

微板流路控制技术：吹扫 Ultimate 接头

缩短停机时间, 提高实验室分析效率

The Measure of Confidence



Agilent Technologies

执行一次可靠的常规维护仅需数分钟，而此前需要数小时



任何 GC/MS 系统的常规操作通常都需要适当维护进样口和色谱柱。在维护时，必须关闭质谱仪、冷却并放空系统。完成维护后，必须重启系统，抽真空，在重新分析样品之前要老化系统，这样便造成了很多停机时间。

实验室可受益于可靠的常规维护方法，该方法无需对 GC/MS 系统进行冷却和放空，这对于高通量运行而言意义非凡。然而，在快速维护流路系统方面，此前的设计有几个缺点：

- » 金属接头较大，热容较高，不能很好地与柱箱温度保持一致
- » 长期多次柱箱温度循环可引起泄漏，有损坏 MS 离子源的风险
- » 内表面是非惰性的，导致峰展宽或分析物损失

吹扫 Ultimate 接头是一种行之有效的解决方案，成功消除了上述缺点

安捷伦的微板流路控制技术吹扫 Ultimate 接头，有时也被称为压力控制三通 (PCT)，其设计目的是为在现有 GC 或 GC/MS 方法中实现简单的反吹功能。它克服了上述所有缺陷，同时具有下列优势：

- 无需冷却和放空 MSD 便可快速拆卸或更换色谱柱
- 通过阻止空气进入 MSD 实现了无风险的进样口和色谱柱维护
- 用反吹模式去除高分子量化合物，从而缩短了分析时间，提高了样品通量

工作原理：

功能多样，可执行同步吹扫和运行后吹扫

反吹配置：

吹扫 Ultimate 接头的基本配置是每个检测器配置一个进样口 (S/SL、MMI 或 PTV)。但是，它可用于几种反吹装置中。

柱后：反吹向导将调整条件以抵消由离子源引起的出口压力变化，从而对柱后短距离内的流路加以控制。

有涂层和无涂层的预柱：需要两根色谱柱，可以在等长中点处由吹扫接头连接，或者由吹扫接头将较短 (5 m) 的第一部分与较长的第二部分 (15 m) 连接。

反吹模式：

运行反吹后：易于配置，在最后一个目标化合物的峰流出后进行反吹。

同步反吹：反吹在数据采集期间进行，无需执行后运行程序，节省了时间，提高了实验室分析效率。

* 建议仅在保留间隙较短以及两根色谱柱不等长的条件下使用。

简化维护操作，同时不影响检测限

反吹技术是在下一次进样前，将较晚从色谱柱中流出的化合物在到达质谱仪之前去除，因此有利于维护气相色谱系统和质谱离子源。该实例展示了在选择反应监测时使用吹扫 Ultimate 接头 (PCT) 配置对 GC/MS 进行快速日常反吹的结果。采用简单的 PCT 配置，可在无需放空质谱系统或不降低检测限的情况下进行快速的色谱柱和进样口维护。

重复进样显示，272 和 241 m/z 离子对的峰面积或高度在统计学上没有显著的差异 (表 1)。此外，增加 PCT 后并未影响到保留时间的重现性，在有 PCT 和无 PCT 的分析中，标准偏差均小于 0.1 秒。(由于绝对流量和长度略有不同，绝对保留时间也会略有变化)。虽然在选择反应模式中的噪音都很低，但是两种配置的信噪比大致相等。图 1 很好地展示了两种配置间信噪比的一致程度。

气相色谱配置	保留时间 偏差 (s)	归一化的 MRM 信号面积	RSD (%)	归一化的 MRM 信号高度	RSD (%)	归一化的 MRM 信噪比
无 PCT 的连续 色谱柱	0.063	1	14	1	15	1
有 PCT	0.098	1.1	15	1.0	16	1.2

表 1. 对于 MRM 272 → 241 (OFN)，使用 PCT 和连续色谱柱的结果比较。为了简化比较结果，将峰面积、峰高和信噪比 (S/N) 对标准配置分析结果进行了归一化处理

