

# Agilent Ultimate Plus 熔融石英管

## 技术概述

### 前言

去活熔融石英管广泛用于复杂基质中 GC 和 GC/MS 所用的保护柱、传输管线或长保留间隙柱，以及用于半挥发性化合物的分析 [1,2,3,4]。为了精确、重现地测定更多痕量的活性化合物，同时又最大限度减少分析物降解并减轻峰拖尾，管线必须满足高惰性这一关键要求。安捷伦凭借在毛细管去活化学材质开发方面的丰富经验，推出了一种适用于 GC 和 GC/MS 应用的新型熔融石英。这一 Ultimate Plus 去活技术将表面去活提升至全新水平。本技术概述介绍了 Agilent Ultimate Plus 去活管线的测试情况，并将它与其它供应商的管线做了比较。测试有两种：

- 通过测定峰不对称性和几种化合物的相对回收率，对其惰性进行色谱测试
- 通过不同管线在 360 °C 下受热 72 或 144 小时之后所观察到的聚酰亚胺涂层的颜色变化，加上研究管线在温度稳定性测试前后的柔性变化，即指在此期间由于过度弯曲管线受损，由此评估温度稳定性和柔性试验的耐用性



## 材料与方法

使用如图 1 所示的串联色谱柱装置测试管线的惰性。使用 Agilent J&W VF-5ms, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 CP8944) 作为气相参比柱。首先进行系统测试以建立基本水平的惰性分布图, 在该测试中, 一根参比柱连接到火焰离子化检测器 (FID) 上 (图 1A)。然后, 将参比柱更换为 Agilent Ultimate Plus 或其他供应商的熔融石英管, 将其连接到 FID 检测器上 (图 1B) 根据两组测试混标 (测试混标 60 和超高惰性混标 2, 见表 1 和表 2) 得到的峰不对称性和化合物回收率评估管线的惰性 [5,6]。我们精心选择了这些测试混标中已知能吸附在管线活性位点上的化合物组成 (例如, 正癸醇、4-甲基吡啶、磷酸三甲酯以及 1,2-戊二醇), 因此可以有效评估管线的惰性能。

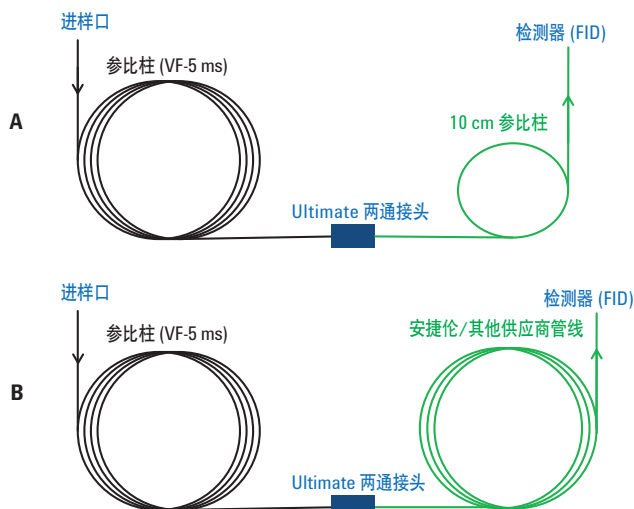


图 1. 系统测试 (A) 和安捷伦/其他供应商管线测试 (B) 的串联色谱柱装置

表 1. 测试混标 60 (0.1 mg/mL 环己烷)

峰编号	化合物	柱上量 (ng)
1	1-辛醇	1
2	正十一烷	1
3	2,6-二甲基苯酚	1
4	2,6-二甲基苯胺	1
5	正十二烷	1
6	萘	1
7	正癸醇	1
8	正十三烷 (用作 100% 参比物)	1
9	癸酸甲酯	1

表 2. 超高惰性混标的二氯甲烷溶液

峰编号	化合物	柱上量 (ng)
1	甲烷	—
2	丙酸	1
3	异丁酸	1
4	正丁酸	1
5	辛烯	0.5
6	辛烷	0.5
7	1-硝基丁烷	1
8	4-甲基吡啶	2
9	磷酸三甲酯	5
10	1,2-戊二醇	2
11	丙苯	1
12	1-庚醇	1
13	3-辛酮	1
14	正癸烷 (用作 100% 参比物)	1

## 条件

### 超高惰性混标 2

柱温箱: 60 °C 保持 20 min  
 载气: 氢气, 1.35 mL/min  
 进样器: 250 °C, 分流比 1:75, 1 μL  
 检测器: FID 325 °C,  
 400 mL/min 空气,  
 30 mL/min 氢气,  
 30 mL/min 氮气尾吹气

