

Новая полиэтиленгликолевая колонка для ГХ с более надежной инертностью и увеличенным сроком службы

Полиэтиленгликолевая колонка
Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert

Сравнительный обзор

Авторы

Нгок-А Данг (Ngoc-A Dang)
и Аллен К. Викерс (Allen K. Vickers)
Agilent Technologies Inc.

Введение

В современных методиках ГХ и ГХ-МС, соответствующих строгим требованиям, особое внимание уделяется чувствительности и воспроизводимости в качественном и количественном анализе сложных активных веществ. Для предотвращения адсорбции исследуемых активных соединений на любых активных участках газохроматографического тракта, от ввода до детектирования, этот тракт должен быть полностью инертным. Благодаря своим разработкам усовершенствованных составов для деактивации поверхности [1] компания Agilent успешно повысила инертность всего газохроматографического тракта. Тракт непосредственно контактирует с важнейшими активными веществами, которые с трудом обнаруживаются хроматографическими методами из-за их склонности к разложению или других особенностей. Улучшение деактивации тракта привело к существенному повышению чувствительности и воспроизводимости измерений, проводимых с использованием деактивированной продукции Ultra Inert (UI). В эту линейку продукции входят неполярные или среднеполярные колонки Agilent Ultra Inert [2, 3, 4], лайнеры Agilent Ultra Inert [3, 4], золотые уплотнения Agilent Ultra Inert, сварные элементы оболочки и верхних вставок с делением потока/без деления потока [5], а также трубки из деактивированного плавленого кварца Agilent Ultimate Plus [6]. Знания и опыт, полученные в результате разработки этой продукции, позволили создать полярную колонку WAX Ultra Inert с неподвижной фазой, на 100% состоящей из полиэтиленгликоля. Колонки типа Agilent J&W WAX более 35 лет были отраслевым стандартом. Эти колонки используются для анализа широкого диапазона соединений с полярными функциональными группами, насыщенных соединений в ароматических и пахучих веществах, а также контроля качества промышленных химикатов. В данном сравнительном обзоре представлена колонка для ГХ Agilent DB-WAX Ultra Inert.



Agilent Technologies

Она разрабатывалась и проходила строгую процедуру испытания на инертность с использованием наиболее высокоактивных образцов, которые встречаются в современных методиках. Производительность колонки DB-WAX UI оценивали на основании трех факторов:

- **Показатели инертности:** для их оценки используют сложные тестовые смеси, позволяющие более тщательно проверить активность колонки. Кроме того, посредством испытания на долговечность при 250 °С, максимально допустимой температуре эксплуатации колонки, определяют стабильность уровня инертности.
- **Воспроизводимость от колонки к колонке:** из разных партий случайным образом выбирали 20 колонок DB-WAX UI и определяли воспроизводимость инертности от колонки к колонке.
- **Селективность:** чтобы убедиться в том, что селективность в колонках DB-WAX и DB-WAX UI одинакова, в испытаниях контроля качества отслеживали комбинацию индексов удерживания определенных соединений. Сохранение селективности на том же уровне, что и у колонок DB-WAX, важно для клиентов, которые в течение многих лет используют стандартные колонки DB-WAX [7]. Таким образом переход на версию Ultra Inert осуществляется легко и требует минимальной повторной валидации метода. Нет необходимости создавать заново или менять существующие библиотеки соединений и методы, основанные на колонках DB-WAX.

Было проведено сравнительное исследование инертности колонок DB-WAX UI и колонок WAX других производителей. Экспериментальные условия, за исключением самих колонок, оставались одинаковыми, чтобы сравнение колонок было максимально точным. В целом колонки DB-WAX UI показали превосходную производительность в отношении инертности, устойчивости при максимально допустимой температуре эксплуатации колонок и воспроизводимости от колонки к колонке, что является гарантией наивысшей чувствительности и воспроизводимости аналитических результатов при анализе важнейших активных веществ.

Результаты и обсуждение

Методы тестирования и стандарты

Тестовые образцы контроля качества играют ключевую роль в адекватной оценке инертности колонки и воспроизводимости от колонки к колонке. Как известно, высокоактивные вещества абсорбируются на активных участках колонки. Поэтому необходимо тщательно подбирать композицию этих образцов и их количество на колонку, чтобы обеспечить достаточную степень определения активности колонки [8]. Простые тестовые смеси для контроля качества, содержащие легкоопределяемые образцы, не позволяют правильно оценить инертность из-за того, что активность колонки, возможно, не проявилась в достаточной мере. Тестирование колонок WAX с использованием сложных тестовых образцов обеспечивает воспроизводимые показатели инертности колонок. Это строгое тестирование в конечном счете помогает улучшить воспроизводимость от колонки к колонке и надежность аналитических результатов. Подробное руководство по выбору подходящих и эффективных тестовых образцов контроля качества для оценки показателей инертности колонки приведены в техническом обзоре *Agilent J&W Ultra Inert GC Columns: A New Tool to Battle Challenging Active Analytes* (Колонки для ГХ Agilent J&W Ultra Inert: новый инструмент в борьбе со сложными активными веществами), обзор технической информации [2].

В соответствии с этим руководством были разработаны новые сложные тестовые смеси для критической оценки показателей инертности колонок DB-WAX UI. Более сложные тестовые образцы, такие как 2-этилгексановая кислота, этилмалтол, дициклогексилламин, 2,3-бутандиол и деканаль, присутствуют в критических концентрациях. Инертность колонок WAX определяли на основании формы пиков определяемых активных веществ.

В двух тестовых смесях (DB-WAX UI и модифицированная смесь Grob [9]), которые представлены в табл. 1 и 2, эти определяемые вещества выделены цветом. Влияние других компонентов газохроматографического тракта сводится к минимуму за счет использования лайнеров Agilent Ultra Inert и золотых уплотнений Ultra Inert, которые обеспечивают инертность инжектора во время испытаний колонок.

