根色谱柱的流速/压力和增加第

二根色谱柱的流速/压力实现的。这一配置还允许在不放空 MSD 的情况下进行色谱柱维护。另一个好处是可以用于涡轮泵 MSD，也可以用于扩散泵 MSD 系统。

图 7 显示采用压力控制三通配置实现反吹的一个例子。上面的色谱图为六个标准品的色谱图，其中第三个峰被认为是最后流出的目标峰，第四个峰则是迟流出干扰物的第一个峰。中间的色谱图显示 (a) 同样的标准品在 10.1 min 开始反吹，第一根 15 m 色谱柱的流速下降，而 (b) 第二根色谱柱的流速增加。注意，最后一个被分析物是保留的，但迟流出的组分则根本不进入 MSD。下面的色谱图是空白运行，显示没有残留迹象。

用于 GC/MS 的微板流路控制技术：简单的三通配置用于分析低浓度样品，采用快速反吹消除样品基质

安捷伦应用文摘 5989-8664CHCN 和 5989-9359CHCN

行业：

药物检测、环境、食品、刑侦、代谢组学

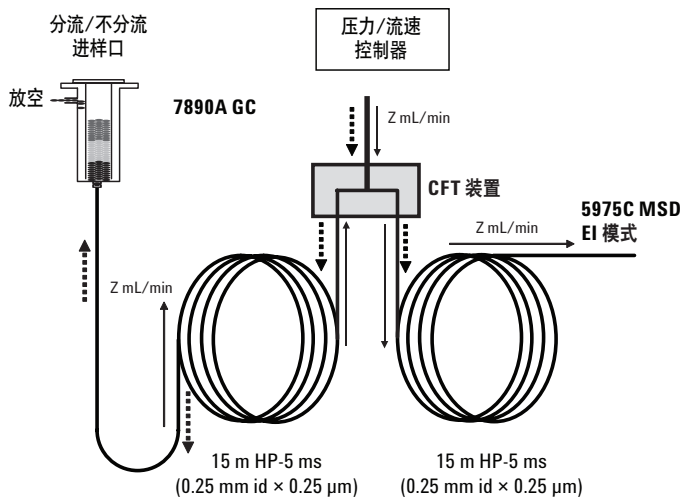


图 6. 用于 GC/MSD 的压力控制三通配置示意图：实线是分析过程中向前的流速，虚线是反吹流速

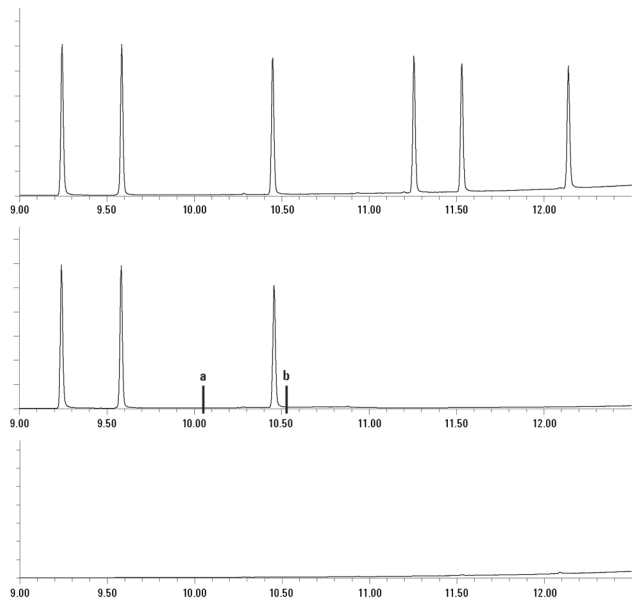


图 7. 采用压力控制三通配置进行反吹

消除鬼峰、残留污染和基线不稳定

由于低挥发性或非挥发性基质组分（如，清洁剂、蜡、油脂等）的存在，导致化妆品中香精的 GC/MS 分析比较困难。在本示例中，将洗发精样品直接进样，并使用微板流路控制技术 QuickSwap 装置对低挥发性组分进行有效反吹。

