



# 使用活性碱性化合物对竞争厂商 色谱柱的惰性进行分析

## 作者

Judy Berry, Ken Lynam, Caroline Cai,  
Yun Zou  
安捷伦科技有限公司

## 应用简报

环境

## 摘要

本文就活性分析物的色谱行为对安捷伦 J&W DB-5ms 超惰性色谱柱和其它三个色谱柱厂商的类似柱子进行了比较。碱性化合物在 DB-5ms UI 柱上获得了良好的分析结果。描绘了峰形特征的色谱图显示，卓越的惰性使活性碱性化合物的峰拖尾显著减少，可以得到更准确、可靠的分析结果。包括氯代苯酚、有机磷农药和芳香位置异构体在内的各种化合物均获得了良好的色谱性能，表明 DB-5ms UI 柱具有广泛的应用性。

## 前言

如果气相色谱仪的流路对强活性化合物惰性不足，那么使用气相色谱仪对这类型的化合物进行色谱分析是一项极具挑战性的工作。稳定的非反应性气相色谱柱对流路的惰性有很大影响，因为其具有很大的表面积且没有与样品化合物发生不利反应的活性位点。低柱流失和低惰性对最大化灵敏度至关重要，而且惰性也是使色谱柱对苛刻分析物保持最佳柱性能的核心。要得到尖锐而对称的色谱峰，特别是在痕量水平上，色谱柱需要具有高度的惰性。气相色谱柱是色谱系统的重要组成部分，分析工作者非常希望拥有最具惰性的色谱柱以持续获得高质量数据 [1-5]。



**Agilent Technologies**

非惰性色谱柱的不良影响表现在活性化合物峰变形（拖尾和不可逆吸附）上的差异。色谱柱可能具有酸性特征，导致其与碱性化合物发生不良相互作用。我们用安捷伦 J&W DB-5ms UI 柱和具有相同化学性质的三根不同来源的色谱柱，对一组活性碱性化合物进行了分析，以检测这些色谱柱对碱性化合物的惰性，评估其酸性。采用了定性（峰形）和定量（拖尾因子， $T_f$  值）数据来评价色谱柱的活性。

## 材料与方法

本实验采用 Agilent 6890N 网络化气相色谱系统，配置 Agilent 7683B 自动液体进样器和火焰离子化检测器 (FID)。样品通过分流/不分流单进样口导入。表 1 列出了本研究使用的色谱柱。

表 1. 研究使用的色谱柱

色谱柱 1:	Agilent J&W DB-5ms 超惰性柱, 30 m x 0.25 mm, 0.25 $\mu$ m (部件号 122-5532UI)
色谱柱 2:	Restek Rxi-5Sil MS, 30 m x 0.25 mm, 0.25 $\mu$ m
色谱柱 3:	Phenomenex Zebron ZB-5MSi, 30 m x 0.25 mm, 0.25 $\mu$ m
色谱柱 4:	GL Sciences InertCap 5MS/Sil, 30 m x 0.25 mm, 0.25 $\mu$ m

对各供应商的两根色谱柱进行了检测，以确证结果的重现性。所有色谱柱都安装在相同的气相色谱系统中，以同样方式进行分析。进样 0.2% 十一烷甲醇溶液，确保获得对称峰，证明已正确安装。碱性测试混合物中含有表 2 所列的六种化合物，用表 3 中的色谱条件进行分析。碱性标准化合物购自 Sigma-Aldrich 公司（纯度  $\geq$  98%），并用甲醇（Burdick & Jackson 高纯溶剂）配制成混合物。每根色谱柱至少注入 5 次相同的标准混合物。

表 2. 碱性测试混标溶于甲醇

1. 三乙胺	0.2%
2. 吡啶	0.2%
3. 4-甲基吡啶	0.2%
4. N,N-二甲基乙酰胺	0.5%
5. 2,4-二甲基苯胺	0.1%
6. 二环己胺	0.15%

表 3. 碱性测试混标的色谱条件

GC:	Agilent 6890N
进样器:	Agilent 7683B, 10 $\mu$ L 进样针 (部件号 5181-3360)
载气:	氦气, 恒流模式, 1.5 mL/min
进样口:	250 $^{\circ}$ C 分流/不分流, 分流比 50:1, 进样量 0.2 $\mu$ L
进样口衬管:	单细径锥, MS 验证的衬管, 其收口可以固定玻璃毛 (部件号 5188-6576)
柱温箱:	以 5 $^{\circ}$ C/min 的速度从 30 $^{\circ}$ C (0.5 分钟) 升温至 60 $^{\circ}$ C (1 分钟), 然后以 50 $^{\circ}$ C/min 的速度升温 150 $^{\circ}$ C (5 分钟)
检测器:	FID, 250 $^{\circ}$ C, 氦气 40 mL/min, 空气 450 mL/min, 氮气尾吹气 45 mL/min