Таблица 1. Тестовая смесь Agilent DB-WAX UI, в дихлорметане

Номер пика	Agilent DB-WAX UI	Количество на колонку (нг)	Аналитические условия для оценки с тестовой смесью Agilent DB-WAX UI	
1	5-Нонанон	3,3		
2	Деканаль	3,3	<div>Температура инжектора: 250 °C</div> <div>Деление потока: 1:75</div> <div>Вводимый объем: 1 мкл</div> <div>Скорость потока газа-носителя: 1,1 мл/мин, H₂</div> <div>Температура термостата: 130 °C, изотермический режим</div> <div>Пламенно-ионизационный детектор: 260 °C</div>	
3	Пропионовая кислота	3,3		
4	Этиленгликоль	3,3		
5	Гептадекан	1,65		
6	Анилин	3,3		
7	Метилдодеканонат	3,3		
8	2-Хлорофенол	3,3		
9	1-Ундеканол	3,3		
10	Нонадекан	1,65		
11	2-Этилгексановая кислота	6,6		
12	Этилмалтол	6,6		

Таблица 2. Модифицированная тестовая смесь Grob, в дихлорметане

Соединение	Модифицир. смесь Grob	Количество на колонку (нг)	Аналитические условия для модифицированной тестовой смеси Grob	
1	Декан	2,5		
2	Додекан	2,5	<div>Температура инжектора: 250 °C</div> <div>Деление потока: 1:100</div> <div>Вводимый объем: 1 мкл</div> <div>Скорость потока газа-носителя: 1,35 мл/мин, H₂</div> <div>Температура термостата: Начальная температура: 60 °C, рост: 3 °C/мин, Конечная температура: 200 °C</div> <div>Пламенно-ионизационный детектор: 260 °C</div>	
3	Деканаль	2,5		
4	2,3-Бутандиол*	5		
5	1-Октанол	2,5		
6	Сложный МЭЖК C10	2,5		
7	Сложный МЭЖК n-C11	2,5		
8	Дициклогексиламин	5		
9	Сложный МЭЖК n-C12	2,5		
10	2,6-Диметиланилин	2,5		
11	2,6-Диметилфенол	2,5		
12	2-Этилгексановая кислота	5		
13	Этилмалтол	5		

* 2,3-Бутандиол присутствует в виде двух изомеров: RR/SS и мезоизомеров соответственно.

Тестовая смесь DB-WAX UI была создана путем введения критических концентраций активных веществ в имеющуюся тестовую смесь, предназначенную для контроля качества классической колонки Agilent J&W DB-WAX. Это обеспечило эффективное определение активности колонки. Были добавлены определяемые вещества: деканаль, пропионовая кислота, этиленгликоль, 2-этилгексановая кислота, этилмалтол (выделены цветом в табл. 1). Помимо тестовой смеси DB-WAX UI, для дополнительного тестирования инертности использовалась тестовая смесь Grob, содержащая соединения с различными химическими свойствами. Дополнительные активные образцы в этой тестовой смеси (выделены цветом в табл. 2) — это соединения, принадлежащие к нескольким аналитическим группам, встречающимся в методиках анализа ароматических и пахучих веществ, в которых более 35 лет использовались стандартные колонки DB-WAX.

Показатели инертности

На рис. 1 показаны характерные хроматограммы тестовой смеси DB-WAX UI, полученные с использованием пламенно-ионизационного детектора на стандартных колонках DB-WAX и DB-WAX UI после кондиционирования в течение одного часа при 250 °С. Об активности стандартной колонки DB-WAX свидетельствовали размывание хвостов пиков и потеря откликов критических определяемых веществ, таких как пропионовая кислота (пик 3), 2-этилгексановая кислота (пик 11) и этилмалтол (пик 12). Колонка DB-WAX UI позволила получить хорошую форму пиков и значительное улучшение откликов для этих активных образцов. Эти результаты свидетельствуют о превосходных показателях инертности колонки DB-WAX UI.

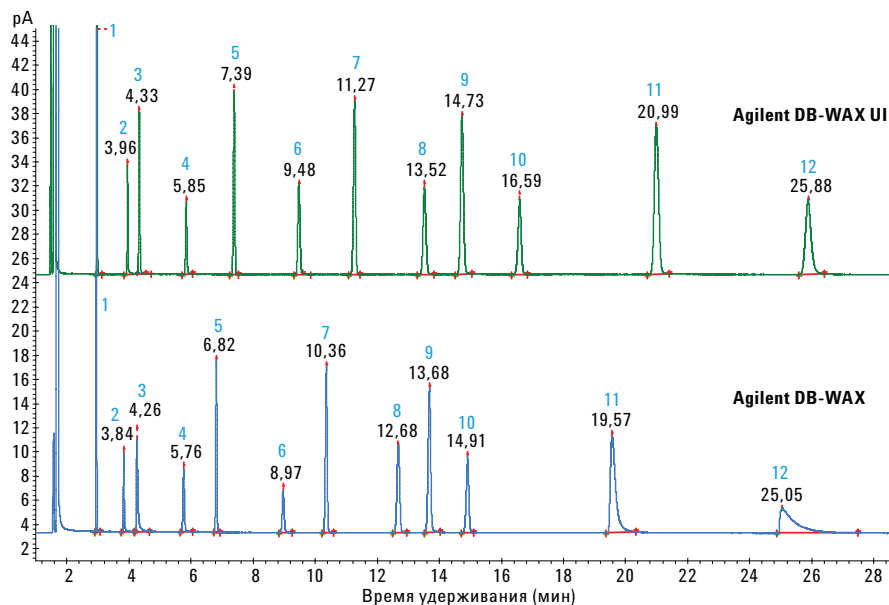


Рис. 1. Пример хроматограмм тестовой смеси Agilent DB-WAX UI, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на стандартной колонке Agilent DB-WAX и колонке Agilent DB-WAX UI после кондиционирования в течение одного часа при 250 °С; условия ГХ и идентификация пиков представлены в табл. 1

Для оценки стабильности уровня инертности при максимально допустимой температуре эксплуатации колонки также проводили испытание на долговечность при 250 °С. Кондиционирование выполняли в течение длительного периода — 50 часов при 250 °С. Испытания контроля качества проводили каждые пять часов кондиционирования при 250 °С. На рис. 2 показан пример хроматограмм модифицированной тестовой смеси Grob, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на колонке DB-WAX UI после кондиционирования в течение одного часа и 50 часов при 250 °С. Хорошая форма пиков и отклики деканала (пик 3), 2,3-бутандиола (пики 4a и 4b), дициклогексиламина (пик 8), 2-этилгексановой кислоты (пик 12) и этилмалтола (пик 13) в этой тестовой смеси указывают на превосходные показатели инертности данной колонки. Хорошая инертность сохранялась даже после длительного воздействия максимально допустимой температуры — 250 °С. Такие результаты демонстрируют превосходную стабильность уровня инертности колонки DB-WAX UI, обеспечение воспроизводимых аналитических результатов и продление срока службы колонки.

