

提升热稳定性及最高使用温度 – 安捷伦 J&W DB-HeavyWAX 气相色谱柱

作者

Vanessa Abercrombie 和
Laura Provoost
安捷伦科技公司

摘要

100% 聚乙二醇柱（也称为 WAX 色谱柱）可用于各种应用，如工业化学品、香精和香料分析。传统 WAX 色谱柱由于热稳定性低等问题，最高温度仅为 250/260 °C，限制了可能的应用范围。Agilent J&W DB-HeavyWAX 柱的温度上限扩展至 280/290 °C，提高了热稳定性，同时使得进样间的重现性增加。

前言

如今，人们对 GC 和 GC/MS 应用的要求主要集中在如何对棘手活性分析物进行灵敏、可重现的定性和定量分析。基于 100% 聚乙二醇 (PEG) 固定相的气相色谱柱可用于多种应用，如工业化学品分析。传统 WAX 气相色谱柱的最高操作温度为 250/260 °C，远低于聚硅氧烷固定相。如果传统 WAX 气相色谱柱的柱温超过规定的最高允许操作温度 (MAOT)，就会表现出较高流失和较差的热稳定性，这会造成保留时间的偏移。

Agilent J&W DB-HeavyWAX 柱的温度上限扩展至 280/290 °C，能够用于更广泛的应用范围，具有更高的热稳定性。苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯和间二甲苯通常被称为 BTEX，它们是一些重要的工业化学品，常采用 PEG 固定相色谱柱进行分析。在工业化学品的分析中 (ASTM D2306¹ 和 D6563²)，高沸点化合物十分常见。以前，想要洗脱复杂化合物只能将色谱柱保持在最高温度并延长分析时间，或冒着损坏色谱柱的风险将色谱柱温度升高到 MAOT 以上³。

而 DB-HeavyWAX 柱的温度上限经过扩展，能够耐受 280 °C 的最高温度，并保持色谱柱固定相的热稳定性不受影响。我们将传统 WAX 色谱柱与 DB-HeavyWAX 柱的热稳定性进行比较，采用 BTEX 分析来展示 DB-HeavyWAX 柱出色的热稳定性。比较结果显示，DB-HeavyWAX 相对于传统 PEG 固定相的色谱柱具有更出色的稳定性，并能在不损失稳定性的前提下耐受更高的温度上限。

材料与方法

- Agilent 7890 GC/FID，配备分流/不分流进样口
- Agilent 7693 自动进样器
- Agilent MassHunter 控制软件

标准品前处理

纯苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、邻二甲苯和间二甲苯 (BTEX) 均购自 Sigma-Aldrich。标样由甲醇 (购自 Sigma-Aldrich) 配制，分别含有 100 ppm 上述化合物。

仪器条件

气相色谱条件	
色谱柱	Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm (部件号 122-7132) 市售 WAX A 柱, 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm 市售 WAX B 柱, 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm
载气	氦气，恒流，1 mL/min
柱温箱温度	70 °C (10.0 min), 以 5 °C/min 升至 120 °C (1.0 min), 以 20 °C/min 升至 280 °C (60 min)
进样口	分流模式, 250 °C, 分流比 200:1
进样口衬管	带玻璃毛的超高惰性低压降分流衬管 (部件号 5190-2295)
GC/FID	Agilent 7890B 气相色谱仪, 配置双 FID
进样器	Agilent 7693 自动进样器
FID 条件	
温度	280 °C
氢气	30 mL/min
空气	400 mL/min
色谱柱气流速 + 尾吹气流速	25 mL/min

结果与讨论

将 BTEX 标样进样至市售 WAX 色谱柱上。DB-HeavyWAX 柱以恒温运行至最终峰邻二甲苯洗脱出来，然后升温至 280 °C 的最终温度并保持 1 小时。

