7890A GC 上基于气流调制的全二维色谱系统

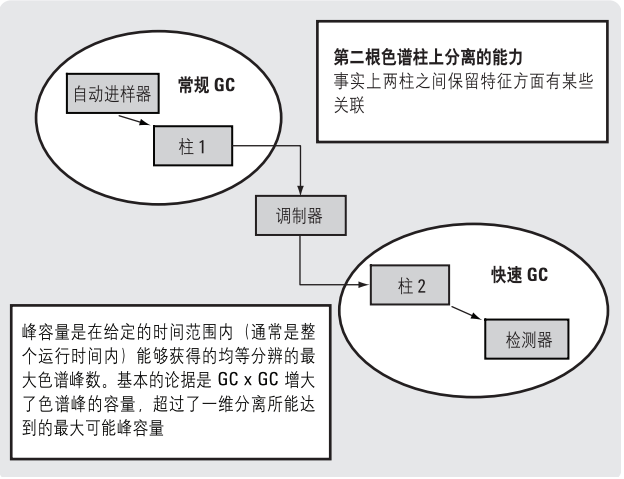
应用

引言

一个硬件解决方案实现了在 7890A 上进行的全二维色谱分析操作，该系统采用了由 7890A GC 控制的微板流路调节控制器。系统由工厂校验后提供，使用一个 FID 检测器，其他检测器，最好是那些在 50 赫兹或更大频率条件下工作的检测器，都可以使用。

全二维 GC 或者 GC x GC 具有强有力的分离能力，可用于烃加工、环保、食品以及香料等行业来分离这些非常复杂的混合物。

该方法通常使用两根极性不同的色谱柱，安装于色谱系统中，调制器被安装在两者之间。第二根色谱柱远短于第一色谱柱来实现快速分离。全部配置置于 GC 炉箱的内部，该技术提供了第二维的信息，能够增加峰的分辨率。



全二维气相色谱，使用一根初级色谱柱 (常规分离)，一个气流调制器，第二根色谱柱 (快速分离) 和快速检测器

调制器起三方面的作用：

1. 它收集第一根色谱柱上的流出物，收集部分的时间相当于第一根色谱柱上流出色谱峰的宽度。例如，如果一个从柱 1 流出的色谱峰的宽度是 6 秒钟，调制器将每两到三秒钟对其进行一次调制，因此将对第一根色谱柱中流出的色谱峰分两到三次进行“切割”。
2. 通过流量将收集到的每次切割后的样品聚焦成一个很窄的谱带。
3. 将聚焦后的谱带按顺序引入第二根色谱柱，对引入第二根色谱柱上的每个谱带进行进一步的分离。

文献中描述了数个不同设计的调制器，但大部分依赖于热循环来聚焦从第一根色谱柱出来的样品谱带，并释放聚焦的色谱带将其送入第二根色谱柱。这些方法的缺点是:

