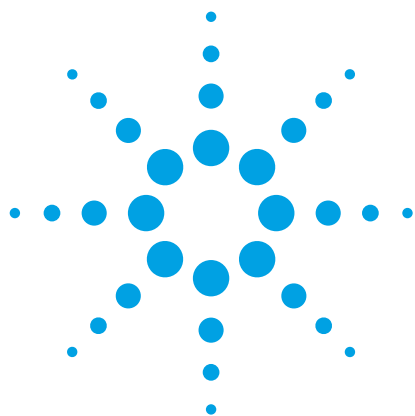




UltiMetal Plus – передовой процесс химической обработки для деактивации поверхности нержавеющей стали

Обзор технической информации

Введение

Инертный хроматографический тракт

Современные газовые хроматографы — это важный аналитический прибор для точного и воспроизводимого определения многих компонентов широкого диапазона матриц в концентрациях порядка единиц и десятков млрд д.

Чтобы измерить содержание определяемого вещества, оно должно пережить ввод пробы в испаритель, испарение, разделение в колонке и путь от колонки до детектора. Многие определяемые соединения на своем пути от испарителя до детектора ГХ могут взаимодействовать с находящимися на поверхности хроматографического тракта силанолами и другими химически активными группами. Большинство частей хроматографического тракта находится при повышенной температуре, которая увеличивает скорость протекания реакций и еще больше увеличивает опасность адсорбции и разложения соединения.

Соединения, которые могут участвовать в подобных реакциях, включают в себя органические кислоты и основания, серосодержащие соединения, спирты, амины, альдегиды, фенолы и многие классы пестицидов.



Agilent Technologies

Для анализа подобных активных соединений очень важно снизить химическую активность поверхностей хроматографического тракта и тем самым минимизировать разложение определяемых веществ и несимметричность пиков, увеличить чувствительность и улучшить точность определения. В рамках своего решения инертного тракта компания Agilent разработала два передовых процесса химической обработки, Ultra Inert и UltiMetal Plus, которые позволяют снизить активность поверхностей газохроматографической системы.

Процесс обработки Ultra Inert применяется для деактивации критически важных частей хроматографического тракта, таких как лайнеры, позолоченные уплотнения и колонки Ultra Inert. Технология UltiMetal Plus специально предназначена для обработки поверхностей деталей из нержавеющей и углеродистой стали, таких как муфты, феррулы, капилляры, устройства обратной продувки, сварной узел испарителя и отдельные части детектора.

Результаты и обсуждение

Процессы химической обработки поверхностей хроматографического тракта

Цель химической обработки Ultra Inert и UltiMetal Plus — увеличить химическую инертность поверхностей системы газовой хроматографии, которые контактируют с определяемыми соединениями.

Основной химический процесс, который использует компания Agilent, — это химическое газозофазное осаждение, которое позволяет нанести на важные элементы хроматографического тракта высокочистые, прочные и химически инертные пленки UltiMetal Plus и Ultra Inert. В процессе химического газозофазного осаждения подложка подвергается воздействию одного или нескольких летучих прекурсоров, которые реагируют между собой, разлагаются, или то, и другое вместе, на нагретой поверхности подложки и образуют на ней требуемое покрытие. Сама подложка не реагирует с веществами в газовой фазе, а просто служит основой. В зависимости от параметров процесса: прекурсоров, давления, температуры и продолжительности осаждения — полученные покрытия отличаются по своему химическому составу, плотности и степени покрытия подложки. Процесс деактивации широко применяется в полупроводниковой промышленности для получения тонкопленочных покрытий на кремниевых пластинах.

Эффективность этих деактивирующих слоев в хроматографии сильно зависит от природы подложки, на которую они были осаждены. Поэтому компания Agilent разработала два дополняющих друг друга процесса химической обработки поверхности для продувки, предназначенной для использования в составе инертного тракта.

UltiMetal Plus: проприетарный процесс химического газозофазного осаждения, предназначенный в основном для деактивации стальных поверхностей.

Ultra Inert: процесс химического газозофазного осаждения, предназначенный для поверхности стекла и плавленного кварца (лайнеры и хроматографические колонки), а также для золоченых поверхностей (позолоченные уплотнения).

Химический процесс UltiMetal был разработан в 1980-е годы и обеспечивает значительно менее инертную поверхность по сравнению с версией UltiMetal Plus. Процесс UltiMetal продолжает применяться исключительно для производства капиллярных ГХ-колонок из нержавеющей стали для высокотемпературной газовой хроматографии. Продукция, обработанная по технологии UltiMetal, не является частью решений инертного хроматографического тракта Agilent.

