



Agilent J&W DB-624UI 超高惰性 色谱柱对挥发性有机酸的痕量分析

作者

John Oostdijk、Ken Lynam 和
Allen Vickers
安捷伦科技有限公司

应用简报

环境

摘要

安捷伦的新型去活 6% 氰丙基苯基聚二甲硅氧烷 (624) 固定相极大地提高了对酸性物质的分离性能，而且对碱性物质和醇类物质也具有出色的分离性能。由于固定相的选择性相似，因而易于替换现有色谱柱。

前言

挥发性有机酸是具有酸性的有机化合物。最常见的有机酸是羧酸，例如甲酸和乙酸。传统 氰丙基苯基二甲聚硅氧烷固定相的作用性使得这些酸的分析困难重重。这种作用性会导致酸性化合物的丢失、响应和保留时间重现性差以及不理想峰形，从而导致较高的检测限。Luong 等人 [1] 使用严格的测试混标对不同的气相色谱柱进行了测试和对比，结果发现这些色谱柱对酸性物质的分析性能较差。

安捷伦对 6% 氰丙基苯基二甲聚硅氧烷固定相 (624 固定相) 采用了新型去活工艺。这种去活工艺极大地提高了固定相对酸性物质的分析性能，而且对碱性和醇类物质也具有极好的分析性能。由于固定相的选择性相似，因而分析人员可以轻松替换他们现有的色谱柱。



Agilent Technologies

材料与方法

Agilent 提供 两种不同的 624 超高惰性固定相。本应用简报介绍了 Agilent J&W DB-624UI 固定相，而且这些结果也同样适用于 Agilent J&W DB- Select 624UI <467> 固定相。每个分析都给出了具体的色谱分析条件和消耗品。

结果与讨论

超高惰性测试

安捷伦开发超高惰性色谱柱，以便为多种活性化合物的分析提供最高的惰性。

为了实现这个目标，使用超高惰性测试混标对每根超高惰性色谱柱进行测试。对于 Agilent J&W DB-624UI 色谱柱产品线，目前已开发了新的混标，其在低温下对此色谱柱的惰性进行测试，结果表明所有的组分均得到很好的分离（图 1）。

色谱分析条件

色谱柱: Agilent J&W DB-624UI, 30 m × 0.25 mm, 1.4 μm
(安捷伦部件号 122-1334UI)
载气: 氢气, 42 cm/s
柱温箱: 70 °C 恒温
进样口: 1 μL, 分流比 1:116