图 1 显示了最大操作温度为 250/260 °C 的传统 WAX 色谱柱的缺点。当温度超过规定的 MAOT 时，固定相会开始变化；导致的结果之一是保留时间发生偏移。该市售 WAX 色谱柱的恒温 MAOT 为

250 °C，程序升温 MAOT 为 260 °C。在超过其 MAOT 的 280 °C 温度下使用时，色谱柱会立即表现出保留时间偏移。在 280 °C 下运行 50 个小时后，之前保留时间的轻微偏移变得十分显著。

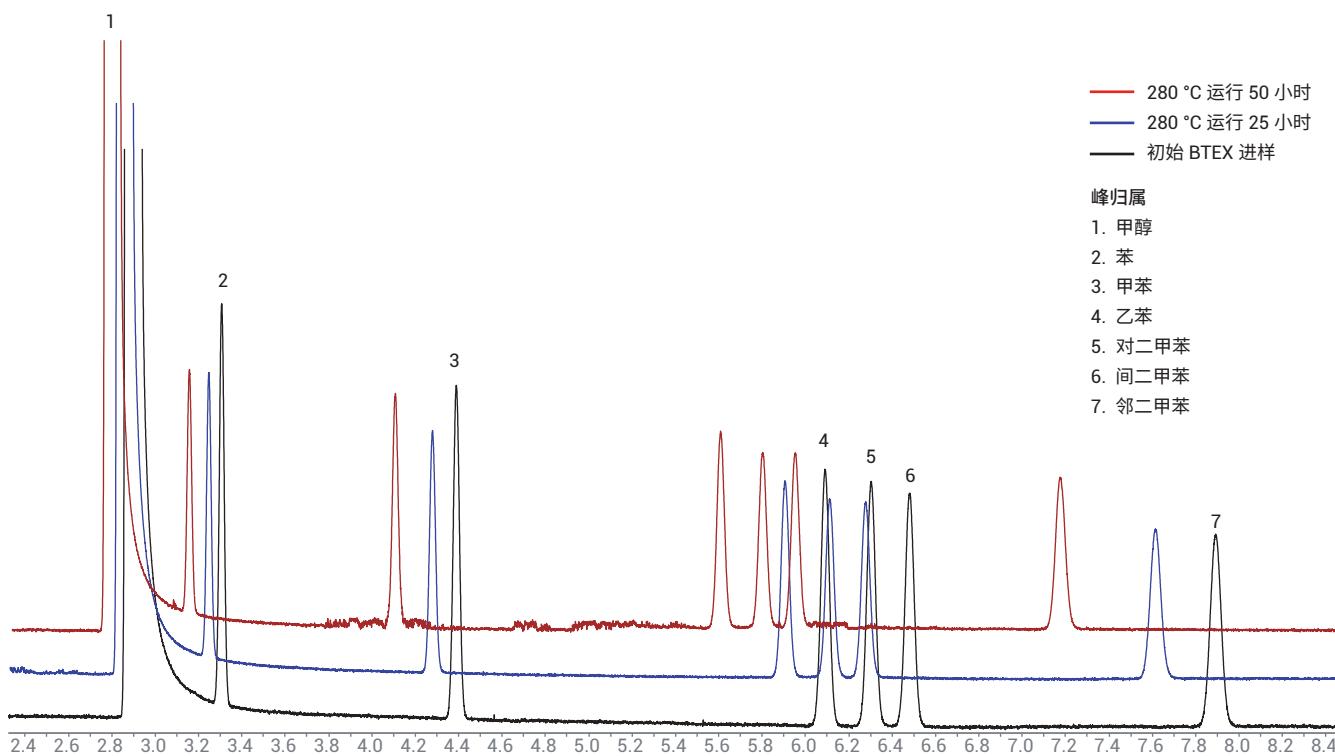


图 1. 市售 WAX 色谱柱在 280 °C 下使用后，显示出保留时间的偏移

图 2 显示了 DB-HeavyWAX 色谱柱长时间在高温下运行时表现出更出色的热稳定性。即使在 280 °C 下使用长达 50 个小时，保留时间仍未偏移。在 280 °C 下