无反吹功能。图 8 中下方的色谱图显示了洗发精提取物的第六次分析结果，分析在约 8 min 时 (240 °C)、最后一个分析物流出后停止。中间的色谱图（同一时间段）所示为运行六次后的第一次空白运行结果；基线干扰和鬼峰表明样品的残留污染非常明显。当然，还存在有其它一些问题。图中上方的色谱图显示了温度升

至 320 °C 时的第二次空白运行结果，其中可明显看见强保留基质的峰。长期使用后这些污染物会导致色谱柱性能降低，难以检测和定量测定含量很低的样品组分，质谱仪性能会降低，需要更频繁的离子源清洗。

有反吹功能。图 9 是在每次运行后都进行反吹的 10 次连续分析结果的叠加图，图中展示出了出色的保留时间稳定性和峰面积重现性，并且没有明显的残留污染、鬼峰或基线漂移。该方法的另一个好处是使运行时间缩短了 20%，并且柱温箱温度循环时间也有所缩短。

化妆品中可能存在的香精和香料过敏原

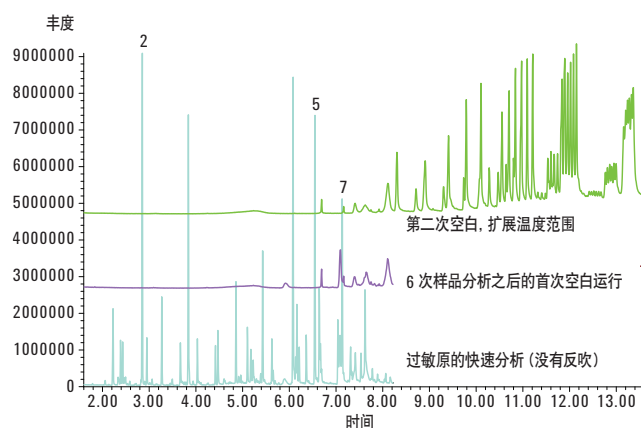


图 8. 在其后的空白运行中，特别是在较高温度下，持续流出高沸点样品组分

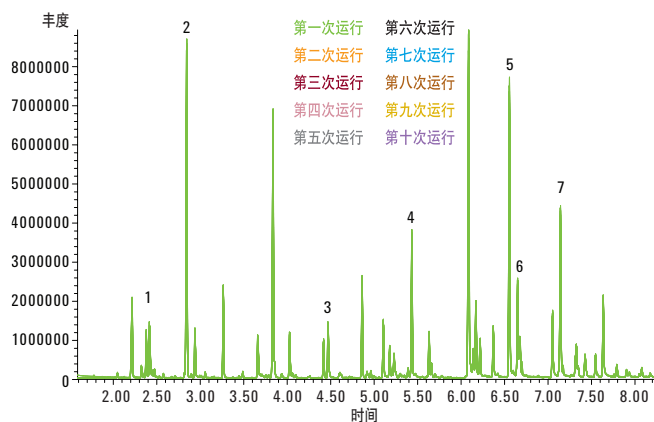


图 9. 十次使用反吹连续分析结果的重叠显示没有因为样品残留或色谱柱流失造成的鬼峰

(配备微板流路控制技术 QuickSwap 模块的安捷伦气质联用系统。请参阅安捷伦应用简报 5989-6460CHCN。)

如需了解提高实验室效率的方法，请访问 agilent.com/chem/CapillaryFlowTechnology

全新的反吹向导软件将帮助您充分发挥反吹功能的作用



使用传统的 GC 或 GC/MS 系统时，进行再次进样前需要在最高柱温箱温度条件下延长分析运行时间，以使不需要的组分流出色谱柱。由于检测器的维护需求增加，该操作会严重限制实验室的效率。

反吹的作用在于，它能让您在单位时间内完成更多的分析、缩短分析循环时间并降低样品前处理的要求。为便于您将反吹装置配备到 GC 或 GC/MS 系统上并顺利运行，我们开发了一套全新的反吹助手软件向导，它可以：