На рис. 1 сравнивается инертность, которую обеспечивают поверхности различные виды обработки.

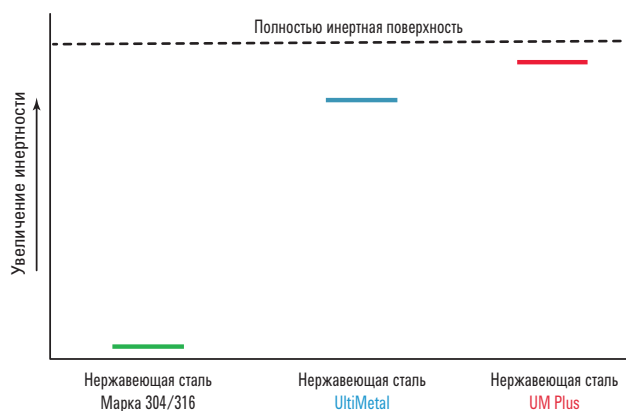


Рис. 1. Схематическое представление разницы в инертности между нержавеющей сталью и покрытиями UltiMetal и UltiMetal Plus.

Аналитические преимущества обработки UltiMetal Plus

Чистая необработанная поверхность нержавеющей стали является довольно химически активной. Оксидные пленки на поверхности нержавеющей стали катализируют многие реакции, например дегидратацию спиртов, расщепление углеводородов и образование сложных эфиров. Слой UltiMetal Plus изолирует большую часть этих оксидных пленок и тем самым снижает химическую активность поверхности стали, что снижает скорость адсорбции и каталитического разложения активных соединений.

Положительное влияние подобной обработки на аналитическом уровне лучше всего заметно при определении следовых концентраций, когда она позволяет улучшить форму пиков, линейность и интенсивность отклика для многих чувствительных соединений. Так как обработка UltiMetal Plus снижает адсорбцию и разложение, она позволяет снизить пределы обнаружения системы ГХ-МС. Повышенная надежность полученных данных снижает частоту случаев, когда анализ приходится повторять из-за неубедительности результатов.

Характеристики покрытия UltiMetal Plus

Самой бросающейся в глаза характеристикой деталей с покрытием UltiMetal Plus является их радужный внешний вид с переливами от голубого до серебристого серо-металлического цвета (см. рис. 2).



Рис. 2. Детали из нержавеющей стали, обработанные по технологии UltiMetal Plus: сварной узел испарителя ГХ, гибкие металлические феррулы и форсунки ПИД.

Эти переливы появляются в результате дифракции света в слое и из-за разницы в толщине слоя покрытия UltiMetal, которая может варьироваться от 70 до 100 нм. Также на внешний вид покрытия влияет степень полировки основы из нержавеющей стали.

Преимущества, получаемые от улучшенной формы пиков и уменьшенного разложения, не зависят от толщины и цвета покрытия UltiMetal Plus. Процесс нанесения покрытия UltiMetal Plus обеспечивает равномерную обработку всех стальных поверхностей, даже в углах, углублениях и внутренних полостях. Покрытие UltiMetal Plus выдерживает температуры до 400 °С, что сравнимо с температурами, которые используются в большинстве методик газовой хроматографии. Небольшой минимальный радиус изгиба капилляров с покрытием UltiMetal Plus (Ø2,5 см для капилляров 1/16 дюйма) позволяет наматывать их на катушку с сохранением всех инертных качеств.

Поверхности с покрытием UltiMetal Plus имеют гидрофобные свойства (см. рис. 3). Формирование капель воды на покрытии применяется в ходе контроля качества.



Рис. 3. Капля воды на поверхности из нержавеющей стали с покрытием UltiMetal Plus.

Контроль качества покрытия UltiMetal Plus

Для контроля процесса производства и характеристик деталей, покрытых слоем UltiMetal Plus, используется ряд процедур контроля качества.

- **Толщина покрытия.** Толщина покрытия контролируется с помощью метода спектрального отражения, в котором измеряется количество света, отраженного тонкой пленкой в определенном диапазоне длин волн.
- **Испытание на формирование капель воды.** Это испытание проверяет гидрофобные свойства покрытия UltiMetal Plus.
- **Хроматографическое испытание.** Это самое требовательное из всех испытаний, которые применяются для контроля качества, так как в нем замеряется степень обнаружения чувствительных попутных соединений, определяемых в методике EPA 8270.