表 4 和 5 列出了在 DB-5ms UI 柱上测试的不同浓度酸性和有机磷农药化合物。氯酚购自 Sigma-Aldrich 公司（纯度  $\geq$  98%），有机磷农药从 ChemService 获得。芳香位置异构化合物包括对二甲苯，间二甲苯和邻二甲苯，均购自 Sigma-Aldrich 公司（纯度  $\geq$  98%），配制成 0.2% 甲醇溶液。表 6 包含了分离各种酸性化合物、农药和芳香异构体的色谱条件。

表 4. 酸性测试混标的甲醇溶液

1. 2,4-二氯苯酚	0.5%
2. 2,4,6-三氯苯酚	0.5%
3. 五氯苯酚	0.5%

表 5. 有机磷农药测试混标的甲醇溶液

1. 敌敌畏	100 ppm
2. 乐果	139 ppm
3. 甲基对硫磷	109 ppm
4. 马拉硫磷	100 ppm
5. 毒死蜱	109 ppm
6. 对硫磷	100 ppm

表 6. 酸性化合物、农药和芳香异构体的色谱条件

<b>氯酚</b>	
进样:	0.2 $\mu$ L, 分流比 100:1
进样口温度:	250 $^{\circ}$ C
载气:	氦气, 1.5 mL/min, 恒流模式
柱温箱:	50 $^{\circ}$ C (1 分钟), 30 $^{\circ}$ C 至 300 $^{\circ}$ C (5 分钟)
检测器:	FID, 250 $^{\circ}$ C, 氦气 40 mL/min, 空气 450 mL/min, 氮气尾吹气 45 mL/min
<b>有机磷农药</b>	
进样:	1 $\mu$ L, 分流比 10:1
进样口温度:	250 $^{\circ}$ C
载气:	氦气, 恒压模式, 25 psi
柱温箱:	30 $^{\circ}$ C (0.2 分钟), 30 $^{\circ}$ C/min 至 240 $^{\circ}$ C (4 分钟)
检测器:	FID, 250 $^{\circ}$ C, 氦气 40 mL/min, 空气 450 mL/min, 氮气尾吹气 45 mL/min
<b>芳香异构体 (邻二甲苯、间二甲苯和对二甲苯, 0.2% 甲醇溶液)</b>	
进样:	0.2 $\mu$ L, 分流比 300:1
进样口温度:	250 $^{\circ}$ C
载气:	氦气, 1.5 mL/min, 恒流模式
柱温箱:	30 $^{\circ}$ C 恒温
检测器:	FID, 250 $^{\circ}$ C, 氦气 40 mL/min, 空气 450 mL/min, 氮气尾吹气 45 mL/min

## 结果与讨论

从碱性化合物组的分离结果可以看出色谱柱惰性存在显著差异, 表明这些色谱柱的酸性明显不同。在 Restek、Phenomenex 和 GL Sciences 柱的色谱图中, 前四个峰有明显的拖尾, 如图 1 所示。而目标化合物在 DB-5ms UI 柱上都得到了良好的峰形。用美国药典 Tf 测量了峰的拖尾因子。计算公式如下 [6]。