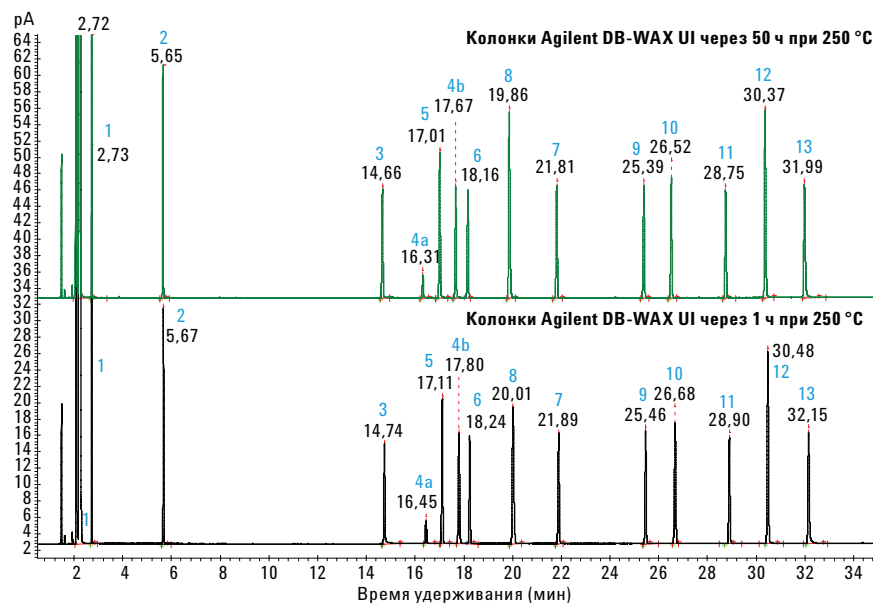


Рис. 2. Пример хроматограмм модифицированной тестовой смеси Grob, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на колонке Agilent DB-WAX UI после кондиционирования в течение одного часа и 50 часов при 250 °С; условия ГХ и идентификация пиков представлены в табл. 2

Воспроизводимость от колонки к колонке — необходимое условие для обеспечения воспроизводимости в качественном и количественном анализе. Из разных партий случайным образом выбирали 20 колонок DB-WAX UI для оценки воспроизводимости показателей инертности колонок. Для оценки формы пиков активных соединений, таких как пропионовая кислота, деканаль и 2,3-бутандиол, использовали параметр асимметрии пика на 10% его высоты. На рис. 3 продемонстрирована хорошая воспроизводимость инертности от колонки к колонке, о чем свидетельствует небольшое отклонение в значениях асимметрии пиков на 10% высоты пиков этих активных соединений, полученное на выборке из 20 колонок DB-WAX UI.

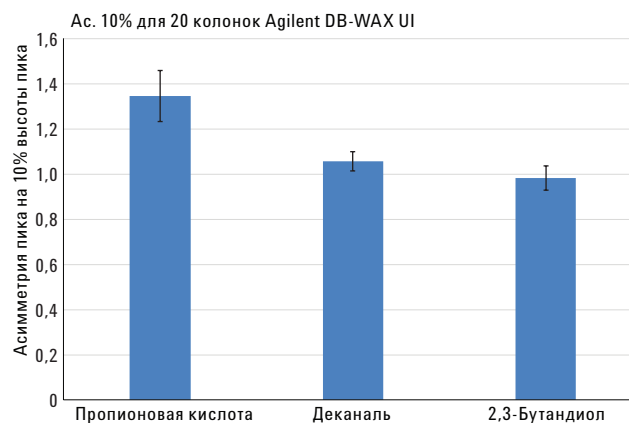


Рис. 3. Асимметрия пика на 10% высоты пика (Ас. 10%) пропионовой кислоты, деканала и 2,3-бутандиола на 20 колонках Agilent DB-WAX UI, выбранных из разных партий случайным образом; испытания контроля качества проводили после кондиционирования в течение 11 часов при 250 °C

Идентичная селективность

Одним из важнейших параметров оценки колонки, помимо инертности, является селективность. Во многих методиках традиционно применяются стандартные колонки DB-WAX. Поэтому важным преимуществом является одинаковая селективность колонок DB-WAX и DB-WAX UI. Она гарантирует простой и быстрый переход на новые колонки, с минимальной повторной валидацией метода. Это позволяет избежать рисков, связанных с воссозданием или изменением существующих библиотек соединений или аналитических методов, основанных на колонке DB-WAX. Селективность колонки часто определяют, используя комбинацию индексов удерживания некоторых целевых веществ в тестовой смеси контроля качества. Измеряли индексы удерживания для колонок DB-WAX UI и сравнивали их с настоящими техническими характеристиками колонок DB-WAX [7] (данные не показаны). Результаты указывают на отсутствие значительных различий в индексах удерживания для колонок DB-WAX UI и DB-WAX — это подтверждает одинаковую селективность этих двух типов колонок. Кроме того, одинаковая селективность этих двух типов колонок была продемонстрирована в ходе анализа сложных метиловых эфиров жирной кислоты (МЭЖК), показанных на рис. 4. На рисунке показано, что колонка DB-WAX UI идентична колонке DB-WAX, а ниже указаны времена удерживания и для колонки DB-WAX [10]. Одинаковая селективность этих двух типов колонок также была продемонстрирована в ходе анализа эфирного масла лаванды [11].

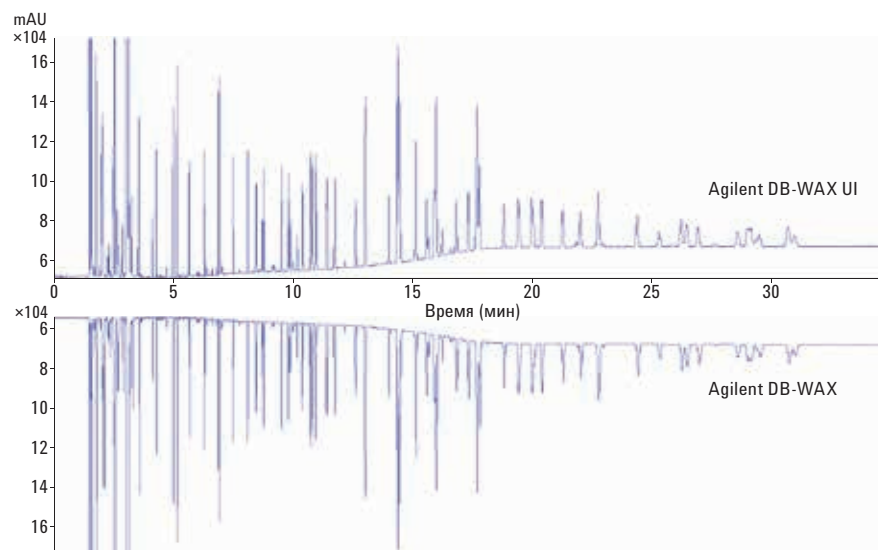


Рис. 4. Пример хроматограмм расширенной смеси сложных МЭЖК, состоящей из 72 соединений, с фиксацией времени удерживания, полученных на колонках Agilent DB-WAX UI и Agilent DB-WAX с помощью пламенно-ионизационного детектора