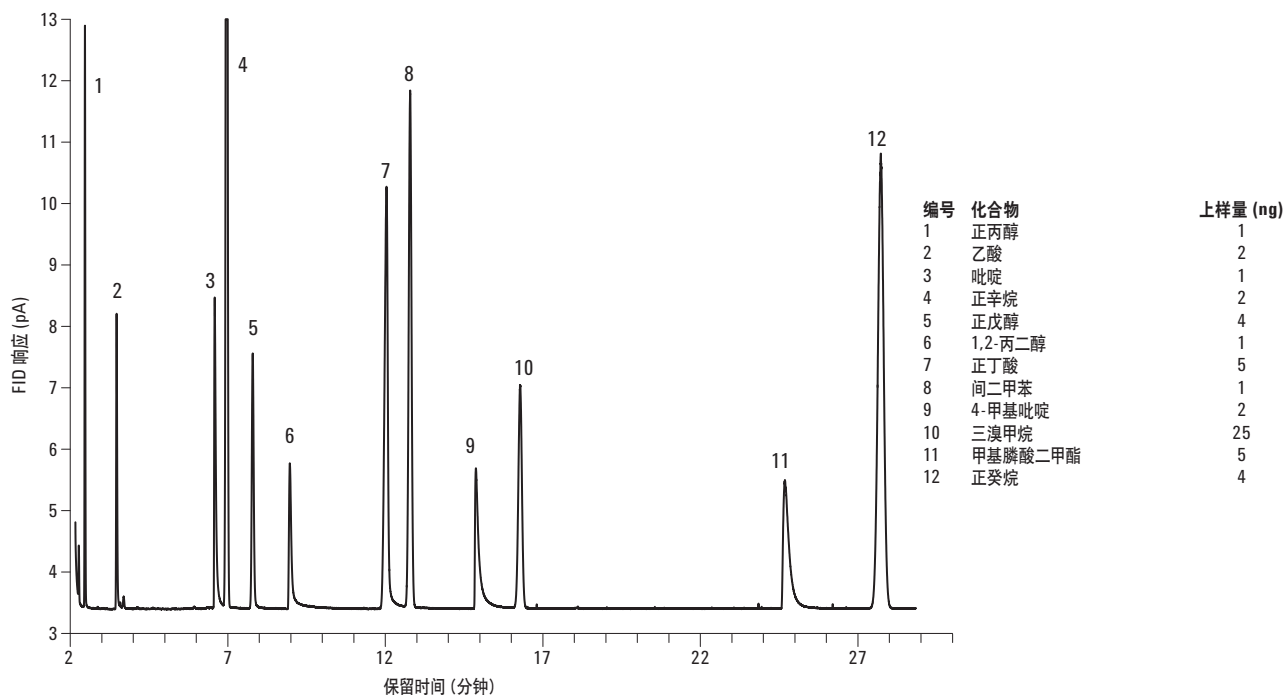


图 1. Agilent J&W 624UI 色谱柱在 260 °C 老化 1 个小时，然后使用 ng 水平的超高惰性测试混标对其进行测试，结果表明该色谱柱对 2 ng 上样量乙酸和 5 ng 上样量正丁酸具有出色的分离性能。

校准曲线

如果色谱柱是惰性的，那么我们就可以得到线性的校准曲线。例如，图 2 所示的 $30\text{ m} \times 0.32\text{ mm} \times 1.8\text{ }\mu\text{m}$ 色谱柱上的两种关键化合物：正丁酸和 4-甲基吡啶的校准曲线。这两个酸性和碱性化合物的校准曲线都具有较好的线性，即使其含量低至 ng 水平。