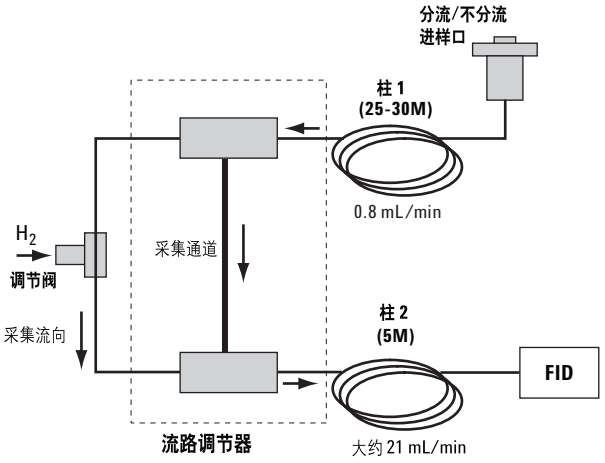
- 大量使用昂贵的冷却气体导致了高的分析成本
- 硬件复杂
- 分析时间延长

安捷伦专有的微板流路技术和第四代电子流量控制器 (EPC) 技术可以在不使用低温气体或复杂硬件的条件下，利用微流量调节功能进行全二维 2D-GC。

该流程的关键操作是第二根色谱柱和第一根色谱柱之间相应的流量差别（典型情况是 20 ~ 1）。这个流量差别压缩和聚焦出现于任何给定调制阶段的被分离物并被脉冲“注入”到第二根色谱柱。调制器的精确定时通过在 7890A GC 主机辅助检测器 2 插槽上安装驱动板而得以实现。

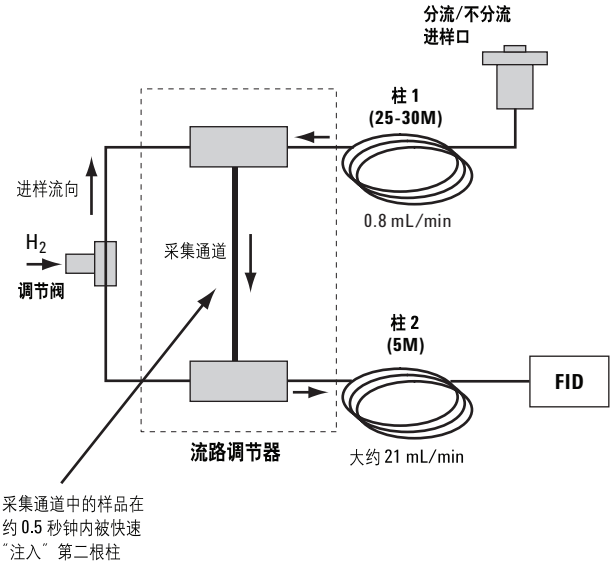
微板流路调制器使用脱活的不锈钢结构，与所有的流量分流板以及收集通道合并置于装置内部。它具有低热容特性，因此它可以非常紧密地追踪炉箱温度，它在色谱炉箱内的位置，使其温度可以准确控制，在运行程序控制升温时无温度延迟现象出现。为了保证无泄露操作和极小、完美的吹扫体积，所有外部连接部件都由安捷伦公司的 Ultimate Union 技术构成，安装在气相色谱仪一边的微型三通电磁阀、连接到一个气动控制模块 (PCM)，准确、高精度地控制着流经调制器的流量。

下图详细说明调制器。三通电磁阀接受 PCM 控制供应的氢气，由三通阀定时切换驱动调制器。在整个色谱运行过程中精确的时间控制和同步进行的样品收集状态和注射状态之间的切换引导不连续的样品不断脉冲进入到第二根色谱柱进行进一步的快速分离。两根色谱柱都在恒流模式下运行。为了获得最佳分离性能应该小心调整进样体积和分流比以避免超载，超载可能导致过度的峰拖尾。



调制循环中在荷载或收集时气体的流速和流动方向

载入或收集状态（如上图所示）：在这个状态的开始阶段，收集通道里充满了氢气，此氢气来源于前一步的进样循环吹扫。第一根色谱柱中的流出物进入调制器顶端的 T 型接头并流入收集通道，但此时这些流出物只处于收集通道的一端。来至 PCM/三通微阀的氢气和底部 T 型接头处的调制器断开，然后被送入第二根色谱柱。



调制循环中在样品传输或进样时气体的流速和流动方向

进样或吹扫状态（如上图所示）：从三通电磁阀而来的氢气流向顶端的 T 型接头，用高流量（一般 20 毫升/分钟）在大约 0.1 秒内快速吹扫收集通道，将收集到的样品压缩成一个非常窄的谱带转移到第二根色谱柱上，在该柱通道中收集到的分析物经历了快速分离。