Условия испытаний

Колонка:	Agilent DB-WAX UI, 30 м × 0,25 мм, 0,25 мкм (кат. № 122-7032UI) или Agilent DB-WAX (кат. № 122-7032)		
Испаритель:	Сварной узел инертного тракта с делением потока/без деления потока (кат. № G3970A)		
Детектор:	ПИД		
Температура испарителя:	250 °C		
Вводимый объем:	1 мкл		
Коэффициент деления потока:	1/50		
Газ-носитель:	Водород		
Давление на входе:	Метилстеарат с фиксацией времени удерживания до 14 000 мин. Режим постоянного давления (давление приблизительно 53 кПа при 50 °C см/с, 36 см/с при 50 °C)		
Температура термостата:	Удерживание от 50 °C, 1 мин, 25 °C/мин до 200 °C, 3 °C/мин до 230 °C, 18 мин		
Температура детектора:	280 °C		
Газы детектора:	Водород:	40 мл/мин	
	Воздух:	450 мл/мин	
	Вспомогательный газ гелий:	30 мл/мин	
Расходные материалы для тракта:	Лайнер с малым перепадом давления Ultra Inert (кат. № 5190–2295) Золотое уплотнение UI (кат. № 5190–6144) Самозатягивающаяся накидная гайка для колонки (кат. № 5190–6194) Втулки, графит-Vespel (кат. № 5181–3323 10Pk) Долговечная септа (кат. № 5183–4761)		

Сравнительное исследование

Было проведено сравнительное исследование с целью сравнения показателей инертности и термической стабильности колонок DB-WAX UI и отдельных колонок WAX различных производителей. Были выбраны следующие колонки WAX других производителей: Stabilwax, Stabilwax-MS и ZB-WAXplus. Испытание инертности проводили после кондиционирования колонок в течение одного часа при 250 °С, используя тестовую смесь DB-WAX UI и модифицированную тестовую смесь Grob. Для колонок, проверяемых на инертность, испытания на долговечность проводили в течение 50 часов при 250 °С, а для других колонок — с умеренной термической нагрузкой при максимально допустимой температуре эксплуатации соответствующей колонки. Испытания контроля качества проводили через каждые пять часов кондиционирования при 250 °С. Все остальные аналитические условия оставались одинаковыми, чтобы сравнение колонок было максимально точным.

Колонки Stabilwax и Stabilwax-MS имели одинаковые показатели инертности для пропионовой кислоты, 2-этилгексановой кислоты и этилмалтола. Размывание хвостов пиков этих активных веществ также наблюдалось для колонок ZB-WAXplus при использовании тестовой смеси DB-WAX UI. На рис. 5 показан пример хроматограмм, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на колонках Stabilwax, Stabilwax-MS и ZB-WAXplus в сравнении с хроматограммой на колонке DB-WAX UI при кондиционировании в течение одного часа при 250 °С. Кроме того, инертность этих колонок стремительно ухудшалась в ходе испытания на долговечность при 250 °С. На рис. 6 показан пример хроматограмм, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на этих колонках в сравнении с хроматограммой на колонке DB-WAX UI после 50-часового кондиционирования при 250 °С при использовании тестовой смеси DB-WAX UI.

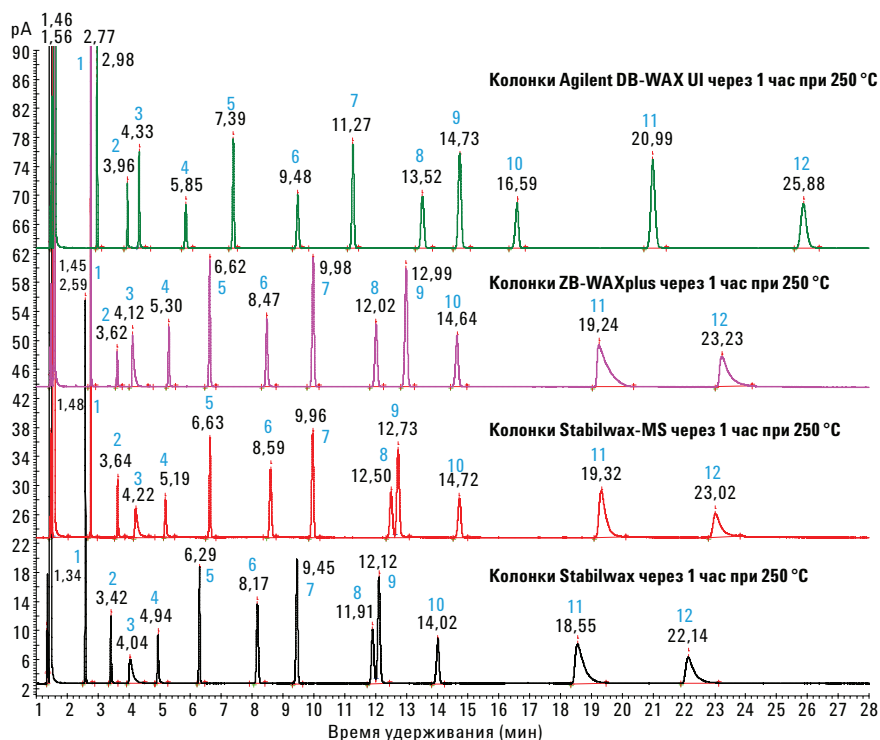


Рис. 5. Пример хроматограмм тестовой смеси Agilent DB-WAX UI, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на колонках Agilent DB-WAX UI, Stabilwax, Stabilwax-MS и ZB-WAXplus после кондиционирования в течение одного часа при 250 °С; условия ГХ и идентификация пиков представлены в табл. 1