- 引导终端用户规划反吹配置
- 指导配置的步骤
反吹硬件/色谱柱管路连接
- 开发并验证适用反吹的分析方法

在您的 GC 和 GC/MS 系统上轻松设置反吹功能

该反吹向导由两部分组成：一部分在仪器程序中运行，一部分作为数据采集系统的扩展应用运行。反吹向导中“仪器程序”部分的目的是：

- 帮助分析学家确定选用何种反吹技术
- 帮助分析学家对必要的硬件进行设置
- 便于 RTL 方法的迁移
- 帮助对已选择和应用的技术进行反吹时间的设置

数据系统扩展部分是为基于质谱的系统进行时间设置时必需的组件，可以帮助气相色谱用户从数据系统设置反吹时间。

分析人员一直希望能够将反吹功能添加到现有的方法中，因此“反吹向导”软件应运而生。首先需要完成问答程序，它可以帮助您有针对性地建立一个分析模板。然后您就可以确定设置反吹的方法，优化您的系统效率。一系列的问题将帮助您了解最适用的反吹技术。微板流路控制技术 (CFT) 设备的选择以及样品与方法参数的信息将决定应该使用何种技术。

反吹向导让您的实验室效率更加出色

该向导开篇是用于了解分析人员当前所用方法和 CFT 设备的调查，并提供有组装反吹硬件和色谱柱管路的具体步骤（图 10）。在由自动化工具确定反吹的方法和时间后，验证方案可确保最近适用反吹的方法能够正确稳定的运行（图 11）。



Welcome to the Backflush Wizard

setup

Ready to create the backflush method?

Click here to begin

Wizard Step	Progress	Completed
Watch Video	Not Started	---
Take Interview	Not Started	---
Flow Path Identification	Not Started	---
Column Modifications	Not Started	---
Setup Verification	Not Started	---
Select Last Peak of Interest	Not Started	---
Perform a Validation Run	Not Started	---
Perform a Blank Run	Not Started	---

Backflush Utilities

- [Watch Backflush Video \(English Only\)](#)
- [Take Backflush Interview](#)
- [Review Original Method](#)
- Review Backflush-Ready Method
- Review Backflushed Method

This instructional video provides an overview of what backflush is, the different configurations and their benefits, and the capillary flow devices you can use to set up backflush on your instrument.

[Back to process selection](#)

