

# 大口径毛细管柱拟柱上进样衬管的研制

张纪伟<sup>1</sup>, 赵国宏<sup>2</sup>, 吕祖芳<sup>2</sup>, 杨建军<sup>1</sup>, 张顺利<sup>1</sup>

(1. 河南大学特种功能材料重点实验室, 河南 开封 475001;

2. 中国科学院兰州化学物理研究所色谱技术研究开发中心, 甘肃 兰州 730000)

关键词 拟柱上进样(at-column injection); 衬管(liner tube); 大口径(wide bore); 毛细管柱(capillary column)

中图分类号: O658 文献标识码: B 文章编号: 1000-8713(2006)04-0420-01 栏目类别: 技术与应用

进样口衬管是气相色谱仪进样口的重要部件, 样品的分离效果、定量的可靠性与重现性都与进样方法及进样口衬管息息相关。岛津 GC-17A 所配的大口径毛细管柱的直接进样衬管死体积较大, 为克服衬管死体积引起进样谱带展宽的缺点, 厂商建议使用的线速度远高于大口径平均最佳线速度, 由于国内大多数色谱用户使用  $N_2$  作载气, 这就必然是在牺牲更多柱效的情况下进行色谱分析。柱上进样方式是弥补上述缺点的有效方法。但无论是柱上(on column)进样或改进的柱上(at column)进样<sup>[1-3]</sup>装置均较复杂。我们研制了一种简易的(热)拟柱上进样衬管, 可以直接安装在色谱仪器的填充柱进样口, 在最佳线速度下分析样品, 充分发挥大口径柱的柱效, 分离效果基本与分流进样一样。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和试剂

岛津 GC-17A 气相色谱仪, 配氢火焰离子化(FID)检测器、CLASS-GC10 工作站。色谱柱: DB-5 柱(30 m × 0.53 mm i. d. × 1.5 μm)。正十二烷, 沸程为 30 ~ 60 °C 的石油醚。

### 1.2 衬管的结构及制作

图 1 是所研制的拟柱上进样玻璃衬管剖面图。该衬管是用外径 4.9 mm, 内径 0.75 mm 的厚壁硬质玻璃管制作的。主要是在管的两端拉制两个收口(收口 1 和 2)。收口 1 的孔径是 0.49 mm, 仅仅能通过微升注射针。收口 1 与注射针之间的缝隙应尽可能的小, 以防止样品气化时短暂的压力增大引起“反冲”。收口 2 的最细部位孔径是 0.48 mm, 即注射针不能穿过。大口径柱从下面的扩口伸入, 直至紧密卡在收口 2 逐渐变细的部位。鉴于大口径柱的弹性, 足以使柱与衬管之间密封。制作时必须保持管的外径不变。所设计的衬管与 GC-17A 直接进样衬管长度要严格控制为一致, 以便于安装。收口 1 和 2 的距离应根据仪器而定。理想的设计是注入样品时, 注射针的针尖刚好落在收口 2 的最细部位, 即大口径柱之上 1 mm 处, 所以我们称之为拟柱上进样。对没有玻璃衬管的色谱仪的填充柱进样口, 可通过一个固定玻璃衬管的固定底座和一个与进样口连接的螺母方便地将玻璃衬管安装在色谱仪的填充柱进样口上(见图 2), 不同的仪器只需改变与进样口连接的螺帽(图 2 中的螺帽 6)。

## 2 结果与讨论

为检验拟柱上进样的效果, 以正十二烷为样品, 对同一根大口径毛细管柱分别以拟柱上进样(自制玻璃衬管)、直

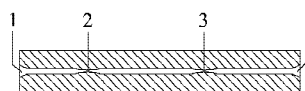


图 1 拟柱上进样衬管剖面图

1. 扩口; 2. 收口 1; 3. 收口 2.

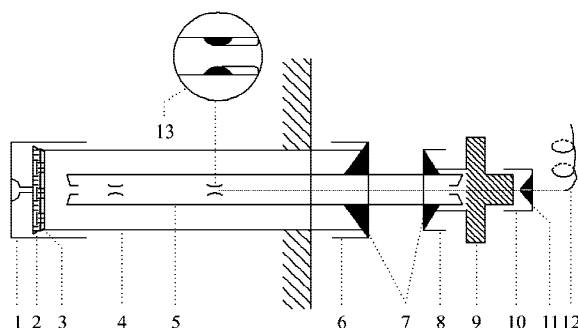


图 2 玻璃衬管与固定底座及色谱仪进样口的剖面图

1. 进样帽; 2. 硅胶垫; 3. 导向垫片; 4. 进样器; 5. 玻璃插件; 6. M12 螺帽; 7. F-704 石墨垫; 8. M10 螺帽; 9. 过渡接头; 10. M5 螺帽; 11. F-70 石墨垫; 12. 毛细管; 13. 收口处。

接进样(GC-17A 原配直接进样玻璃衬管)和分流进样(GC-17A 原配分流进样玻璃衬管)3 种进样方法测定  $H-U$  曲线(图略), 从  $H-U$  曲线可以看出拟柱上进样和分流进样两条曲线的 HETP 值(理论塔板高度)非常接近, 而直接进样的 HETP 值几乎高一倍, 这是因为衬管死体积过大引起谱带展宽导致柱效损失约 50%。用 3 种进样方法以相同分析条件分析石油醚, 结果进一步说明 GC-17A 直接进样分离效果明显较差, 特别是对那些质量比较轻、保留较弱的物质。

我们曾试图缩短收口 1 和 2 之间的距离, 同时放宽收口 2 的孔径, 使微升注射针能够插入大口径柱内, 即做到真正的柱上进样。多次实验说明, 拟柱上进样和柱上进样对分离并无明显差异。但这种柱上进样方法常会发生注射针戳破大口径柱管管壁的情况, 甚至导致原本密封之处漏气, 而拟柱上进样不存在此问题。

参考文献:

- [1] Roeraade J. HRC CC, J High Resolut Chromatogr Chromatogr Commun, 1985, 8(11): 801
- [2] Hagman G, Roeraade J. HRC CC, J High Resolut Chromatogr Chromatogr Commun, 1990, 13(7): 461
- [3] Koning S D, Kurano M, Janssen H G, Brinkman U A Th. J Chromatogr A, 2004, 1023(2): 165