### 测试混标 60

柱温箱: 120 °C 保持 20 min  
 载气: 氢气, 1.35 mL/min  
 进样器: 250 °C, 分流比 1:100, 1 μL  
 检测器: FID 325 °C,  
 400 mL/min 空气,  
 30 mL/min 氢气,  
 30 mL/min 氮气尾吹气

## 结果与讨论

### 色谱测试

在柱温 120 °C 的条件下开展测试混标 60 的实验。图 2 是安捷伦管线和其他供应商管线 (6 m × 0.53 mm) 进行系统测试的色谱比较图。从直观目测看，两者在性能上没有显著差异 (图 2)。可使用峰不对称性 (在 10% 峰高处测定) 和回收率来评估安捷伦管线及其他供应商管线的惰性性能。

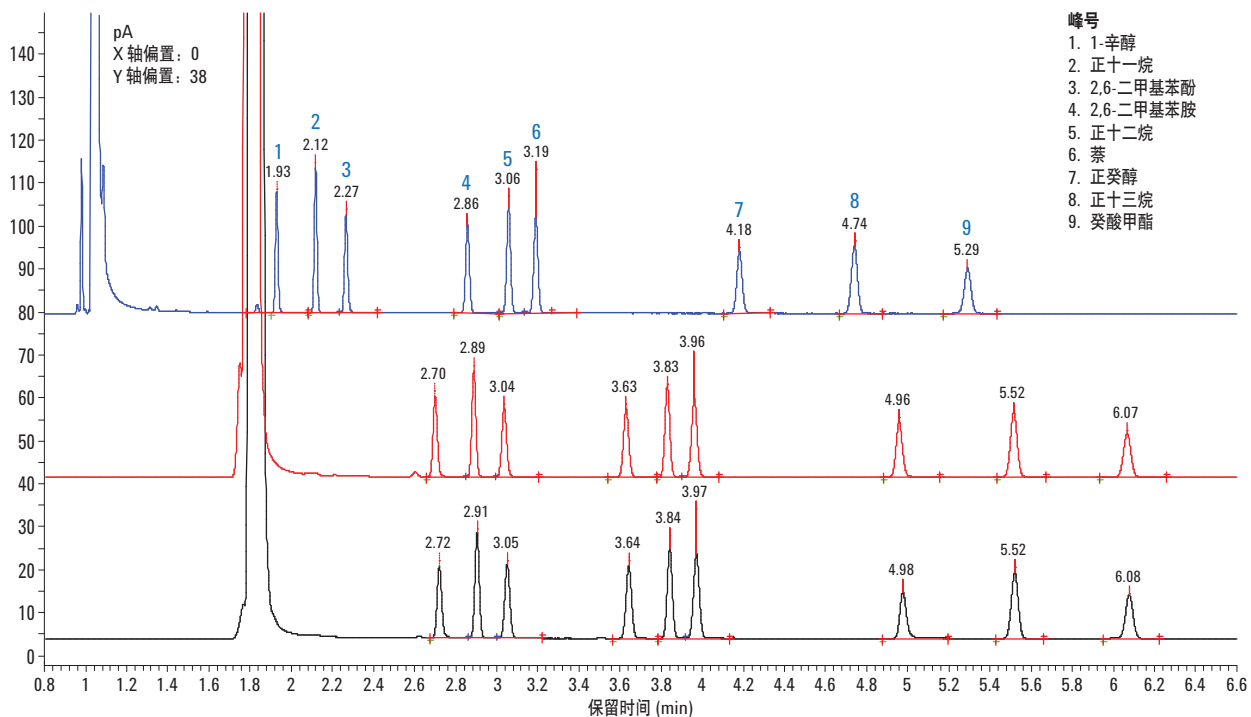


图 2. 比较了测试混标 60 在不同类型管线 6 m × 0.53 mm 下分析的结果。上图：以 Agilent J&W VF-5ms 作为参比柱，使用 Agilent Ultimate 两通接头 (部件号 G3182-60581) 和 UltiMetal Plus 可塑金属密封垫圈 (部件号 G3188-27503) 将其连接到一根 10 cm 参比柱上进行系统测试。中图：使用 6 m Agilent Ultimate Plus 去活熔融石英管取代 10 cm 参比柱。下图：使用其他供应商的 6 m 去活熔融石英管取代 10 cm 参比柱