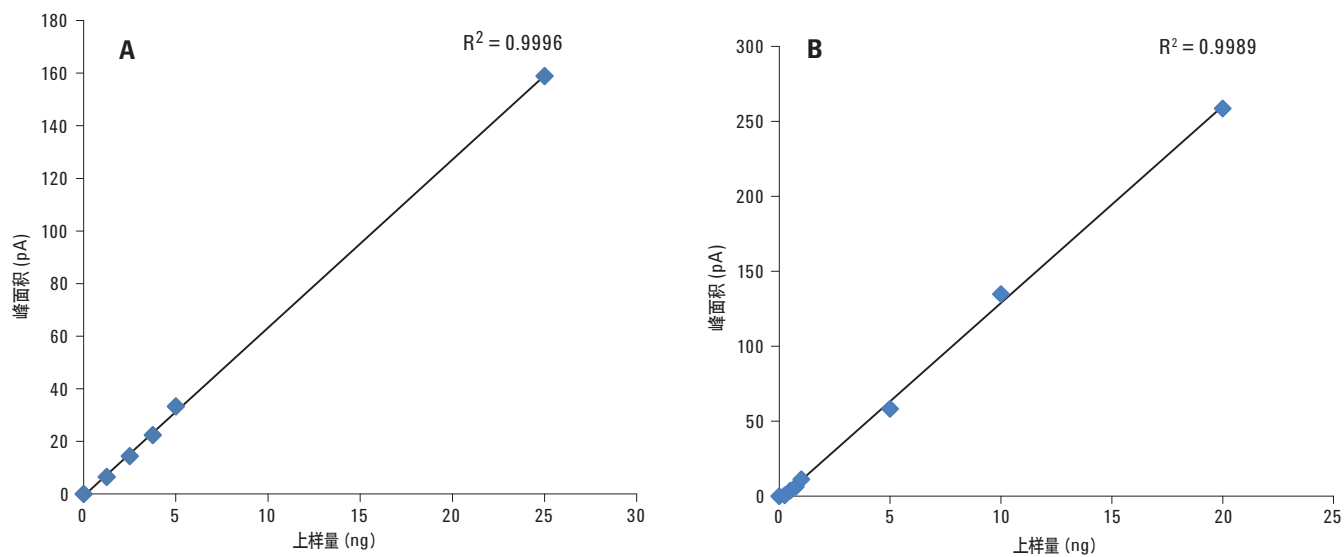
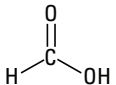
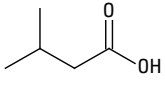
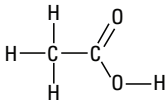
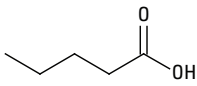
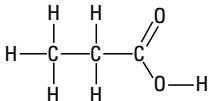
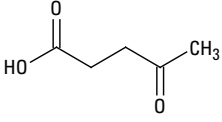
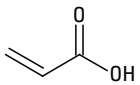
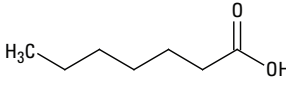
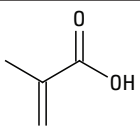
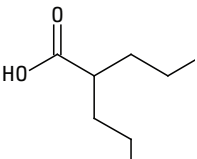
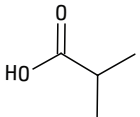
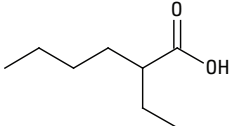
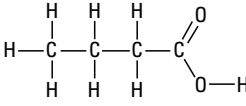
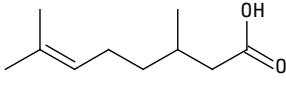


图 2. 正丁酸 (A) 和 4-甲基吡啶 (B) 在 Agilent J&W DB-624UI 色谱柱上的校准曲线。

酸性标准品

表 1 给出了所使用的有机酸种类。用二氯甲烷进行了稀释，以便分流进样后获得较低的上样量。

表 1. 本实验所使用的有机酸

CAS	碳原子数	化合物	结构	CAS	碳原子数	化合物	结构
64-18-6	C1	甲酸		503-74-2	C5	异戊酸	
64-19-7	C2	乙酸		109-52-4	C5	正戊酸	
79-09-4	C3	丙酸		123-76-2	C5	乙酰丙酸	
79-10-7	C3	丙烯酸		111-14-8	C7	正庚酸	
79-41-4	C4	甲基丙烯酸		99-66-1	C8	2-丙基戊酸	
79-31-2	C4	异丁酸		149-57-5	C8	2-乙基己酸	
107-92-6	C4	正丁酸 acid		502-47-6	C10	香茅酸	

Agilent 7890A 气相色谱配备了火焰离子化检测器 (FID) 和窄径 DB-624UI 气相色谱柱。经老化后，注入 0.5-1 ng 的 C₁-C₅ 有机酸测试混标 (图 3)。FID 对甲酸的反应很低，因而加入了高浓度 (250 ng) 的甲酸以便获得明显的峰。但是高浓度对峰形有不利影响。

色谱分析条件

色谱柱: Agilent J&W DB-624UI, 30 m × 0.25 mm, 1.4 μm
(安捷伦部件号 122-1334UI)
载气: 氢气, 3 mL/min, 恒流
柱温箱: 70 °C, 保持 1 min, 然后以 20 °C/min 升至 160 °C
进样口: 250 °C, 1 μL, 分流比 1:200
进样口衬管: 4 mm, 玻璃棉 (安捷伦部件号 5183-4647)
FID: 260 °C