必需的配置：

- Agilent 7890A GC 配 A.04.06 或更高版本的操作系统
- 200Hz 数据采集速率的 FID 或者其他快速检测器
- 分流/不分流进样口
- 微板流路调制器或附件
- 微板流路调制器检验合格组件
- 气路控制模块 (PCM)
- Agilent GC ChemStation B.03.02 或其他有关气相色谱数据采集和分析系统,该系统能控制流量调制器的流路
- 30-m × 0.25-mm × 0.25-µm DB-5 ms 色谱柱 (含选项或附件)
- 5-m × 0.25-mm × 0.15-µm INNOWax 色谱柱 (含选项或附件)
- 2D 数据分析软件，推荐 GC Image (Agilent不提供)。
- 内部柱接头和 SilTite 金属箍

订单信息

描述	部件号
7890A GC 配微板流路调制器（需检验合格的成套配件）	G3440A 选择 887 或者附件 G3486A
7890A GC 配 200 Hz FID 检测器	G3440A 选择 211 或者附件 G3462A
7890A GC 配分流/不分流进样口	G3440A 选择 112 或者附件 G3452A
微板流路调制器检验合格成套配件	G3487A
专为 7890A GC 的 PCM	G3440A 选择 309 或者附件 G3471A
SilTite 金属密封垫，1/16-in × 0.4-mm 内径，10 个/包，包括两个柱接头	5184-3569
为一台 GC 配置的 Agilent 32-bit 化学工作站	G2070BA
与一台 GC 捆绑在一起的 Agilent 32-bit 化学工作站，包括: – G2070BA 32-bit 化学工作站软件 – 计算机带记录器和 Windows 操作系统 – 打印机	G1875BA
2D GC 软件 推荐 GC Image 处理软件，可从 Zoex 公司购买	www.zoex.com

应用实例

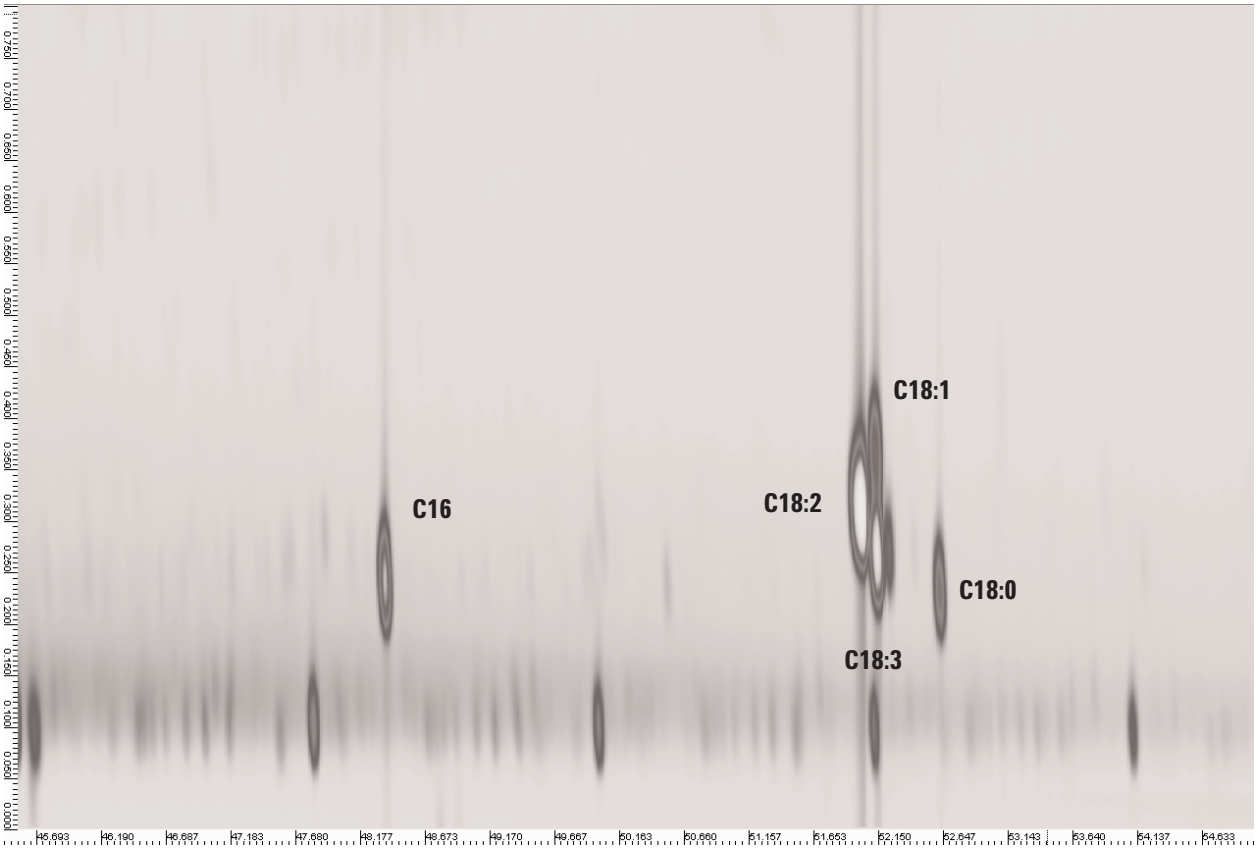
几个应用的例子列举如下。注意选择第一根色谱柱合适的柱长会给出最优结果，与系统一起运出的 30 m 色谱柱有很宽的应用范围，但其他长度的色谱柱往往可以用来优化一个给定的分离。这些例子中使用了各种各样的色谱柱来说明一些分离的可能性。GC 图像软件包被用于处理 Chem Station 的数据。