На рис. 4 показана степень обнаружения четырех соединений при использовании двух стальных лайнеров для испарителя ГХ (оранжевая и зеленая линии) с покрытием UltiMetal Plus в конфигурации с/без деления потока в сравнении со степенью обнаружения при использовании стеклянного деактивированного лайнера Ultra Inert. Обработка UltiMetal Plus считается успешной и вся партия стальных деталей проходит контроль качества, если два лайнера UltiMetal Plus из партии демонстрируют степень обнаружения более 60% для всех четырех соединений — предел пригодности согласно спецификации.

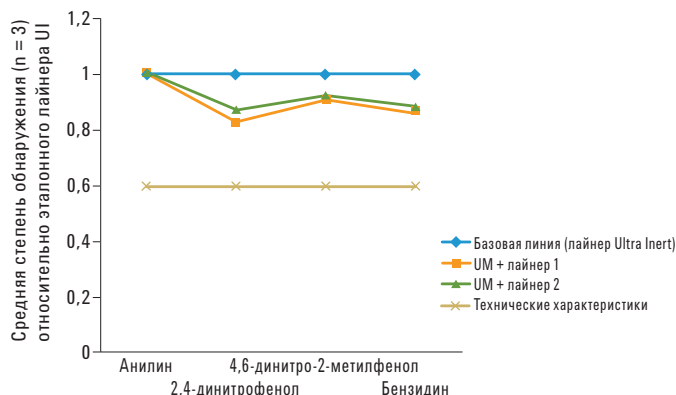


Рис. 4. Степень обнаружения в хроматографическом испытании характеристик покрытия UltiMetal в ходе контроля качества.

Варианты применения

Стальные детали с покрытием UltiMetal Plus применяются для повышения чувствительности, точности и воспроизводимости данных в решениях Agilent с инертным трактом.

Рис. 5 демонстрирует, как обработка покрытием UltiMetal Plus гибких металлических феррул для тройника системы обратной продувки ГХ-МС значительно увеличивает степень обнаружения полярных пестицидов ацефата, ометоата и метилмеркаптофоса.

Инертный тракт хроматографа Agilent 7890В включает в себя также обработанные покрытием UltiMetal Plus сварной узел и кожух испарителя и вкладыша хроматографа. На рис. 6 приведены сравнительные данные по разложению ДДТ и эндрина в хроматографических трактах Agilent и другого производителя. Инертный хроматографический тракт Agilent, включающий в себя сварной узел испарителя с покрытием UltiMetal Plus, с очевидностью демонстрирует самый низкий уровень разложения ДДТ и эндрина в течение более 200 последовательных анализов. Такая стабильность в сочетании с невысокой стоимостью замены основных расходных компонентов испарителя ГХ, таких как лайнеры и позолоченные уплотнения, обеспечивает надежность результатов анализа в течение продолжительного периода.

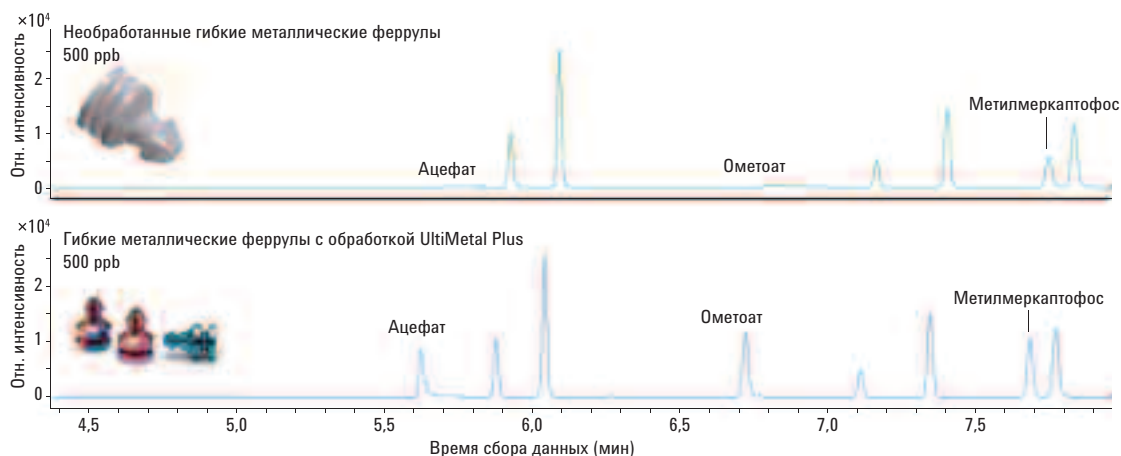


Рис. 5. Влияние использования гибких металлических феррул с покрытием UltiMetal Plus на степень обнаружения пестицидов (рекомендации по применению Agilent, номер публикации 5991-1860EN).