$$T_f = W_{5.0} / (T_w \times 2)$$

式中:  $T_w$  = 5% 峰高处的保留时间 (TR) 与峰顶点至峰前沿的距离比, 单位与  $W_{5.0}$  相同。

$$W_{5.0} = 5\% \text{ 峰高处的峰宽}$$

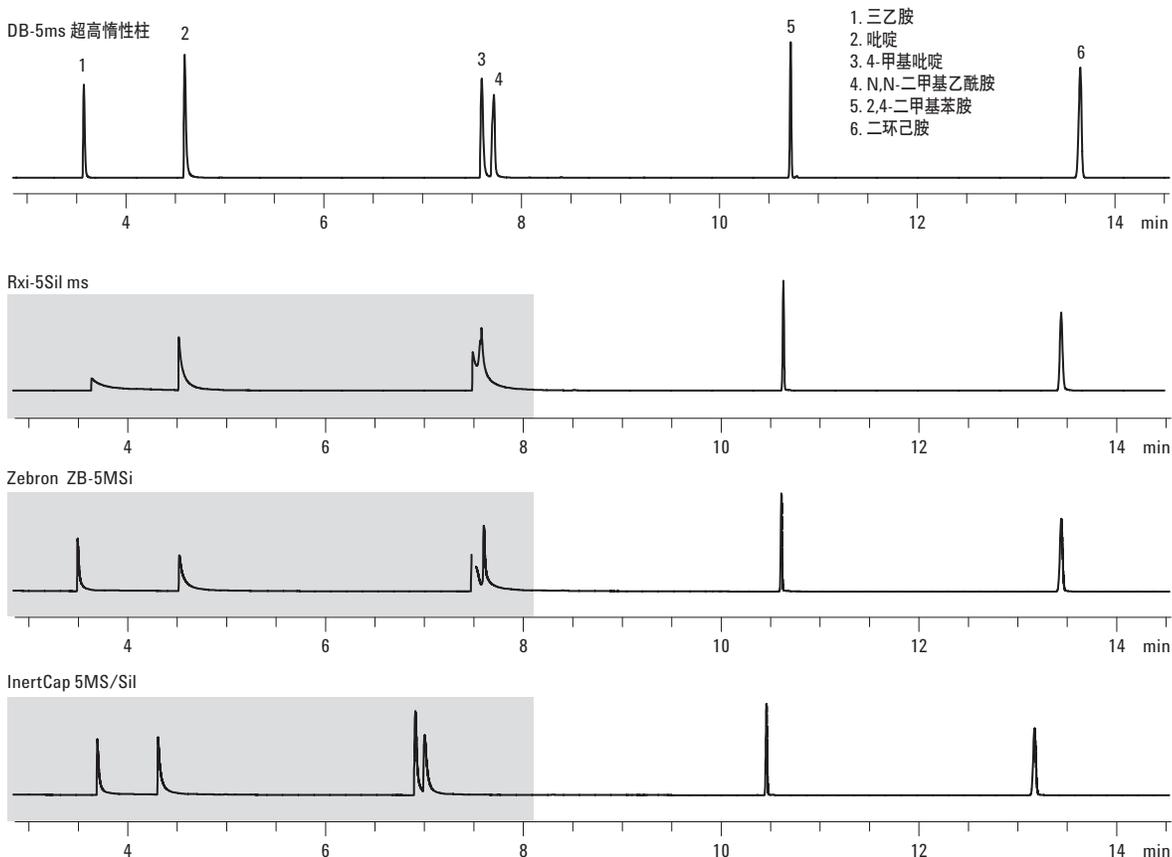


图 1. 碱性化合物在安捷伦和非安捷伦柱上分离所得到的色谱图, 使用安捷伦 DB-5ms 超惰性 GC 柱分离这些化合物得到了良好峰形色谱条件如表 3 中所示

所有碱性化合物的  $T_f$  列于表 7，并将前四个峰的  $T_f$  值标记在图 2 的色谱图上。与其他色谱柱相比，四种碱性化合物的拖尾因子在 DB-5ms UI 柱上明显降低。4-甲基吡啶和 N,N-二甲基乙酰胺在 Restek Rxi-5Sil MS 和 Zebron ZB-5MSi 柱上的色谱图中未能完全分离。这一现象说明了缺乏惰性的色谱柱会对分离度以及选择

性产生不良影响，因为分离度是衡量两种化合物分离程度（选择性）的标准。由于色谱柱活性的影响，在所用实验条件下，非安捷伦色谱柱的选择性不足以分离 4-甲基吡啶和 N,N-二甲基乙酰胺。

表 7. 碱性化合物在 5ms 柱上分离所得的拖尾因子 ( $T_f$ )

	拖尾因子 ( $T_f$ )			
	DB-5ms 超高惰性柱	Zebron ZB-5MSi	InertCap 5MS/Sil	Restek Rxi-5Sil MS
三乙胺	1.5	7.1	7.7	44
吡啶	2.4	17	5.1	10
4-甲基吡啶	1.7	4.2	4.7	6.1
N,N-二甲基乙酰胺	0.95	3.9	4.6	1.5
2,4-二甲基苯胺	0.95	1.0	1.0	0.99
二环己胺	0.87	0.98	1.1	1.0