1. 基于大豆油脂肪酸甲酯的 B20 生物柴油。图中的二维图像部分显示 C16、C18 脂肪酸甲酯。

   柱 1: 60 m × 0.25 mm × 0.10 µm DB-5 ms

   柱 2: 5 m × 0.25 mm × 0.15 µm INNOWax

   调制: 1.40 s 负载、0.10 s 进样

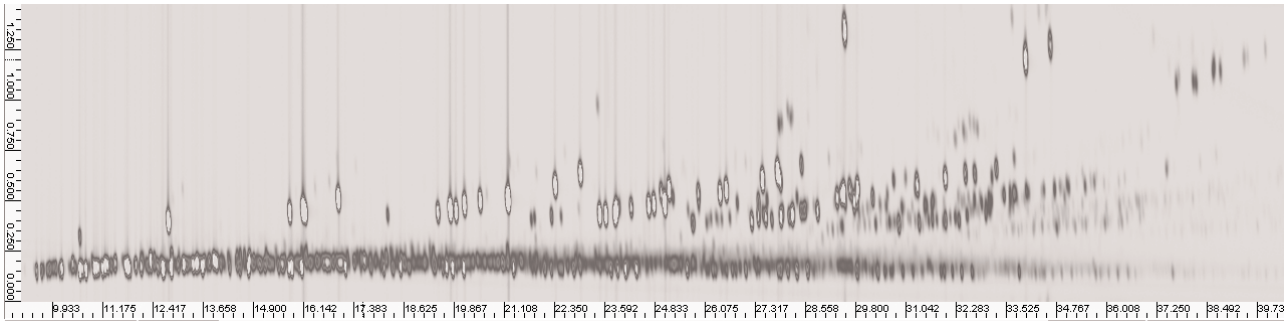


2. 重质汽油样品的完整二维图像。每个系列的取代单环芳烃获得了很好的分离效果，使烃类族组成分析成为可能。

   柱 1: 60 m × 0.25 mm × 0.10 µm DB-5 ms

   柱 2: 5 m × 0.25 mm × 0.15 µm INNOWax

   调制: 1.40 s 负载、0.10 s 进样

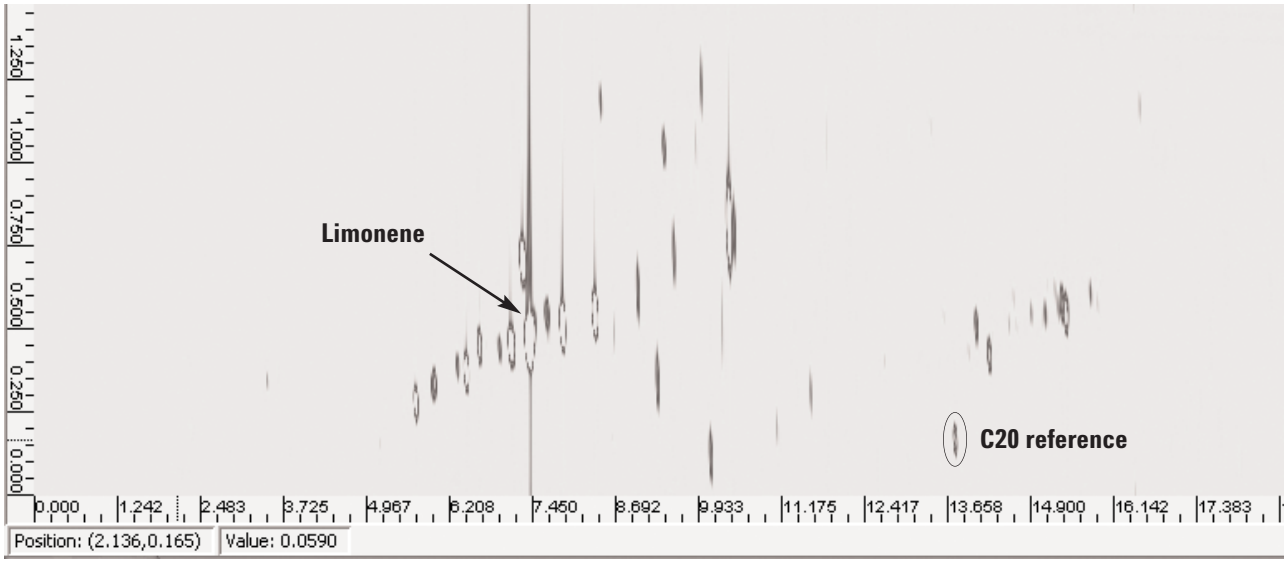


3. 梨莓油的二维图像。

   柱 1: 15 m × 0.25 mm × 0.25 µm DB-5 ms

   柱 2: 5 m × 0.25 mm × 0.15 µm DB-17HT

   调制: 1.40 s 负载、0.10 s 进样



热调制与流量调制的对比

由于竞争对手们只提供基于热调制的全二维色谱分析系统，下表概述比较热调制与流量调制各自途径的关键点。

热调制	微流量调制
冷冻聚焦在第二维提供了较窄的色谱峰	峰宽度比得上热调制，通常不超过峰宽的 20%。 许多用户希望计算峰的范围，此时峰宽并不重要
低流量，能与高真空检测器连用 (TOF)	配分流器时在超过受限的扫描范围内 MSD 可用
大量消耗低温制冷剂	不需要低温制冷剂
复杂的硬件设计、组件以及维护	简单、可靠的微板流路技术为基础的硬件；小的热影响范围
为了获得好的分离效果需要长时间运行色谱	运行时间与一维色谱相当
系统价格（估计）$60 to $70K	Agilent 系统大约 $60K (清单)

更多信息

如需有关我们产品和服务的更多信息，请访问我们的网站 www.agilent.com/chem/cn。

安捷伦科技公司对本材料可能存在的错误或与装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。

本资料中的信息，如有改变，恕不另行通知。

安捷伦科技公司版权所有©，2008

2008 年 4 月 1 日中国印刷
出版号：5989-8060CHCN

Agilent Technologies