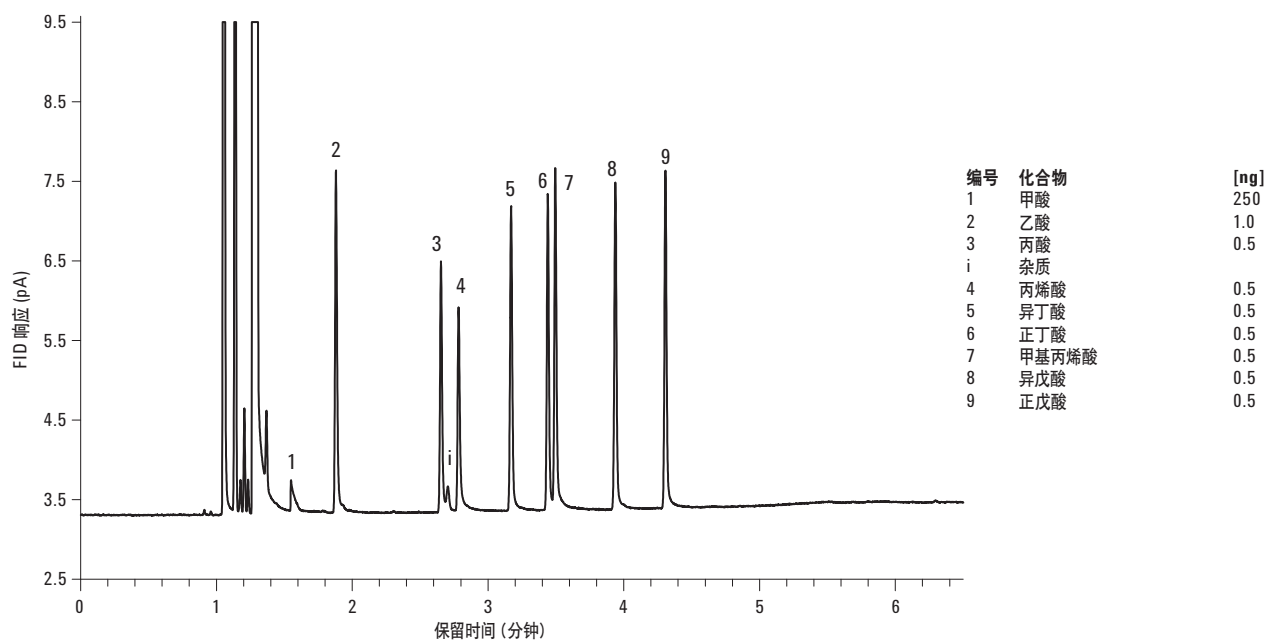


图 3. Agilent J&W DB-624UI 气相色谱柱对 C₁-C₅ 有机酸混合物的分析

重复进样 6 次以证明其重现性 (图 4)。保留时间和响应很稳定。
色谱分析条件见图 3。

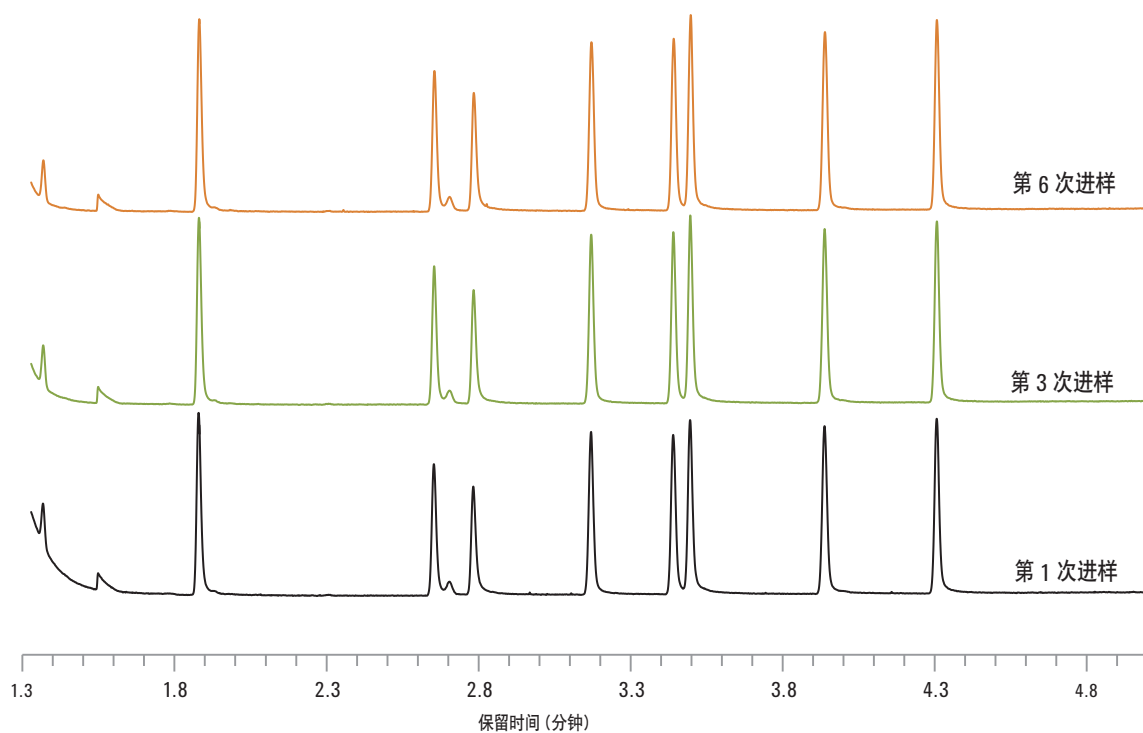


图 4. Agilent J&W DB-624UI 气相色谱柱对 C₁-C₅ 有机酸混合物的 6 次进样分析

我们也制备了 C₁-C₈ 有机酸测试混标, 并用 GC-FID 对其进行了分析 (图 5)。该测试混标中有少量甲酸, 低于 FID 的检测限。0.6 ng 和 6 ng 上样量的较高分子量的酸具有很好的峰形。

色谱分析条件

色谱柱: Agilent J&W DB-624UI, 30 m × 0.25 mm, 1.4 μm
(安捷伦部件号 122-1334UI)
载气: 氢气, 3 mL/min, 恒流
柱温箱: 70 °C, 保持 1 min, 然后以 20 °C/min 升至 260 °C
进样口: 250 °C, 1 μL 和 0.1 μL, 分流比 1:200
进样口衬管: 4 mm, 玻璃棉 (安捷伦部件号 5183-4647)
FID: 260 °C