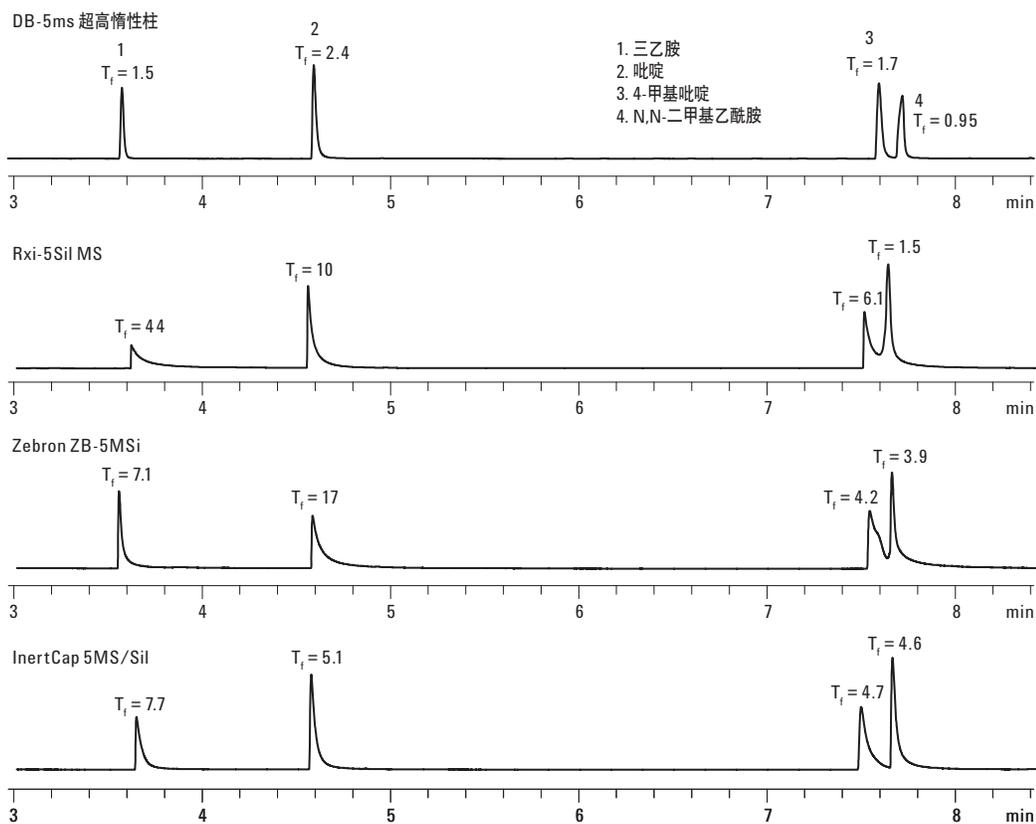


图 2. 四种碱性化合物在安捷伦和非安捷伦柱上的  $T_f$  值，安捷伦 J&W DB-5ms 超高惰性色谱柱超强的惰性明显降低了  $T_f$  值。色谱条件如表 3 中所示

我们用 DB-5ms UI 柱对包括酸性化合物（氯酚）、有机磷农药和芳香位置异构体在内的几组化合物进行了分析。除碱性化合物外，其他化合物都得到了非常好的色谱分析结果。对芳香异构体

的分离表明，该色谱柱对异构体具有独特选择性，没有因提高了惰性而受到影响。图 3 中的色谱图显示不同组别的化合物都获得了非常有利的色谱分析结果，表明 DB-5ms UI 柱具有应用多样性。