图 10. 反吹向导提供了在任何给定时间的参数界面。这样便可轻松地创建、配置、定义和验证最有效的反吹方法

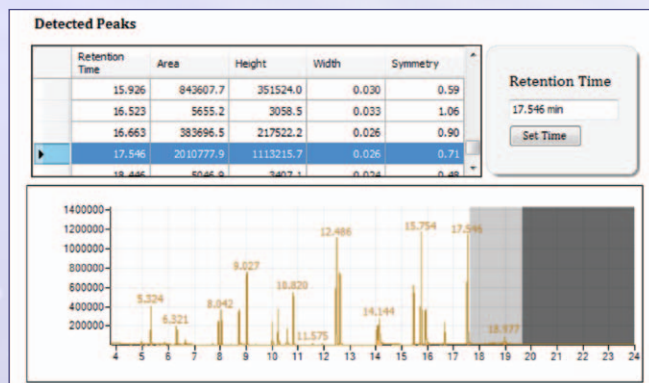


图 11. 根据配置和最后一个感兴趣峰来估算时间



反吹向导可帮助您轻松选择最合适的反吹技术，从而有效缩短运行时间，并可保持气相色谱系统的清洁。

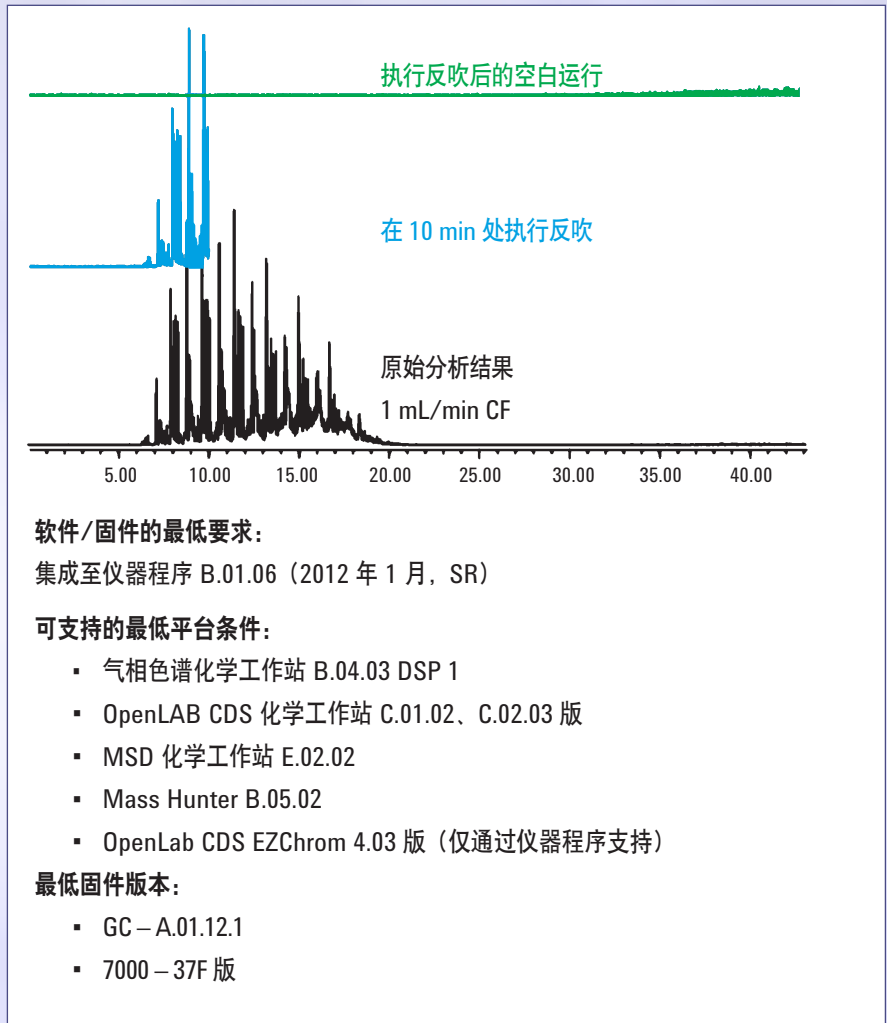


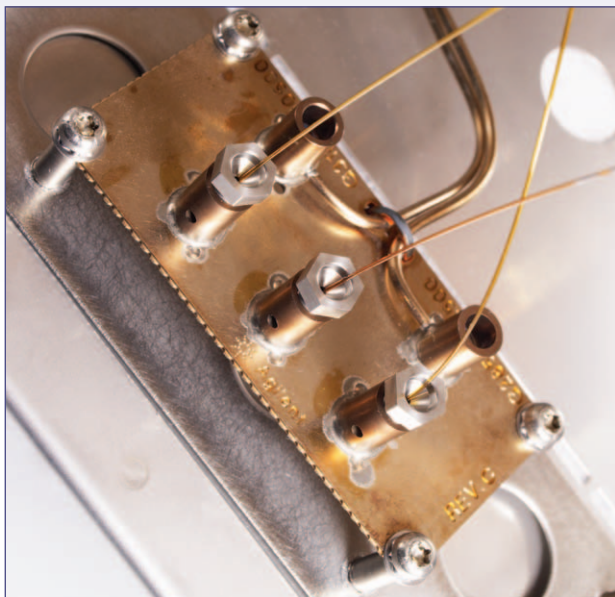
图 12. 缩短运行时间并保持气相色谱系统的清洁

充分利用安捷伦的反吹向导需要注意的事项

以下是使用反吹向导的要求。

- 开始时必须要有一种方法。该方法最好为数据文件且必须能被加载和运行，以生成正确的色谱图
- 色谱图必须有 3 个或多个分离良好的色谱峰
- 气相色谱仪必须为 7890 GC 并且有适宜反吹的进样口
- 保证 CFT 装置的压力源确已安装和配置
- 对于 GC 信号，将正确的信号选为信号 1