使用 100 个小时后，发生了几秒钟的偏移。偏移结果显示 DB-HeavyWAX 色谱柱与 WAX 色谱柱相比热稳定性更出色。

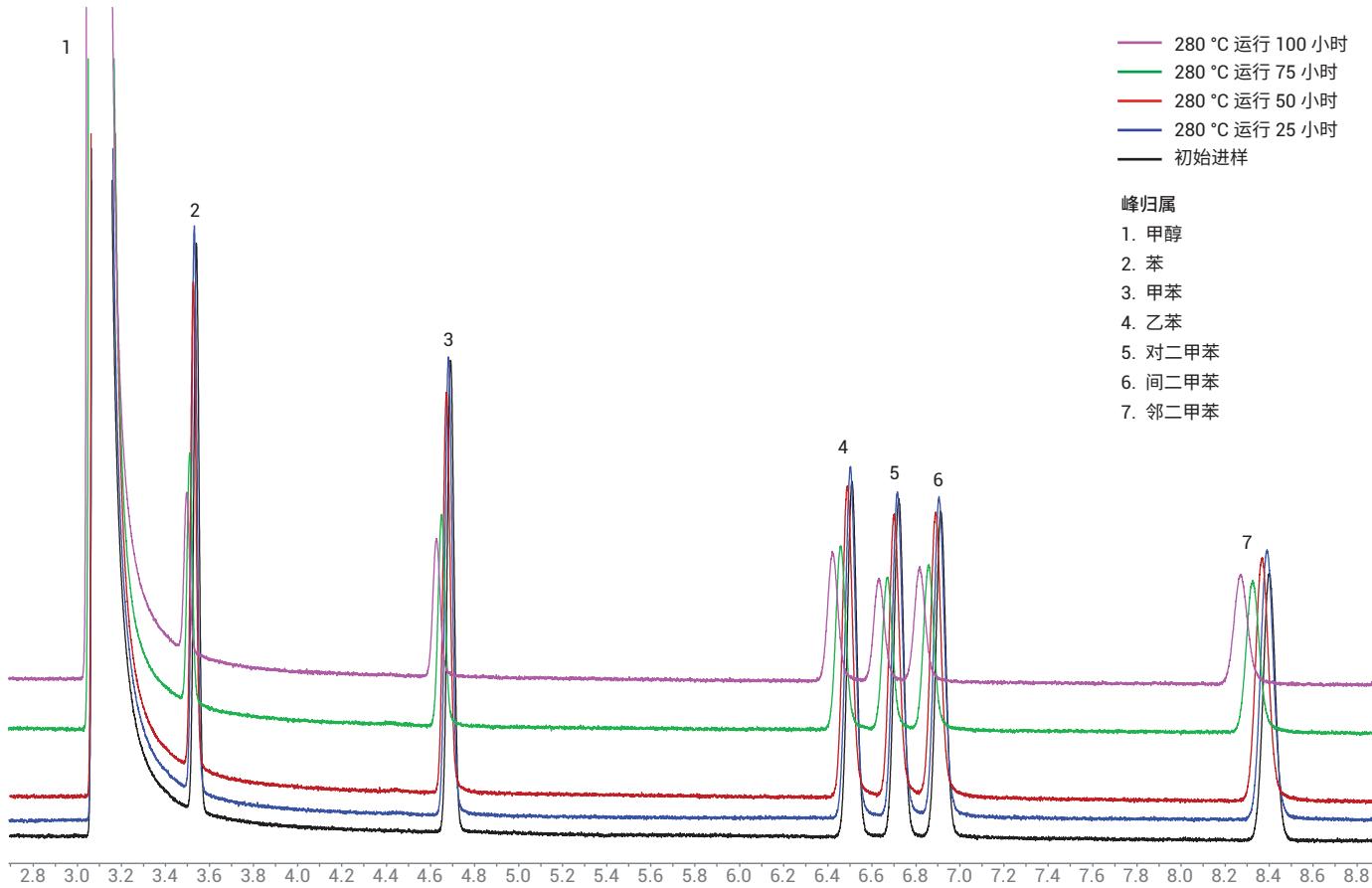


图 2. Agilent J&W DB-HeavyWAX 色谱柱在 280 °C 下使用 100 小时的情况，Y 轴已偏置

图 3 比较了最终洗脱峰邻二甲苯在 DB-HeavyWAX 柱以及两款市售 WAX 色谱柱上的保留时间偏移，运行温度为 280 °C，运行时间 100 个小时。在 280 °C 下运行 100 个小时后，WAX 色谱柱 A 和 WAX 色谱柱 B 的保留时间偏移约为 2 分钟，而 DB-HeavyWAX 的保留时间保持一致。DB-HeavyWAX 的保留时间稳定性与两款市售 WAX 色谱柱相比，显示了出色的性能与色谱柱稳定性。

结论

Agilent J&W DB-HeavyWAX 色谱柱能够承受更高的温度上限，热稳定性丝毫不受影响。传统 WAX 色谱柱通常无法长时间在高温（如 280 °C）下维持保留时间的稳定性。DB-HeavyWAX 柱具有更高的温度上限，即使在 280 °C 下运行 100 小时，也能够提供更稳定的色谱柱性能。