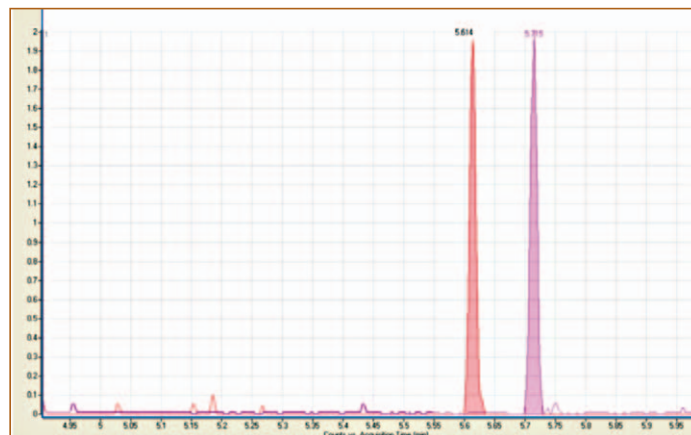


图 1. 不使用 PCT 的 OFN 272 和 241 m/z 离子对 (5.614 min) 和使用 PCT 的 OFN 272 和 241 m/z 离子对 (5.715 min)。对两者应用的绝对丰度坐标相同

使用反吹和吹扫 Ultimate 接头维持保留时间

该压力控制三通配置提供了一种可实现快速反吹的简单方法，有助于维护与所有质谱系统联用的气相色谱仪。如果任何系统的保留时间都是固定的，那么，当色谱柱被截短或更换后，就无需更改复杂的质谱采集方法，如选择离子监测模式和多反应监测 (MRM) 模式。同样，化合物在数据分析中的保留时间也不变，这就简化了鉴定、定量和化合物保留时间数据库的使用。应用简单的“机械保留时间锁定”可快速地再次使用 GC/MS 进行采集，无需更改方法或其它复杂的操作 (表 2)。

化合物	保留时间误差 (s)
敌敌畏	-0.66
速灭磷	-0.66
灭线磷	-0.9
治螟磷	-0.36
甲拌磷	-0.96
地虫磷	-0.54
二嗪农	-0.48
乙拌磷	-0.48
甲基毒死蜱	0.06
甲基对硫磷	-0.78
皮蝇硫磷	-0.42
杀螟松	-0.42
马拉松	-0.12
毒死蜱	-0.12
倍硫磷	-0.36
杀虫畏	0.12
苯线磷	0
丙硫磷	0.06
脱叶磷	0.12
乙硫磷	0.48
硫丙磷	0.18
三硫磷	0.18
EPN	0.42
谷硫磷	0.36
乙基谷硫磷	0.72
蝇毒磷	2.3

表 2. 使用吹扫接头和不带吹扫的接头得到的选择保留时间误差

欲了解通过保留时间锁定功能生成固定通用化合物保留时间的方法，请参见安捷伦应用简报 5990-4643EN。

您需要什么?



7890 GC 或 6890N GC 联用 5977A 系列 GC/MSD

吹扫 Ultimate 接头附件

- 强烈建议在现场进行安装和验证

辅助 EPC 模块

- 辅助 EPC 模块

高温 Siltite 密封垫圈和接头

- 包含在吹扫 Ultimate 接头选件和附件中

限流器

- 100 μm 和 110 μm 内径的限流器各两个，包含在吹扫 Ultimate 接头选件和附件中

流量计算器或方法转换软件

- 包含在吹扫 Ultimate 接头选件和附件中

更多信息

如需了解更多关于安捷伦微板流路控制技术的信息，请访问
agilent.com/chem/CapillaryFlowTechnology

在线购买或查找当地的安捷伦客户中心：

agilent.com/chem/contactus

安捷伦客户服务中心：

免费专线：**800-820-3278**

400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

customer-cn@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/quote:cn

本文中的信息如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2013
2013 年 6 月 10 日, 中国印刷
5991-1114CHCN



Agilent Technologies