要充分发挥安捷伦反吹技术的优势，
您需要：



配备 EPC 的 Agilent 7890 或 6890N GC

微板流路控制技术装置：

- Deans Switch
- (2 通或 3 通) 吹扫分流器
- GCxGC 流路调制器
- 吹扫 Ultimate 接头

气流源 — 辅助 EPC 模块

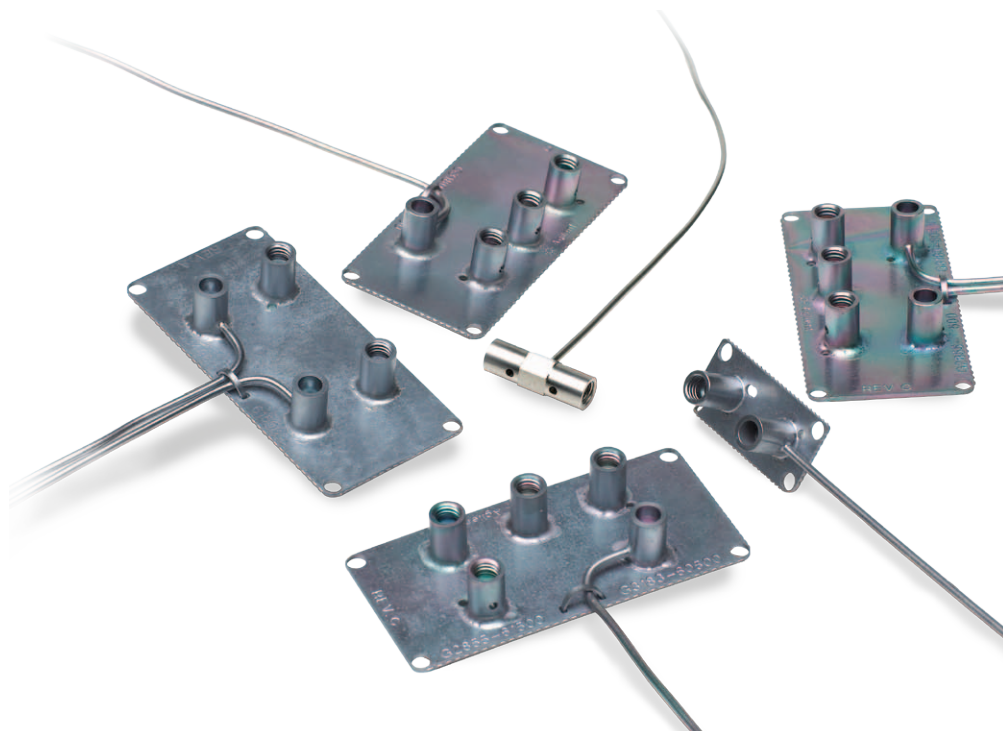
- 建议将辅助 EPC 吹扫调节器套装与辅助 EPC 模块配合使用
- PCM 可代替辅助 EPC 使用，但不推荐在本应用中使用

高温 SiTite 密封垫和接头

脱活的石英管用作检测器限流器（用于 Deans Switch 和分流器）。

CFT 反吹技术培训

安捷伦出版物 5991-1471CHCN



如需了解提高实验室效率的方法，请访问 agilent.com/chem/CapillaryFlowTechnology

来自 GC 和 GC/MS 技术领导者的 总体解决方案系列



当您从安捷伦购买仪器时，您得到的绝不仅仅是可靠性

您还得到：

- 40 多年的色谱专业知识和行业领先技术
- 安捷伦的 J&W GC 色谱柱、校准试剂盒、混合钢瓶和过滤器，这些产品具有行业最严格的技术指标，所以，您知道这些产品将为您提供卓越的精密度、性能和灵敏度
- 应用解决方案让您从样品制备到分析都得心应手。所以，您能获得快速、可靠的结果，经得起严格的检查
- 信息学软件用于管理大量的数据，并保持您的结果的一致性和安全性
- 世界领先的全球化服务和支持 — 通过互联网、电话和人员访问— 可以节省您实验室的时间，优化仪器的使用，提高工作效率

如需了解更多信息

如需了解更多关于安捷伦微板流路控制技术，请访问
agilent.com/chem/CapillaryFlowTechnology

在线购买或查找当地的安捷伦客户中心：

agilent.com/chem/contactus

安捷伦客户服务中心：

免费专线：800-820-3278

400-820-3278（手机用户）

联系我们：

customer-cn@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/quote:cn

本文信息如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司版权所有，2013
2013 年 6 月 10 日中国印刷
5989-9804CHCN



Agilent Technologies