

Application News

No. G302

气相色谱法

使用 Nexis™ GC-2030 评价高速降温 / 低速降温对色谱柱的影响

气相色谱法是利用色谱柱内固定相的种类不同和升温对样品进行吸附和脱附的原理来将样品进行分离。分析结束后，需要将柱温降低到初始温度，但降温速度可能会对色谱柱的固定相造成影响。到目前为止，为缩短分析周期，通常是优先考虑在短时间内降低柱温，而 Nexis™ GC-2030（以下简称 Nexis GC-2030）新增加了自由选择柱温的降温速度的功能。通过选择最佳降温速度，可以使色谱柱的使用寿命最大化。

本文我们使用 Nexis GC-2030 的降温程序，比较了不同的降温速度下的基线噪音与各峰的 S/N 值，并将在下文中进行介绍。

A. Hashimoto

■ 色谱柱的固定相

甲基苯基聚硅氧烷型色谱柱的固定相模型如图 1 所示。高温时的固定相结构模型如图 1-1 所示，低温时的固定相结构模型如图 1-2 所示，急速冷却后的固定相结构模型如图 1-3 所示。

高温时，固定相的分子运动变得活跃，固定相膨胀。低温时，分子运动受到抑制，固定相收缩。如果柱温从高温变为低温时的速度较为平稳，便可在不破坏固定相结构的同时进行固定相的膨胀和收缩。但如果柱温箱急速冷却，便会如图 1-3 所示的那样，具有大分子结构的固定相聚合物的侧链断裂，对色谱柱固定相造成损坏。

关于在上述状态下继续使用色谱柱会造成怎样的影响，本次我们比较了基线的稳定性、噪音以及 S/N 值，结果如下所示。

■ 基线

GC 分析条件如表 1 所示，9 种化合物的放大色谱图如图 2 所示。使用甲醇溶剂，分别制备如图 2 所示的，浓度为 1 vol% 的 9 种化合物的样品。在如表 1 所示的分析条件下改变色谱柱的降温速度，对该混合样品溶液进行 100 次的连续分析。在低速降温（红线）以及高速降温（黑色）条件下进行 100 次分析时的基线的放大图如图 3 所示。

根据图 3，我们可以看出相较于低速降温，高速降温时基线的噪音更大。这是因为色谱柱固定相的侧链会在高速降温时断裂，并会在下一次升温时被检测出来。

由此可以看出，降温速度会引起色谱柱的固定相变化，并给分析结果带来影响。

表 1 GC 分析条件

Model	: Nexis GC-2030/AOC-20i
Injection Mode	: 分流
Injection Volume	: 1.0 μL
Split Ratio	: 1:50
Injection Temp.	: 250 °C
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 恒线速度 (30 cm/sec.)
Column	: SH-Rtx™-50 (30 m × 0.32 mm I.D., 1.00 μm)
Column Temp.	: 40 °C (0min.) - 4°C/min. - 280 °C (0 min.)
Detector	: FID
Detector Temp.	: 320 °C
Detector Gas	: He 32.0mL/min, Air 200 mL/min
Makeup Gas	: He (24mL/min)