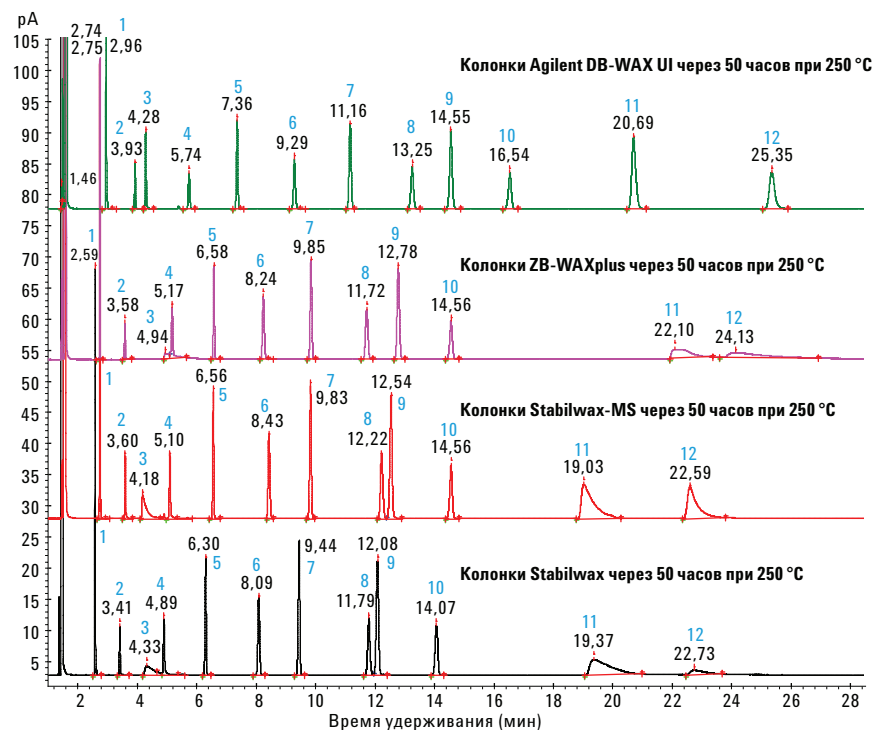


Рис. 6. Пример хроматограмм тестовой смеси Agilent DB-WAX UI, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на колонках Agilent DB-WAX UI, Stabilwax, Stabilwax-MS и ZB-WAXplus после кондиционирования в течение 50 часов при 250 °C; условия ГХ и идентификация пиков представлены в табл. 1

В табл. 3 сведены сравнительные показатели инертности для колонок DB-WAX UI, Stabilwax, Stabilwax-MS и ZB-WAXplus, полученные с использованием значений асимметрии пиков на 10% высоты пиков наиболее активных образцов в модифицированной тестовой смеси Grob. Результаты испытаний контроля качества через один час кондиционирования при 250 °C (табл. 3А) и 50 часов при 250 °C (табл. 3В).

Таблица 3. Сводные значения асимметрии пиков на 10% их высоты, полученные на колонках Agilent DB-WAX UI, Stabilwax, Stabilwax-MS и ZB-WAXplus с использованием модифицированной тестовой смеси Grob; асимметрия пиков активных веществ варьировалась в диапазонах, обозначенных зеленым, желтым и красным цветами

А. 1 час при 250 °C: Зеленый: Ас. (10%) ≤ 1,5. Желтый: 1,5 < Ас. (10%) ≤ 2. Красный: Ас. (10%) > 2

Колонка	2-Этилгексано- вая кислота	2,3-Бутандиол	Этилмалтол	Деканаль	Дициклогекси- ламин
DB-WAX UI					
Stabilwax					
Stabilwax-MS					
ZB-WAXplus					

В. 50 часов при 250 °C: Зеленый: Ас. (10%) ≤ 1,5. Желтый: 1,5 < Ас. (10%) ≤ 2. Красный: Ас. (10%) > 2

Колонка	2-Этилгексано- вая кислота	2,3-Бутандиол	Этилмалтол	Деканаль	Дициклогекси- ламин
DB-WAX UI					
Stabilwax					
Stabilwax-MS					
ZB-WAXplus					

Сильно активные вещества обычно дают более низкие пики и отклики из-за их адсорбции на активных участках по всему тракту, от инжектора до детектора. В данном испытании аналитические условия, за исключением самих колонок, оставались одинаковыми. Поэтому различия в высоте пиков и откликах критических образцов можно связать с инертностью проверяемых колонок. На рис. 7 показаны соотношения высоты пиков некоторых активных соединений и инертного определяемого вещества (н-С19) в тестовой смеси DB-WAX UI на колонках DB-WAX UI, Stabilwax, Stabilwax-MS и ZB-WAXplus. Соотношения высоты пиков для пропионовой кислоты, 2-этилгексановой кислоты и этилмалтола на колонке DB-WAX UI были выше, чем соответствующие соотношения на других колонках WAX, как через один час, так и через 50 часов кондиционирования при 250 °С. Такие результаты убедительно доказывают, что колонка DB-WAX UI характеризуется повышенной инертностью по сравнению с другими колонками WAX с четким улучшением соотношений высоты пиков высокоактивных веществ относительно инертного алкана. Результатом стало значительное повышение чувствительности. На рис. 7 также показано, что для колонки DB-WAX UI соотношения высоты пиков этих образцов остаются стабильными и через 50 часов кондиционирования при 250 °С. Такие результаты четко указывают на превосходную термическую стабильность при максимально допустимой температуре эксплуатации колонки DB-WAX UI, что значительно повышает воспроизводимость аналитических результатов и продлевает срок службы колонки. Для колонок Stabilwax-MS и ZB-WAXplus, напротив, наблюдалось существенное снижение этих соотношений высоты пиков через 50 часов кондиционирования при 250 °С. В результате для колонки Stabilwax-MS наблюдалось снижение чувствительности приблизительно в два раза, а для колонки ZB-WAXplus — более чем в четыре раза.