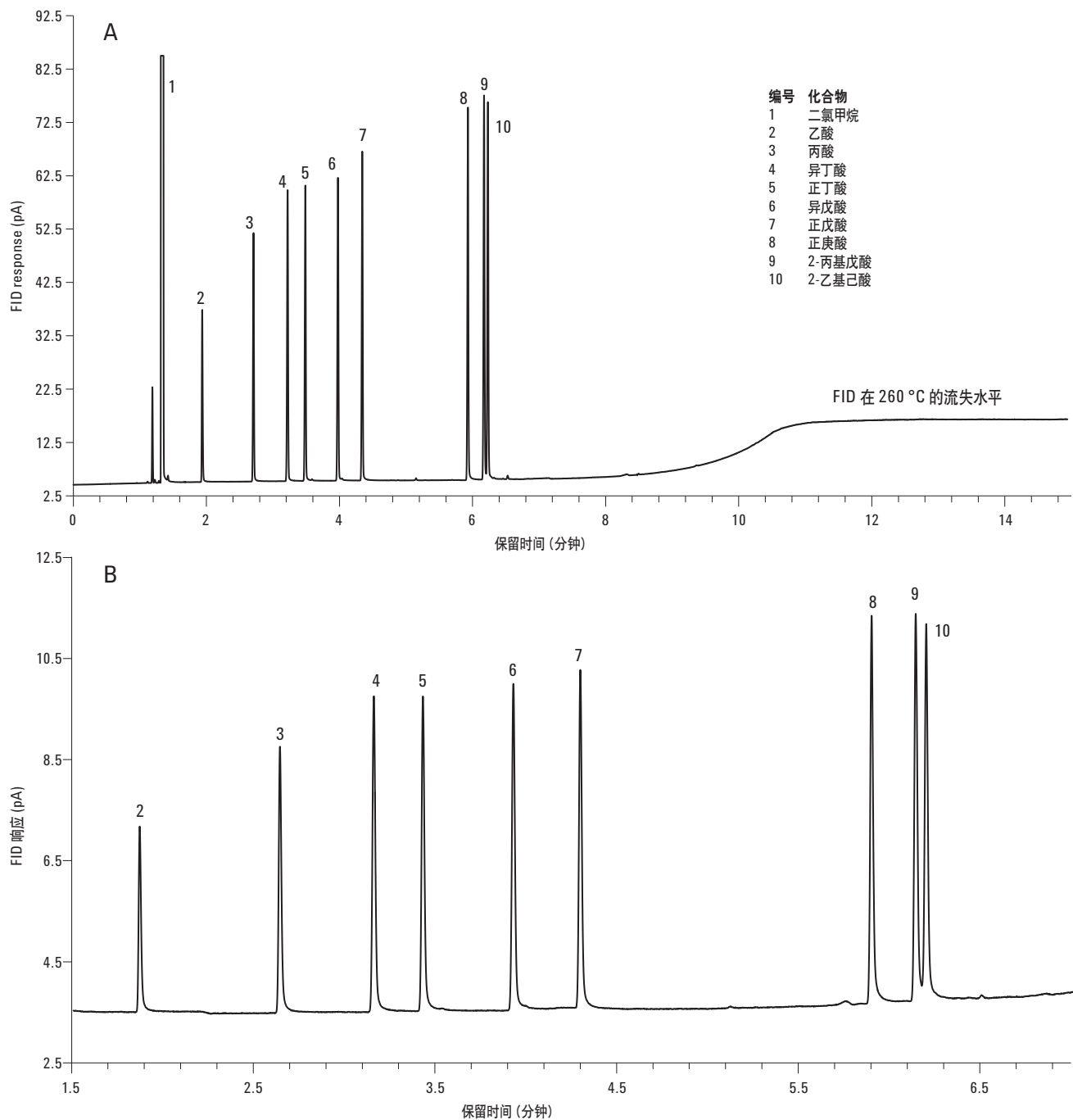


图 5. Agilent J&W DB-624UI 气相色谱柱对 6 ng (A) 和 0.6 ng (B) 上样量的 C₁-C₈ 有机酸混合物的分析

FID 不是分析有机酸的唯一选择，MSD 也可以检测有机酸。采用了新的混标，甲酸以及其他更高分子量的有机酸的柱上进样量为 17 ng (图 6)。MSD 可以对有机酸进行很好的分析，甚至是甲酸和香茅酸。

色谱分析条件

色谱柱: Agilent J&W DB-624UI, 30 m × 0.25 mm, 1.4 μm
(安捷伦部件号 122-1334UI)
载气: 氮气, 3 mL/min, 恒流
柱温箱: 70 °C, 保持 1 min, 然后以 20 °C/min 升至 260 °C
进样口: 250 °C, 1 μL, 分流比 1:20
进样口衬管: 4 mm, 玻璃棉 (安捷伦部件号 5183-4647)
Agilent 5973 MSD: 传输线 250 °C, EI 源 230 °C, 四极杆 150 °C, EI
全扫描范围为 m/z 10-550