图 3 中，非极性化合物（正癸烷）在安捷伦管线和其他供应商管线上的峰不对称性值相似。这些数值都接近于理想峰的不对称因子 1。但是，极性化合物（正癸醇）在不同内径的安捷伦管线上的峰不对称性因子比在其他供应商管线上的更接近 1。而且，管线内径越大，这一差异越显著。这表明，与其他供应商管线相比，安捷伦管线的惰性更佳，这是由于极性化合物与去活熔融石英管表面的活性位点发生了相互作用，从而增加了这些化合物的峰不对称性。我们还发现，与正十三烷相比，正癸醇在安捷伦管线上的相对回收率更高（见图 4）。

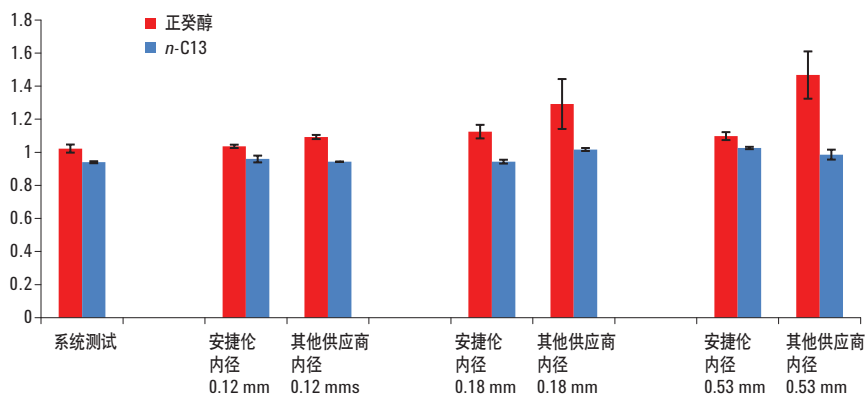


图 3. 与系统测试相比，使用安捷伦或其他供应商去活熔融石英管时正癸醇的不对称性（在 10% 峰高处测定）。每种管线重复测定两次

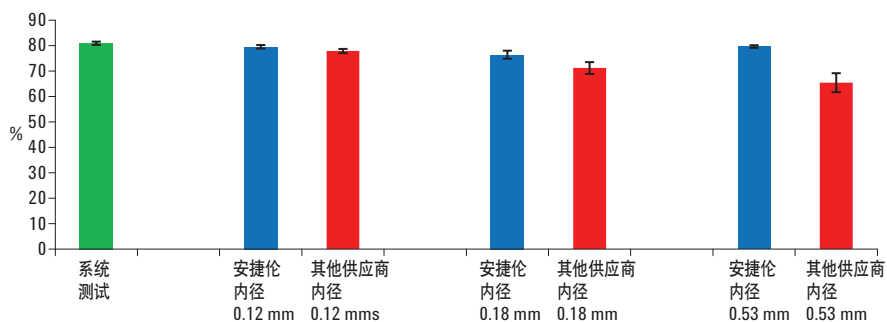


图 4. 与系统测试相比，使用安捷伦或其他供应商去活熔融石英管时正癸醇的相对回收率（相对于正十三烷）。每种管线重复测定两次

我们还使用超惰性混标 2 在柱温 60 °C 的条件下测试了安捷伦管线及其他供应商管线的惰性能。该测试混标的分离结果表明，安捷伦管线的惰性要明显优于其他供应商的管线。磷酸三甲酯、1,2-戊二醇和正丙苯（化合物 9~11）在安捷伦管线上得到了分离（图 5 的中图）。相反，其他供应商管线上的活性表面对磷酸三甲酯和 1,2-戊二醇具有很强的吸附性。因此峰很小，而且拖尾严重，导致与正丙苯发生明显的共流出（图 5 的下图）。