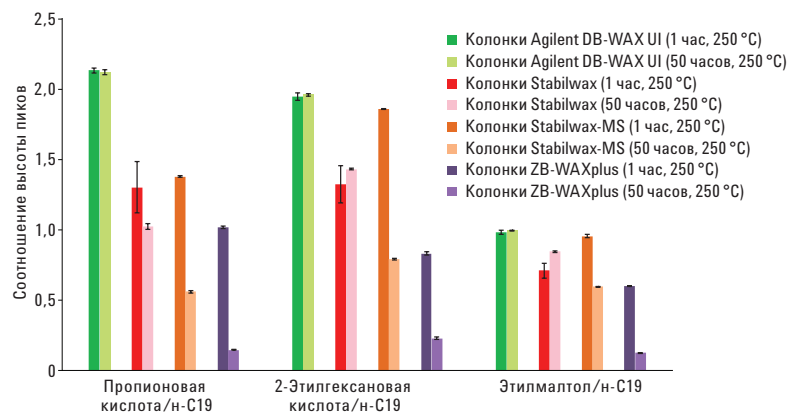


Рис. 7. Соотношения высоты пиков активных соединений (пропионовой кислоты, 2-этилгексановой кислоты, этилмалтола) и инертного соединения (н-С19), содержащихся в тестовой смеси Agilent DB-WAX UI, полученные на колонках Agilent DB-WAX UI, StabilWAX, Stabilwax-MS и ZB-WAXplus

Также проводили оценку инертности трех колонок WAX, недавно появившихся под марками, обозначенными здесь как G, ТК и М. Определение показателей инертности и испытания на долговечность при 250 °С проводили описанным выше образом, используя тестовую смесь DB-WAX UI и модифицированную тестовую смесь Grob.

Колонка марки G показала размывание хвостов пиков 2,3-бутандиола (пики 4a и 4b) при использовании модифицированной тестовой смеси Grob (рис. 8).

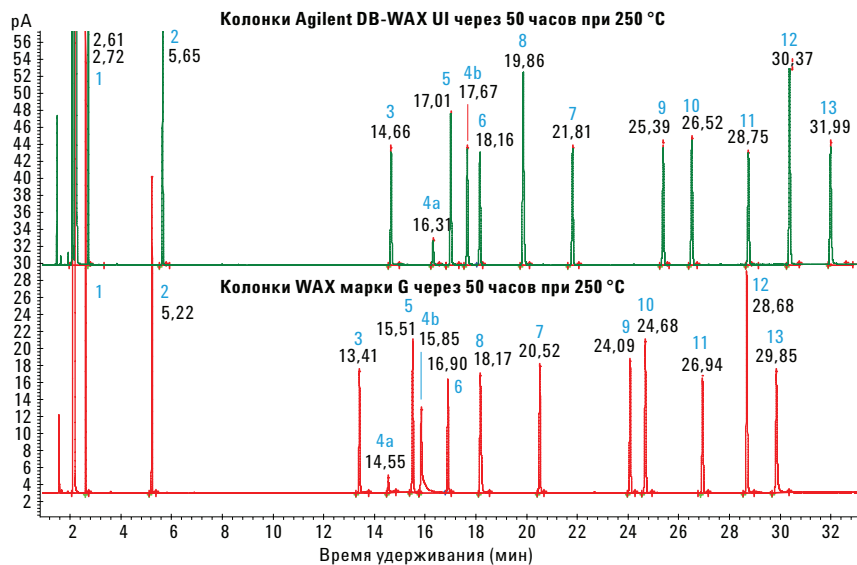


Рис. 8. Пример хроматограмм модифицированной тестовой смеси Grob, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на колонке Agilent DB-WAX UI и колонке WAX марки G после кондиционирования в течение 50 часов при 250 °С; условия ГХ и идентификация пиков представлены в табл. 2

На рис. 9 представлены показатели инертности колонки марки ТК после кондиционирования в течение одного часа и 50 часов при 250 °С при использовании тестовой смеси DB-WAX UI. Для этой колонки наблюдалась приемлемая инертность через один час кондиционирования при 250 °С. Однако в ходе испытания на долговечность при 250 °С показатели инертности стремительно ухудшались. Через 50 часов кондиционирования при 250 °С наблюдалось серьезное размывание хвостов пиков более активных соединений, включая пропионовую кислоту (пик 3), 2-этилгексановую кислоту (пик 11) и этилмалтол (пик 12). Аналогичная тенденция существенного снижения показателей инертности этой колонки относительно кислот и этилмалтола наблюдалась и при использовании модифицированной тестовой смеси Grob (рис. 10). В результате воздействия широкого диапазона соединений с различными химическими свойствами, содержащихся в модифицированной тестовой смеси Grob, наблюдалось размывание хвостов пиков других активных веществ, таких как деканаль (пик 3), 2,3-бутандиол (пики 4a и 4b) и дициклогексиламин (пик 8).

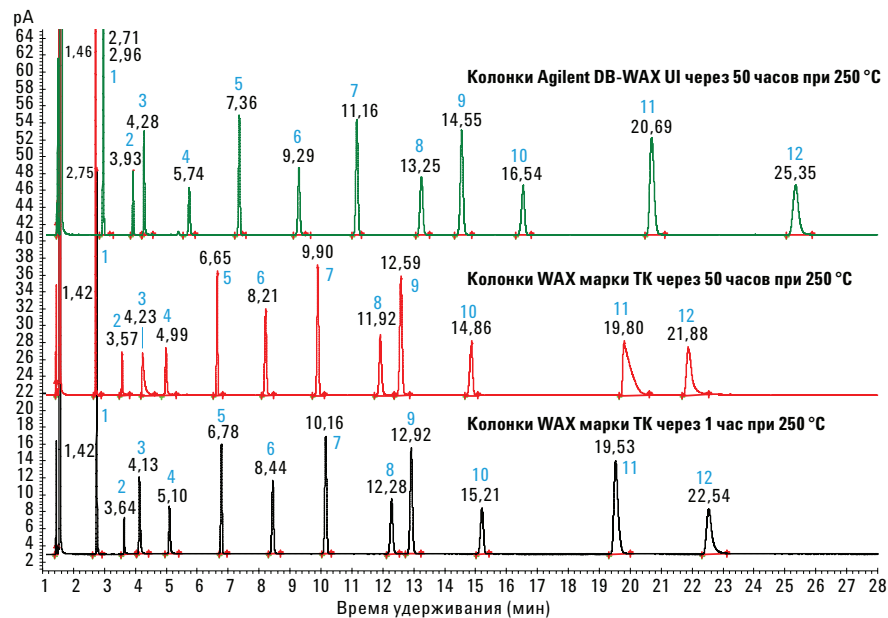


Рис. 9. Пример хроматограмм тестовой смеси Agilent DB-WAX UI, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на колонке WAX марки ТК после кондиционирования в течение одного часа и 50 часов при 250 °C, в сравнении с аналогичной хроматограммой, полученной на колонке Agilent DB-WAX UI после кондиционирования в течение одного часа и 50 часов при 250 °C; условия ГХ и идентификация пиков представлены в табл. 1