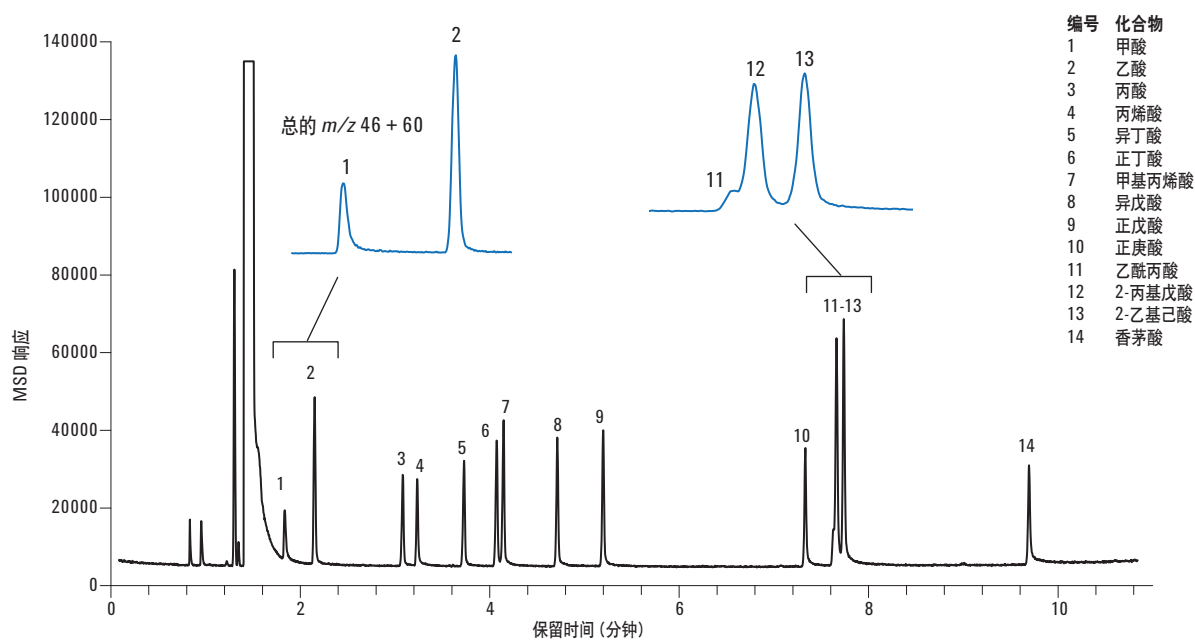


图 6. Agilent J&W DB-624UI 气相色谱柱对 6 到 17 ng 上样量的 C₁-C₁₀ 有机酸混合物的分离

对比 0.32 mm 内径的色谱柱

与 0.25 mm 内径的色谱柱一样，0.32 mm 内径的色谱柱也被广泛应用。使用 GC-FID 和 C₁-C₁₀ 有机酸混合物对 0.32 mm 内径的色谱柱进行分析，并与相同尺寸的非安捷伦 624 色谱柱进行了对比。260 °C 下老化 1 h 以后，我们在一台具有 2 个通道的气相色谱系统上，同时对这些色谱柱进行测试。结果显示，甲酸低于检测限，乙酰丙酸与 2-丙基戊酸没有完全分离（与 0.25 mm 内径的色谱柱相比，塔板数较低）。其他酸均在 DB-624UI 色谱柱上得到了很好的分离（图 7）。在非安捷伦色谱柱上，低浓度有机酸均未检出。