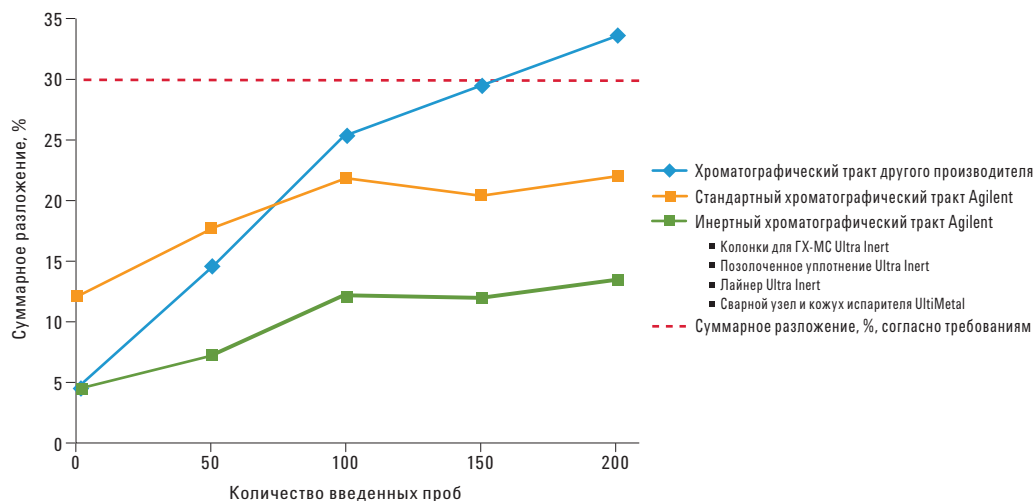


Рис. 6. Сравнение суммарного разложения ДДТ и эндрина в хроматографическом тракте Agilent и другого производителя (рекомендации по применению Agilent, номер публикации 5991-1862EN).

Руководство по применению

Большая часть деталей хроматографа с покрытием UltiMetal Plus как правило не подвергается воздействию загрязнений (компонентов матрицы) в той же степени, что колонки, лайнеры и позолоченные уплотнения. Из деталей с покрытием UltiMetal Plus чаще всего загрязнению подвержены сварной узел испарителя ГХ, устройства технологии капиллярных потоков, гибкие металлические феррулы и форсунки ПИД. Если деталь загрязнилась и требует замены, ее следует заменять только оригинальной деталью Agilent с покрытием UltiMetal Plus.

Чистить детали с покрытием UltiMetal Plus можно только в определенных условиях.

- Для очистки разрешается использовать только дихлорметан, ацетон и метанол.
- Для удаления загрязнений можно применять непродолжительную ультразвуковую обработку, однако продолжительное нахождение в ультразвуковой ванне может повредить деактивирующий слой.
- Запрещается использовать для очистки абразивные чистящие средства и ватные тампоны.
- Запрещается нагревать обработанные детали до температур > 400 °C.
- Щелочные растворы со значением pH более 8 могут ускорить разрушение покрытия.

Литература

1. P. Heijnsdijk "Endrin and DDT Breakdown Evaluation Using an Agilent Inert Flow Path Solution". Рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc. Номер публикации 5991-1862EN (2013).
2. L. Zhao "Evaluating Inert Flow Path Components and Entire Flow Path for GC/MS/MS Pesticide Analysis". Рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc. Номер публикации 5991-1860EN (2013).
3. K. Lynam "Agilent Inert Flow Path Enhancements Improve Drugs of Abuse Testing". Рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc. Номер публикации 5991-1859EN (2013).
4. K. Lynam "Semivolatile Analysis Using an Inertness Performance Tested Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert Column". Рекомендации по применению, Agilent Technologies, Inc. Номер публикации 5989-8616EN (2008).

www.agilent.com/chem

Компания Agilent не несет ответственности за возможные ошибки в настоящем документе, а также за убытки, связанные с получением настоящего документа, ознакомлением с ним и его использованием или являющиеся следствием этих действий.

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

© Agilent Technologies, Inc., 2014 г.
Напечатано в США
25 марта 2014 г.
5991-3357RU



Agilent Technologies