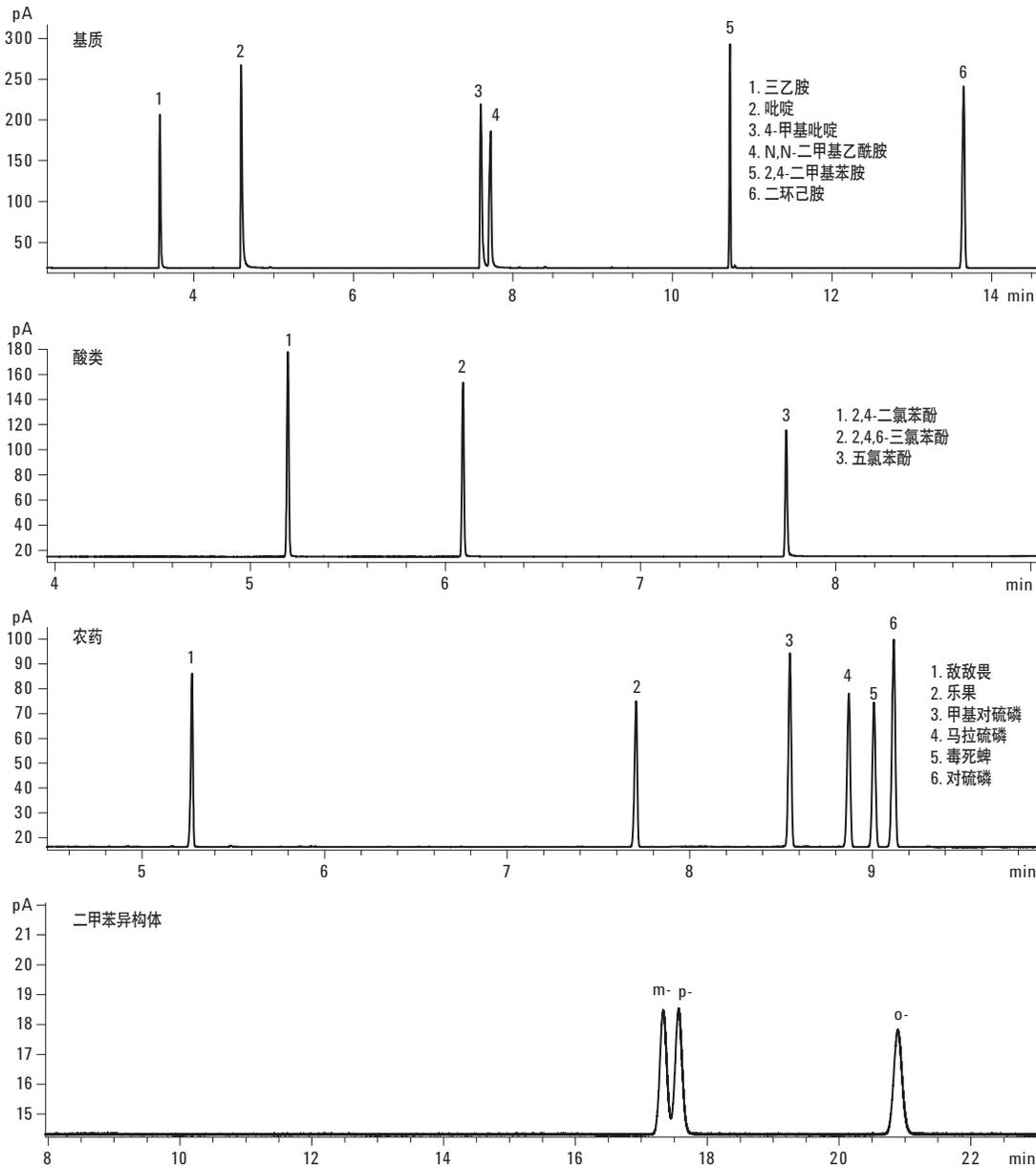


图 3. 用安捷伦 J&W DB-5ms 超惰性色谱柱分离碱性化合物、氯酚、有机磷农药和二甲苯异构体所得的色谱图，各组化合物均获得了卓越的色谱分析结果。色谱条件见表 3 和 6

## 结论

在对同类碱性化合物的分析中，安捷伦 J&W DB-5ms 超惰性气相色谱柱优于非安捷伦色谱柱。高度惰性使活性化合物具有更好的峰形，通过计算拖尾因子 ( $T_r$ ) 可以明显看出来并得以验证。由于用高度惰性的 DB-5ms UI 柱获得了良好峰形，降低了检测限，从而提高了灵敏度。结果清楚地证明了该色谱柱对包括氯酚、芳香异构体和农药在内各组化合物具有卓越的色谱性能。

## 参考文献

- 1 Anon. *Agilent J&W Ultra Inert GC Columns: A New Tool to Battle Challenging Active Analytes*. Agilent Technologies Technical Overview, Publication number 5989-8685EN (2008)
- 2 Doris Smith, Kenneth Lynam. “使用安捷伦 J&W HP-5ms 超高惰性毛细管 GC 柱分析半挥发性有机物” 应用简报, 安捷伦科技公司, 出版号 5990-3416CHCN (2009)
- 3 Jim Luong, Ronda Gras, Walter Jennings. *J. Sep. Sci.*, **30**, 2480 (2007)
- 4 R.L. Grob, E.F. Barry (eds). *Modern Practice of Gas Chromatography*, p. 74. Wiley, Hoboken (2004)
- 5 C.F. Poole. *The Essence of Chromatography*, p. 150. Elsevier B.V., Amsterdam (2002)
- 6 Anon. *Understanding Your ChemStation*, p. 246. Agilent Technologies User Manual, Publication number G2070-91126 (2008)

## 更多信息

这些数据仅代表典型的结果。有关我们的产品与服务的信息，请访问我们的网站 [www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

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

安捷伦不对本文可能存在的错误或由于提供、展示或使用本文所造成的间接损失承担任何责任。

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 5 月 13 日，中国印刷  
5991-4626CHCN



**Agilent Technologies**