色谱柱: Agilent J&W DB-624UI, 30 m × 0.32 mm, 1.8 μm
(安捷伦部件号 123-1334UI)
载气: 氢气, 4 mL/min, 恒流
柱温箱: 70 °C, 保持 1 min, 然后以 20 °C/min 升至 260 °C
进样口: 250 °C, 1 μL, 分流比 1:200
进样口衬管: 4 mm, 玻璃棉 (安捷伦部件号 5183-4647)
FID: 260 °C

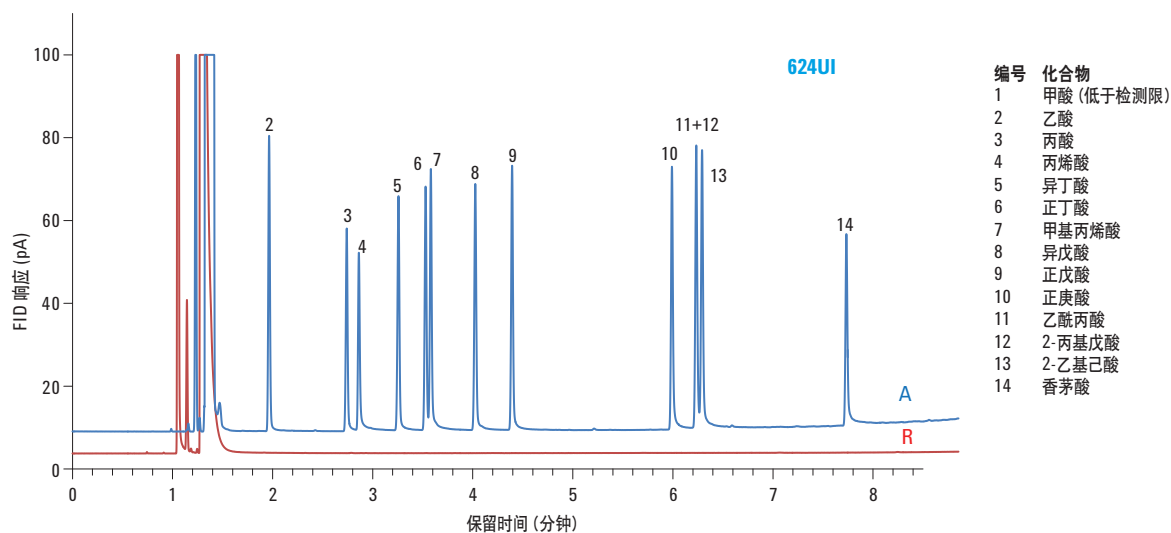


图 7. Agilent J&W DB-624UI 色谱柱 (蓝色) 和传统的非安捷伦 624 色谱柱 (红色) 在 260 °C 下老化 1 小时后, 对 6 到 17 ng 上样量的 C₁-C₁₀ 有机酸混合物的分析

结论

Agilent J&W DB-624UI 和 Agilent J&W DB-Select 624UI <467> 气相色谱柱非常适合分析包括 C₁-C₁₀ 有机酸在内的富有挑战性的极性化合物。与传统的 624 固定相相比, DB-624UI 色谱柱在惰性方面有明显改善。我们使用超高惰性测试混标控制色谱柱的质量, 这保证了每根色谱柱对最苛刻测试标样的惰性。

避免了分析酸性化合物出现假阴性或不准确的结果。由于新型超高惰性 624UI 与传统的 624 色谱柱的选择性相似, 因而以最新的 Agilent J&W DB-624UI 色谱柱更换传统的 624 色谱柱的分析人员基本不需要进行重新验证。此外, 我们还可以为客户定制所需尺寸规格的624UI色谱柱。

参考文献

1. J. Luong, R. Gras, W. Jennings. *J. Sep. Sci.* 30, 2480 (2007).

更多信息

以上数据具有代表性。有关我们产品与服务的信息,
请访问我们的网站: www.agilent.cn/chem

www.agilent.cn/chem

安捷伦对本资料中可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司, 2012
2012年7月31日中国印制
5991-0845CHCN



Agilent Technologies