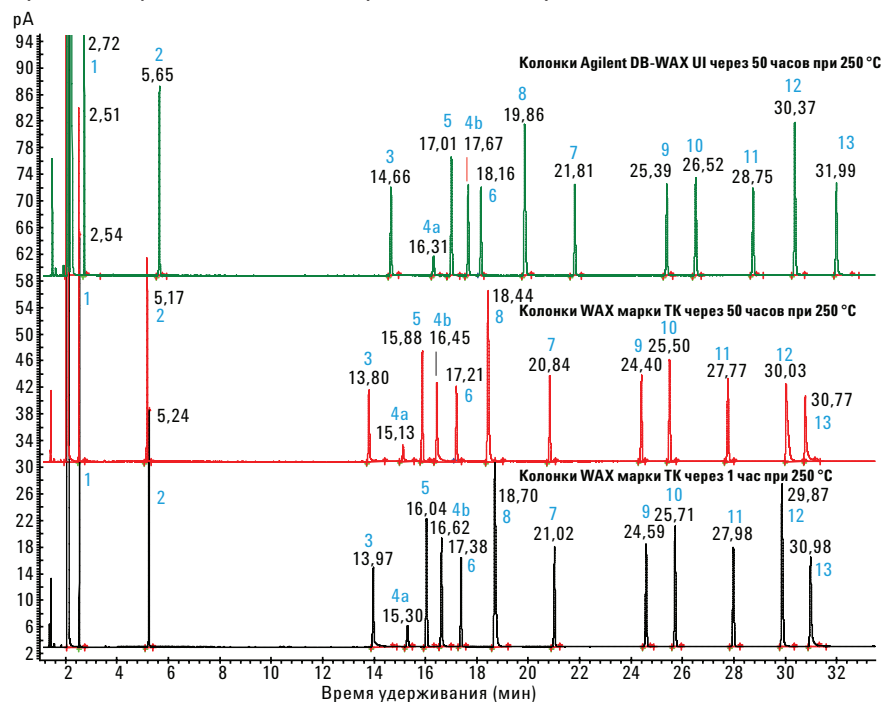


Рис. 10. Пример хроматограмм модифицированной тестовой смеси Grob, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на колонке WAX марки ТК после кондиционирования в течение одного часа и 50 часов при 250 °C, в сравнении с аналогичной хроматограммой, полученной на колонке Agilent DB-WAX UI после кондиционирования в течение одного часа и 50 часов при 250 °C; условия ГХ и идентификация пиков представлены в табл. 2

На рис. 11 показан пример хроматограмм, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора, для определения показателей инертности и испытания на долговечность. Хроматограммы были получены на колонке марки М через 50 часов кондиционирования при 250 °С с использованием модифицированной тестовой смеси Grob. Размывание хвостов пиков наблюдалось для нескольких активных веществ, включая деканаль (пик 3), 2,3-бутандиол (пики 4а и 4b), дициклогексиламин (пик 8), 2-этилгексановую кислоту (пик 12) и этилмалтол (пик 13).

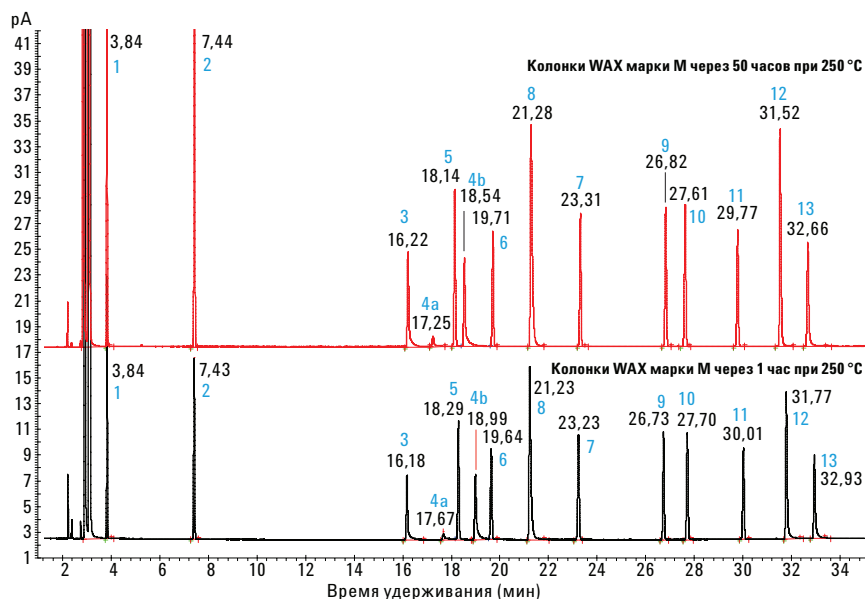


Рис. 11. Пример хроматограмм модифицированной тестовой смеси Grob, полученных с использованием пламенно-ионизационного детектора на колонке WAX марки М после кондиционирования в течение одного часа и 50 часов при 250 °С; условия ГХ и идентификация пиков представлены в табл. 2

Для более точной классификации показателей инертности колонок WAX в этом сравнительном исследовании активность колонок определяли с использованием сложных тестовых образцов контроля качества. Ни одна представленная на рынке колонка WAX не демонстрирует идеальную инертность для всех определяемых активных веществ, содержащихся в тестовой смеси DB-WAX UI и модифицированной тестовой смеси Grob. Однако, по сравнению с другими колонками WAX, колонки DB-WAX Ultra Inert демонстрируют намного превосходящие показатели инертности. Такое повышение инертности способствует значительному повышению чувствительности и воспроизводимости при анализе широкого диапазона определяемых активных веществ, которые присутствуют в критически малых концентрациях. Повышенная долговечность колонки DB-WAX UI при максимально допустимой температуре эксплуатации повышает надежность этой колонки и воспроизводимость аналитических результатов на протяжении всего срока службы.

Выводы

В сравнении с другими колонками WAX, участвующими в данном исследовании, колонка Agilent DB-WAX Ultra Inert продемонстрировала в целом превосходные показатели инертности, термическую стабильность и воспроизводимость инертности от колонки к колонке. Кроме того, селективность на уровне колонки Agilent J&W DB-WAX значительно упрощает переход на усовершенствованную версию Ultra Inert, с минимальной повторной валидацией метода. Для имеющихся методик не требуется создавать заново или менять существующие библиотеки соединений или методы, основанные на колонках DB-WAX. Настоятельно рекомендуется использовать колонки DB-WAX UI для любых современных методик ГХ и ГХ-МС, соответствующих строгим требованиям и имеющих дело с критическими концентрациями более активных веществ. Благодаря превосходным рабочим показателям колонка DB-WAX UI становится надежным выбором для получения в высшей степени чувствительных, воспроизводимых и надежных аналитических результатов.

