

Labsolution 色谱数据工作站保留指数校正的操作方法

谯应召

(山东化工研究院, 山东 济南 250013)

摘要: 保留指数本质上是规范化的保留时间, 在确定的分析条件下, 与固定相性质相关, 当色谱柱的尺度规格发生变化时, 采用保留指数校正功能自动计算和校准定量方法中目标组分的保留时间。

关键词: 保留指数校正

1 保留指数校正的原理介绍

保留指数本质上是规范化的保留时间——是以正构烷烃保留时间为标尺, 规范待测组分的保留时间。对于一根确定的色谱柱, 在相同的温度和流量操作条件之下, 如果色谱柱的具体尺寸规格发生了一定程度的变化, 并不影响待测目标物质的保留指数的具体数值。

例如在农残分析的场合下, 色谱工作者在一次进样中可能同时需要处理数十至数百个目标组分的分析。当方法运行一段时间之后, 色谱柱需要进行维护。常见的情况下, 色谱柱的长度会被明显截短, 那么目标组分的保留时间会发生显著的变化。

此时如果将所有目标组分的保留时间进行重新校准, 无疑色谱工作者会面临较大的工作量。如果使用保留指数校正功能的话, 只需要重新进样测试一下正构烷烃标准品(前提是方法最初开发时, 事先进样过正构烷烃标品), 修正分析方法即可, 这样可以显著的提高分析效率。

下文以 Labsolution Workstation 为例予以说明。

2 Labsolution 色谱数据工作站的操作步骤

假设某项色谱分析, 色谱柱原始长度为 30m, 进样正构烷烃标品获得数据文件为 alkane-30.gcd; 进样标准样品获得数据文件为 AART-30m.gcd。

当分析进行一段时间之后, 色谱柱经过不断维护后长度变成 24m。此时进样正构烷烃标品, 获得数据文件 alkane-24.gcd; 进样标准样品获得数据文件为 AART-24m.gcd。

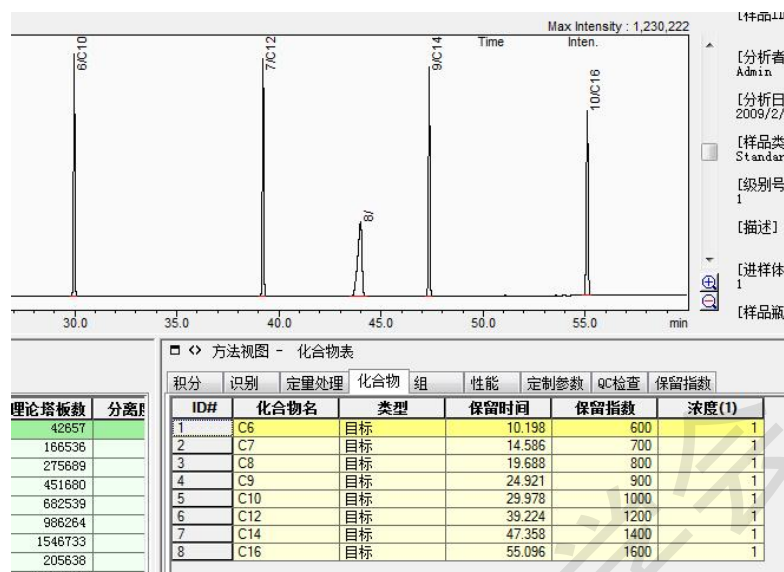
然后基本操作步骤如下:

2.1 输入原始正构烷烃的保留指数

进入 Labsolution 的“再解析”模块, 打开 alkane-30m.gcd 此数据文件, 在“方法”界面下,

编辑化合物表。此时将正构烷烃的化合物名称、保留时间和保留指数输入到表格中。

然后保存此数据。



2.2 标准样品的保留指数计算

打开标准样品数据 AART-30m.gcd，然后单击“方法”界面下的“保留指数”选项卡，单击“从数据文件加载”图标，并选择“alkane-30m”此数据文件。



然后单击“助手栏”中的“向导”图标，依次单击“下一步”，创建完成方法文件，并保存。

此时 Labsolution 色谱柱数据工作站会自动计算出各个目标组分的保留指数。此时保存方法文件为“标样采集方法”。

积分	识别	定量处理	化合物	组	性能	定制参数	QC检查	保留
ID#	化合物名	类型	保留时间	保留指数				
1	MeOH	目标	5.962	503				
2	EtOH	目标	7.397	536				
3	Actn	目标	8.351	558				
4	IPA	目标	8.499	561				
5	AcNt	目标	9.164	576				
6	DCM	目标	9.305	580				
7	MTBE	目标	9.693	588				
8	C6	目标	10.198	600				
9	nPrOH	目标	10.884	616				
10	EtAc	目标	12.166	645				
11	CRF	目标	12.898	662				
12	cycC6	目标	13.361	672				
13	Mecel	目标	14.328	694				
14	nBuOH	目标	15.652	721				
15	Etcel	目标	18.058	768				
16	Tol	目标	19.772	802				
17	EtBz	目标	24.842	898				
18	m,P-X	目标	25.300	907				
19	o-X	目标	26.768	937				

2.3 保留指数的校正

当色谱柱长度变为 24m 后，标样数据中的待测物质保留时间均发生缩短。

此时打开柱长 24m 获得的正构烷烃数据“alkane-24m.gcd”，然后编辑化合物表，填写保留指数，并保存数据问题。

然后点击“编辑”菜单，选择“自动修改保留时间 AART”。

在依次点击“下一步”，此时方法文件中所有目标组分的保留时间，已经同时自动修正为 24m 下的保留时间。

ID#	化合物名	保留时间(修改前)	保留时间(修改后)	保留指数
1	MeOH	5.962	5.662	503
2	EtOH	7.397	6.979	536
3	Actn	8.351	7.854	558
4	IPA	8.499	7.989	561
5	AcNt	9.164	8.600	576
6	DCM	9.305	8.729	580
7	MTBE	9.693	9.085	588
8	C6	10.198	9.548	600
9	nPrOH	10.884	10.178	616
10	EtAc	12.166	11.353	645
11	CRF	12.898	12.024	662
12	cycC6	13.361	12.449	672
13	Mecel	14.328	13.337	694
14	nBuOH	15.652	14.587	721
15	Etcel	18.058	16.874	768
16	Tol	19.772	18.506	802
17	EtBz	24.842	23.449	898
18	m,P-X	25.300	23.901	907
19	o-X	26.768	25.350	937

3 小结

利用保留指数校正功能，可以明显缩短气相色谱分析方法修改消耗的时间，以提升分析效率。