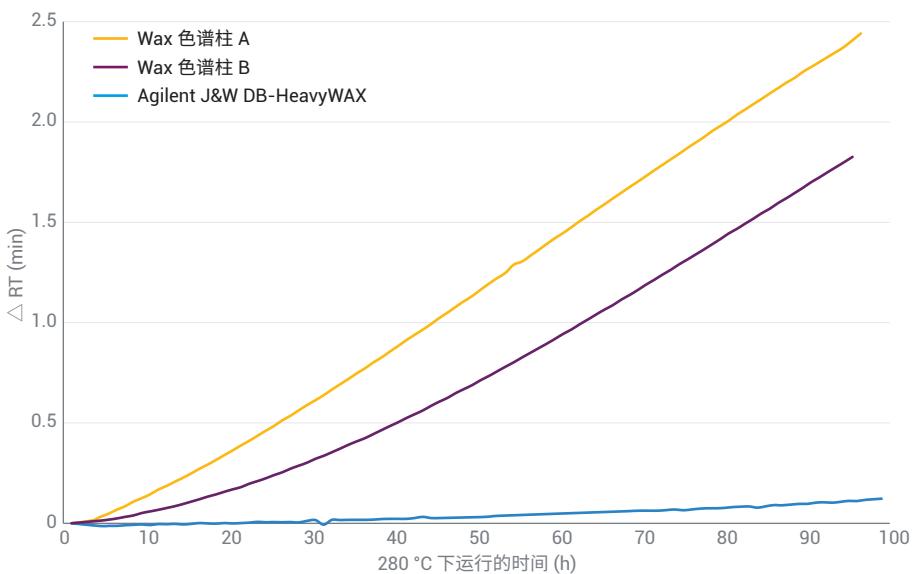


图 3. 将两款市售 WAX 色谱柱在 280 °C 下运行长达 100 小时后，分析邻二甲苯的保留时间与 Agilent J&W DB-HeavyWAX 色谱柱相比发生了偏移

参考文献

1. ASTM D2306. Standard Test Method for C8 Aromatic Hydrocarbon Analysis by Gas Chromatography
2. ASTM D6563. Standard Test Method for Benzene, Toluene, Xylene (BTX) Concentrates Analysis by Gas Chromatography
3. Reese, A.; Vickers, A.; George, C., GC Column Bleed: A MASS Perspective (气相色谱柱流失：与质量的关系)。安捷伦科技公司, 出版号 B-0442, **2001**

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司, 2018
2018年2月20日, 中国出版
5991-9035ZHCN