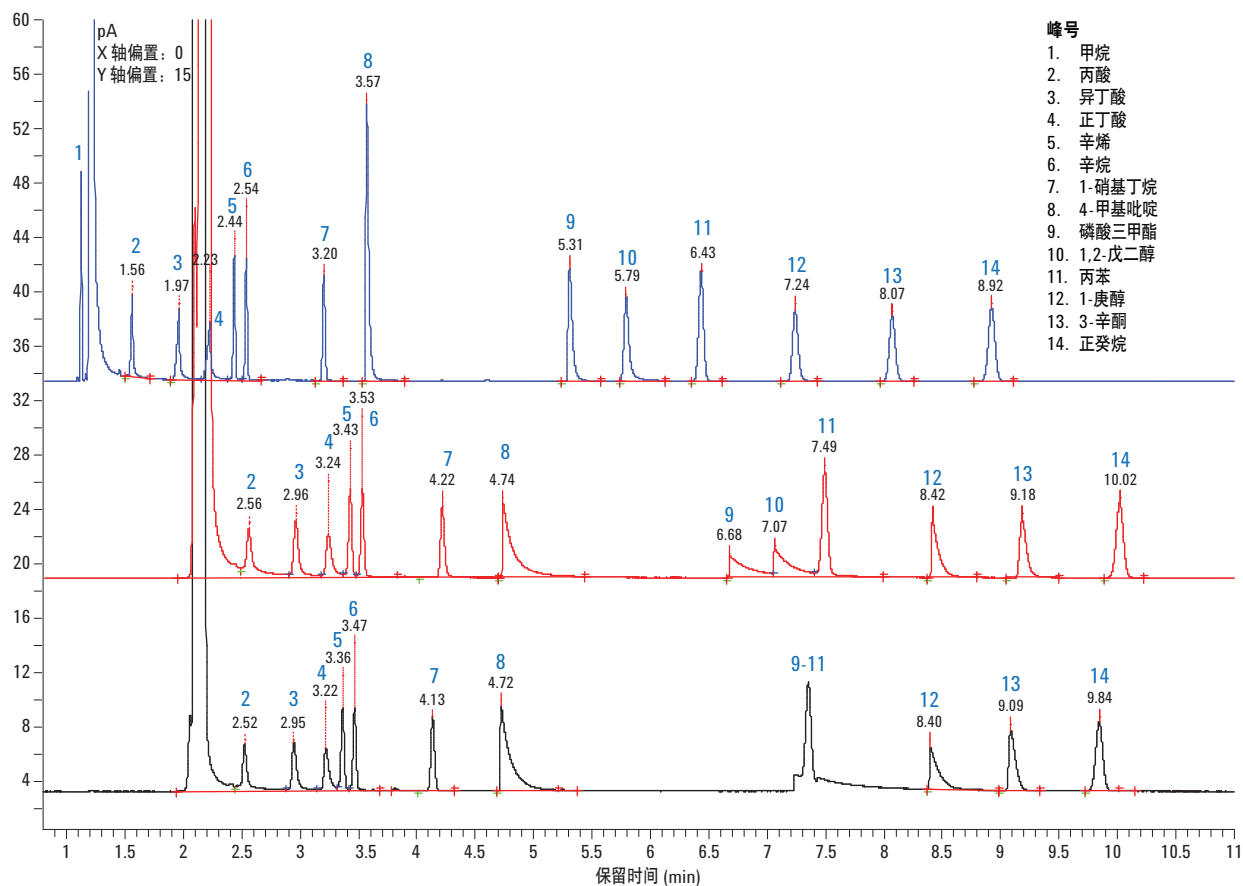


图 5. 比较了超高惰性混标 2 在不同类型管线 6 m × 0.53 mm 下分析的结果。方法同图 2

## 温度稳定性与柔性测试

机械稳定性是管线最重要的参数之一，可通过柔性测试对其进行评估。我们将几种安捷伦管线及其他供应商管线弯曲至断裂时的最小直径。每次测量均使用 15 cm 的管线。每根管线测量 10 次，并计算最小弯曲直径的平均值。然后，利用经验公式将最小弯曲半径转换成压力值，这个值取决于管线的内径（见表 3）。压力值越大，管线强度越高。图 6 比较了不同内径的安捷伦管线及其他供应商管线的强度。安捷伦和其他供应商的细管线（内径 0.12 和 0.18 mm）在强度方面没有显著差异。但是，当内径为 0.53 mm 时，Agilent Ultimate Plus 管线的强度要高于其他供应商管线。

为了研究长期受热对安捷伦管线强度的影响，我们开展了关于温度稳定性和柔性的组合实验。我们测定了几种安捷伦管线在 360 °C 下受热 144 小时前后的强度（图 7）。总体来说，测量结果表明，除了 0.53 mm 内径的管线，其他各个内径的安捷伦管线的强度在接受寿命测试前后没有显著差异。这些结果是合理的，因为大内径管线的表面积比小内径管线的要大。

表 3. 由最小弯曲半径计算出的压力值

内径 (mm)	公式
< 0.25	$y = 1600.1x^{-1.001}$
0.32	$y = 2123.9x^{-1.005}$
0.53	$y = 3455x^{-1.003}$