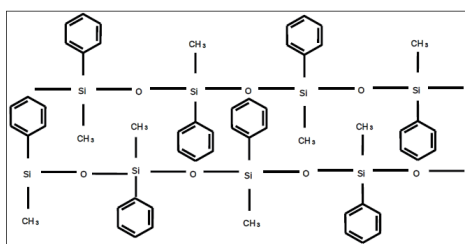


图 1-1 高温时的固定相结构模型

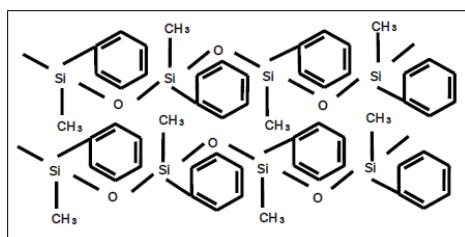


图 1-2 低温时的固定相结构模型

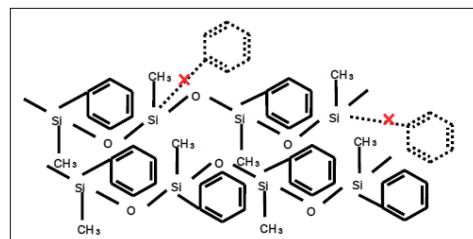


图 1-3 急速冷却后的固定相结构模型

图 1 柱固定相的模型图

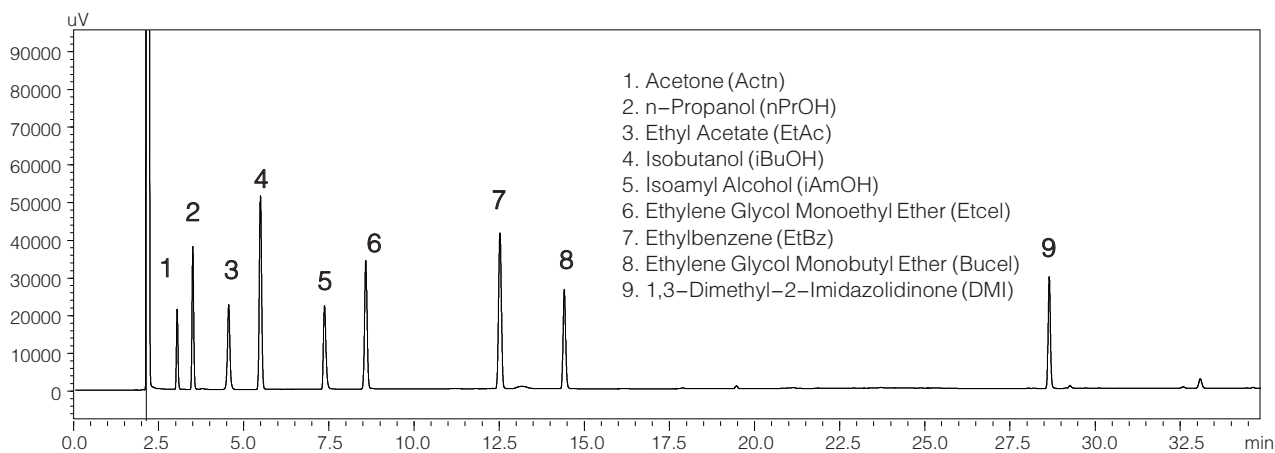


图 2 9 种化合物的放大色谱图

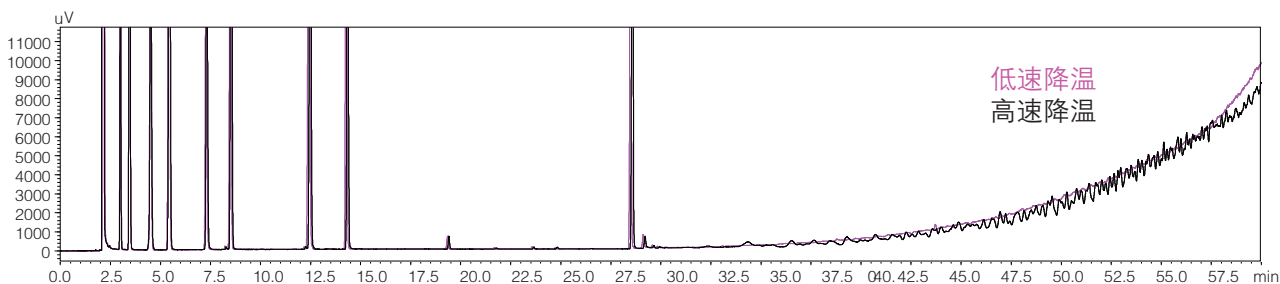


图 3 高速降温和低速降温 第 100 次的基线放大图

表 2 噪音和 S/N 值的比较

	噪音	低速降温			高速降温		
		第 5 次	第 50 次	第 100 次	第 5 次	第 50 次	第 100 次
1	丙酮	128	81	76	631	284	259
2	正丙醇	252	403	390	31	68	73
3	乙酸乙酯	310	494	525	60	129	151
4	异丁醇	170	264	297	34	65	81
5	异戊醇	409	653	695	83	178	204
6	乙二醇单乙醚	179	289	304	36	80	90
7	乙苯	270	430	460	55	120	136
8	乙二醇单丁醚	369	575	590	64	129	136
9	1,3-二甲基-2-咪唑啉酮	211	346	362	43	97	107
		249	358	378	50	105	115

■ 基线噪音和 S/N 值

通过高速降温 and 低速降温进行的第 5 次、第 50 次以及第 100 次分析的基线噪音和 9 种化合物的 S/N 值如表 2 所示。

根据表 2 可知，相较于高速降温，低速降温时的基线噪音较小，得到的 S/N 值较高。在涉及到 S/N 值的测试方法中，低速降温可谓十分有用。

本文中记载的公司名称、产品名称、服务标志和 Logo 是各个公司的商标和注册商标。

此外，本文中可能对“TM”和“®”进行了省略。

■ 总结

通过气相色谱法进行重复分析发现，色谱柱的种类，柱温箱的降温条件都会对该色谱柱的固定相造成影响。

传统的气相色谱仪在降温时，为缩短分析时间，采用了能够通过打开主机背侧的挡板来在缩短降温时间。

而 Nexis GC-2030 能够根据色谱柱的种类来选择最佳降温速度，因此能够长期的、最大程度地激活色谱柱的性能，从而得到更为良好的分析结果。

Nexis 是岛津制作所株式会社的商标。

Rtx 是 Restek Corporation 的注册商标。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2018 年 4 月