Таблица 4. Инструкции по заказу колонок Agilent DB-WAX Ultra Inert; доступны различные внутренние диаметры, длины и толщины пленки неподвижной фазы

Каталожный номер	Описание
121-7022UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 20 м, 0,18 мм, 0,18 мкм
121-7023UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 20 м, 0,18 мм, 0,30 мкм
122-7012UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 15 м, 0,25 мм, 0,25 мкм
122-7032UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 30 м, 0,25 мм, 0,25 мкм
122-7033UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 30 м, 0,25 мм, 0,50 мкм
122-7062UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 60 м, 0,25 мм, 0,25 мкм
122-7063UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 60 м, 0,25 мм, 0,50 мкм
123-7012UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 15 м, 0,32 мм, 0,25 мкм
123-7032UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 30 м, 0,32 мм, 0,25 мкм
123-7033UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 30 м, 0,32 мм, 0,50 мкм
123-7062UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 60 м, 0,32 мм, 0,25 мкм
123-7063UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 60 м, 0,32 мм, 0,50 мкм
125-7012UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 15 м, 0,53 мм, 1,00 мкм
125-7031UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 30 м, 0,53 мм, 0,25 мкм
125-7032UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 30 м, 0,53 мм, 1,00 мкм
125-7037UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 30 м, 0,53 мм, 0,50 мкм
125-7062UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 60 м, 0,53 мм, 1,00 мкм
127-7012UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 10 м, 0,10 мм, 0,10 мкм
128-7022UI	Agilent DB-WAX Ultra Inert 25 м, 0,20 мм, 0,20 мкм

Литература

1. Hastings, M.; Vickers, A. K.; George, C. Inertness Comparison of Samples of 5% Phenyltrimethylpolysiloxane Columns. Poster Presentation, 54th Annual Pittsburgh Conference, Orlando, FL. March **2003** [Хастингс М., Викерс А. К., Джордж С. Сравнение инертности образцов колонок с 5% фенилтриметилполисилоксана. Доклад, 54-я ежегодная Питтсбургская конференция, Орландо, штат Флорида, март 2003 г.].
2. *Agilent J&W Ultra Inert GC Columns: A New Tool to Battle Challenging Active Analytes*; Technical overview, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5989-8665EN, **2008** [Колонки для ГХ Agilent J&W Ultra Inert: новый инструмент в борьбе со сложными активными веществами; обзор технической информации, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5989-8665EN, 2008 г.].
3. Lynam, K.; Smith, D. *Ultra Inert (UI) Wool Liner Performance Using an Agilent J&W DB-35ms UI Column with and without an Analyte Protectant for Organophosphorus (OP) Pesticides*; Application note, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5990-8235EN, **2012** [Линам К., Смит Д. Показатели лайнеров со стекловатой Ultra Inert (UI) при использовании колонки Agilent J&W DB-35ms UI с протектором аналитов для фосфатных пестицидов без него; рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5990-8235EN, 2012 г.].
4. Zhao, L.; Broske, A.; Mao, D.; Vickers, A. *Evaluation of the Ultra Inert Liner Deactivation for Active Compounds Analysis by GC*; Technical overview, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5990-7380EN, **2011** [Чжао Л., Броске А., Мао Д. Викерс А. оценка деактивации лайнера Ultra Inert для анализа активных соединений методом ГХ; обзор технической информации, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5990-7380EN, 2011 г.].
5. Lynam, K. *Agilent Inert Flow Path Enhancements Improve Drugs of Abuse Testing*; Application note, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5991-1859EN, **2013** [Линам К. Усовершенствование инертного тракта Agilent улучшает тестирование наркотических препаратов; рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5991-1859EN, 2013 г.].
6. *Agilent Ultimate Plus fused silica tubing*; Technical overview, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5991-5142EN, **2014** [Трубки из плавленого кварца Agilent Ultimate Plus; обзор технической информации, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5991-5142EN, 2014 г.].
7. The Sadtler Standard Gas Chromatography Retention index Library, Sadtler Research Laboratories, Philadelphia, **1984** [Библиотека Sadtler стандартных индексов удерживания в газовой хроматографии, Sadtler Research Laboratories, Филадельфия, 1984 г.].
8. Luong, J.; Gras, R.; Jennings, W. An Advanced Solventless Column Test for Capillary GC Columns, *J. Sep. Sci.* **2007**, 30, 2480–2492. [Люонг Дж., Грас Р., Дженнингс У. Расширенный тест колонок без растворителя для капиллярных колонок для ГХ; *J. Sep. Sci.*, 2007 г., 30, 2480–2492].
9. Grob Jr., K.; Grob, G.; Grob, K. Comprehensive, Standardized Quality Test for Glass Capillary Columns, *J. Chrom. A* August **1978**, 156, Issue 1, 21, p. 120 [Гроб Дж. К., Гроб Дж., Гроб К. Комплексный, стандартизированный контроль качества для стеклянных капиллярных колонок; *J. Chrom. A* август 1978 г., 156, выпуск 1, 21, стр. 120].
10. David, F.; Sandra, P.; Wylie, P. L. *Improving the Analysis of Fatty Acid Methyl Esters Using Retention Time Locked Methods and Retention Time Databases*; Application note, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5988-5871EN, **2003** [Дэвид Ф., Сандра П., Уайли П. Л. Усовершенствование анализа метиловых эфиров жирных кислот с использованием методов с фиксацией времени удерживания и баз данных времени удерживания; рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5988-5871EN, 2003 г.].
11. Zou, Y. *Analysis of Lavender Essential Oil by Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert Capillary GC Columns*; Application note, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5991-6635EN, **2016** [Зюу И. Анализ эфирного масла лаванды на капиллярных колонках для ГХ Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert; рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc., номер публикации 5991-6635EN, 2016 г.].

DB-Wax и DB-Wax UI — это зарегистрированные торговые наименования компании Agilent Technologies, Inc.

Дополнительная информация

Представленные данные отражают характерные результаты. Дополнительную информацию о продуктах и услугах нашей компании см. на веб-сайте www.agilent.com/chem.

www.agilent.com/chem

Компания Agilent не несет ответственности за возможные ошибки в настоящем документе, а также за убытки, связанные или являющиеся следствием получения настоящего документа, ознакомления с ним и его использования.

Информация, описания и спецификации в настоящем документе могут быть изменены без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2016
Напечатано в США
11 июля 2016 г.
5991-6683RU



Agilent Technologies