其中，y = 压力值，x = 最小弯曲半径

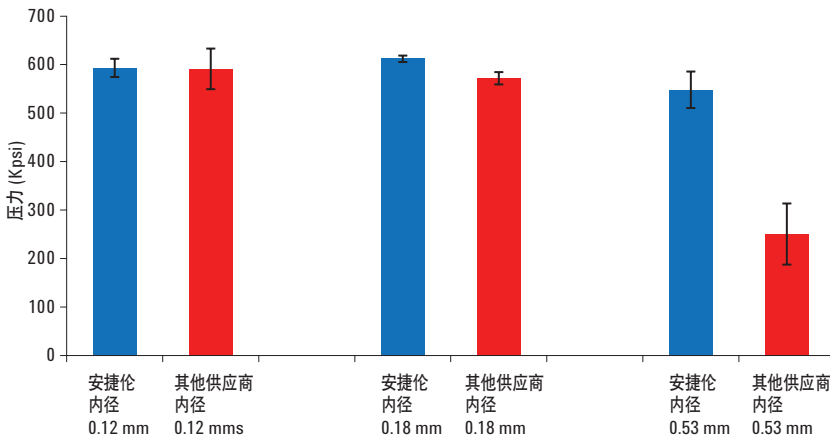


图 6. 不同内径的安捷伦管线及其他供应商管线的强度测试

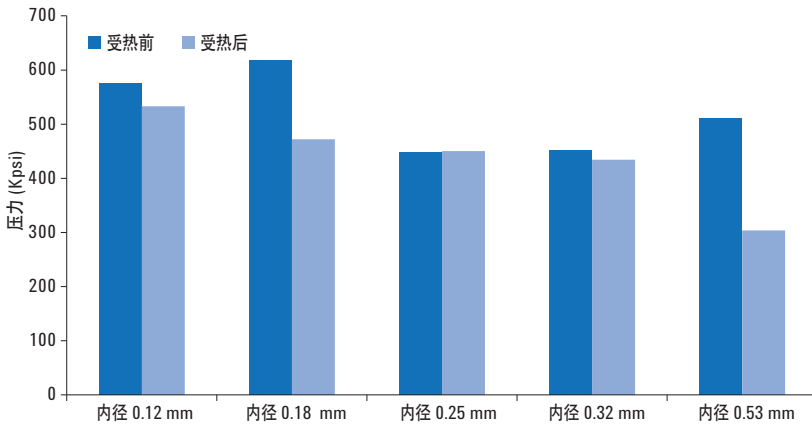


图 7. 安捷伦管线在 360 °C 受热 144 小时下进行使用寿命测试前后的强度

我们在 360 °C 下开展了另一项 72 小时受热的温度稳定性测试，以比较 8 种安捷伦熔融石英去活管（左图）和 1 种其他供应商的熔融石英去活管（右图的红箭头），如图 8 所示。在受热前，所有管线的外聚亚酰胺涂层的颜色均相同（上图）。但是，长时间受热后，所有安捷伦管线的外涂层的颜色没有发生改变（左边的 8 种管线，下图）。相反，由于聚亚酰胺涂层受损，其他供应商的管线的外涂层的颜色变得更暗（右边的一种管线，下图）。这可能会导致管线变脆，缩短使用寿命，而且在使用压紧式接头时更加难以实现无泄漏密封。

表 4. 安捷伦去活熔融石英管订购指南。有多种内径和长度可供选择

部件号	说明
CP801206	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.12 mm × 6 m
CP801805	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.18 mm × 5 m
CP801806	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.18 mm × 6 m
CP801810	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.18 mm × 10 m
CP802505	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.25 mm × 5 m
CP802510	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.25 mm × 10 m
CP802530	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.25 mm × 30 m
CP803205	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.32 mm × 5 m
CP803210	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.32 mm × 10 m
CP803230	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.32 mm × 30 m
CP805305	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.53 mm × 5 m
CP805306	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.53 mm × 6 m
CP805310	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.53 mm × 10 m
CP805330	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.53 mm × 30 m
CP801505	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.15 mm × 5 m
CP801510	熔融石英, Ultimate Plus 去活, 0.15 mm × 10 m

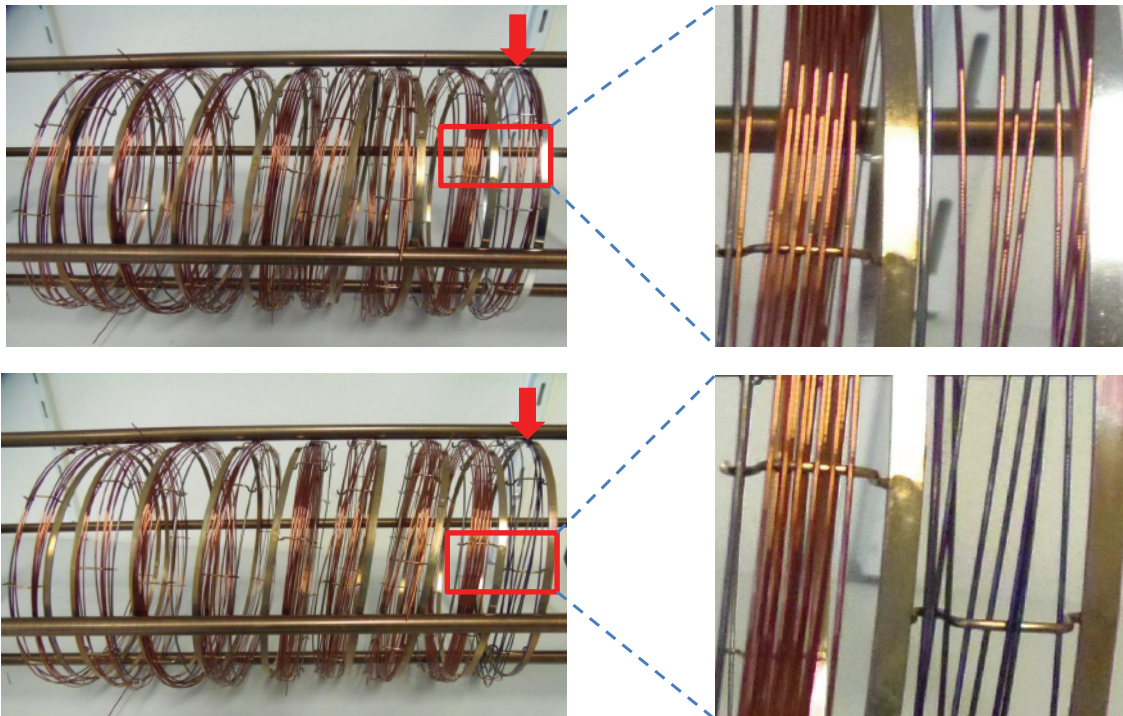


图 8. 360 °C 下暴露 72 小时的温度稳定性测试前（上图）和后（下图）的 8 种安捷伦熔融石英管（左）及一种其他供应商的熔融石英管（右）

## 结论

与其他供应商的去活熔融石英管相比，Agilent Ultimate Plus 管线综合表现出更优良的惰性、机械强度以及热稳定性。因此，建议将安捷伦管线用于任何使用保护柱、保留间隙柱或 GC 限流管的 GC 或 GC/MS 应用中。表 4 列出了部件号和产品说明。

## 参考文献

1. Anon. *DuraGuard Columns: GC Columns with Built-In Protection* (DuraGuard 色谱柱: 带内置保护的气相色谱柱), 应用简报, 安捷伦科技有限公司, 出版号 5988-7215EN (2002)
2. Doris Smith, Ken Lynam. *Evaluating CLP and EPA Methods for Pesticides in Water Using Agilent J&W DB-CLP1/DB-CLP2 GC columns* (使用 Agilent J&W DB-CLP1/DB-CLP2 色谱柱评估水中农药的 CLP 和 EPA 方法), 应用简报, 安捷伦科技有限公司, 出版号 5991-0615EN (2012)
3. James D. McCurry. “生物柴油多重气相色谱分析的标准品和样品制备自动化”, 应用简报, 安捷伦科技有限公司, 出版号 5990-3781CHCN (2009)
4. Yamin Wang. “石油气和天然气中含硫化化合物的分析”, 应用简报, 安捷伦科技有限公司, 出版号 5991-4643CHCN (2014)
5. J. Luong, R. Gras, W. Jennings. *J. Sep. Sci.* **30**, 2480 (2007).
6. Anon. “Agilent J&W 超高惰性气相色谱柱: 一种新的应对活性化合物分析挑战的强大工具”, 技术概述, 安捷伦科技有限公司, 出版号 5989-8665CHCN (2008)

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

安捷伦对本资料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。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2014  
2014年9月5日, 中国印刷  
5991-5142CHCN



**Agilent Technologies**