

# Повышенная температурная стабильность и максимальная температура колонки Agilent J&W DB-HeavyWAX

## Авторы

Ванесса Аберкромби  
(Vanessa Abercrombie)  
и Лора Провуст  
(Laura Provoost)  
Agilent Technologies, Inc.

## Аннотация

Хроматографические колонки, содержащие чистый полиэтиленгликоль, известные также как колонки WAX, применяются для решения самых разнообразных задач, таких как разделение промышленных химикатов, вкусовых добавок и ароматизаторов. Максимальный температурный предел обычных колонок WAX составляет 250–260 °С; превышение этих температур чревато снижением термической стабильности, что сокращает потенциальную область применения. Agilent J&W DB-HeavyWAX имеет повышенный температурный предел, достигающий 280–290 °С, и повышенную температурную стабильность, которая увеличивает воспроизводимость анализа.

## Введение

В современных методиках ГХ и ГХ-МС, соответствующих строгим требованиям, особое внимание уделяется чувствительности и воспроизводимости в качественном и количественном анализе большинства сложных анализируемых веществ. Колонки для газовой хроматографии с неподвижной фазой из стопроцентного полиэтиленгликоля (ПЭГ) могут использоваться для решения самых разнообразных задач, например для анализа промышленных химикатов. В сравнении с полисилоксановой неподвижной фазой максимальная рабочая температура обычной колонки WAX для ГХ гораздо ниже: 250–260 °С. Если температуру обычной колонки WAX для ГХ доводят до температуры выше максимально допустимой рабочей (МДРТ), колонка демонстрирует высокие уровни уноса неподвижной фазы и недостаточную термическую стабильность, которые отражаются в сдвигах времен удерживания.

Колонка Agilent J&W DB-HeavyWAX имеет более высокий температурный предел, до 280–290 °С, который обеспечивает расширенный диапазон применения и повышенную температурную стабильность. Бензол, толуол, этилбензол, п-ксилол, о-ксилол и м-ксилол, часто именуемые БТЭК, — вот только некоторые из важных промышленных химикатов, которые анализируют при помощи колонок с неподвижной фазой из ПЭГ. При анализе промышленных химикатов (ASTM D2306<sup>1</sup> и D6563<sup>2</sup>) довольно часто стоит задача разделения высококипящих соединений. Раньше единственной возможностью извлечения более тяжелых соединений было выдерживание колонки при максимальной температуре в течение длительного времени или подъем температуры выше МДРТ с риском повреждения неподвижной фазы<sup>3</sup>.

Благодаря расширенному температурному пределу фазы DB-HeavyWAX становится возможным поддерживать более высокую конечную температуру в 280 °С и сохранять температурную стабильность фазы колонки. Мы сравнили температурную стабильность обычной колонки WAX и колонки DB-HeavyWAX с использованием БТЭК, чтобы продемонстрировать повышенную температурную стабильность последней. Это сравнение наглядно показывает повышенную стабильность DB-HeavyWAX по сравнению с обычной ПЭГ-фазой колонки, обеспечивающую повышенный температурный диапазон без потери стабильности.

## Параметры оборудования

Условия ГХ	
Колонка	Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 м × 0,25 мм, 0,25 мкм (кат. № 122-7132) Серийно выпускаемая WAX A, 30 м × 0,25 мм, 0,25 мкм Серийно выпускаемая WAX B, 30 м × 0,25 мм, 0,25 мкм
Газ-носитель	Гелий, постоянный поток, 1 мл/мин
Термостат	70 °С (10,0 мин) Быстрый линейный подъем со скоростью 5 °С/мин до 120 °С (1,0 мин) Быстрый линейный подъем со скоростью 20 °С/мин до 280 °С (60 мин)
Ввод	Режим с делением потока, 250 °С, коэффициент деления потока 200:1
Лайнер испарителя	Ультраинертный, с делением потока, с малым перепадом давления, стекловата (кат. № 5190–2295)
ГХ/ПИД	ГХ-колонка Agilent 7890B GC, оснащенная ПИД
Автосамплер	Автосамплер Agilent 7693
Параметры ПИД	
Температура	280 °С
Водород	30 мл/мин
Воздух	400 мл/мин
Колонка + вспомогательный газ	25 мл/мин

## Материалы и методы

- Колонка Agilent 7890 GC/FID, оснащенная вводом с делением потока или без него
- Автосамплер Agilent 7693
- Управляющее ПО Agilent MassHunter

### Стандартные растворы

Чистые бензол, толуол, этилбензол, п-ксилол, о-ксилол и м-ксилол (БТЭК) были приобретены в компании Sigma-Aldrich. Стандартный раствор, содержащий 100 ppm каждого компонента, готовили в метаноле (Sigma-Aldrich).

## Результаты и их обсуждение

Стандартный раствор БТЭК вводили в выпускаемую серийно колонку WAX. Колонку DB-HeavyWAX выдерживали при постоянной температуре до элюирования последнего пика м-ксилола, а затем температуру быстро линейно увеличивали до конечного значения в 280 °С и поддерживали в течение часа.

На рис. 1 показаны недостатки обычных колонок WAX, характеризующихся максимальной рабочей температурой 250–260 °С. При подъеме температуры выше МДРТ неподвижная фаза начинает меняться; одним из результатов этого изменения является смещение времени удерживания. МДРТ этой серийно выпускаемой колонки

WAX составляет 250 °С для изотермического режима и 260 °С для программируемого. При повышении температуры выше МДРТ, до 280 °С, колонка немедленно демонстрирует признаки смещения времени удерживания. Смещение времени удерживания будет меняться от легкого до значительного через 50 ч применения при 280 °С.

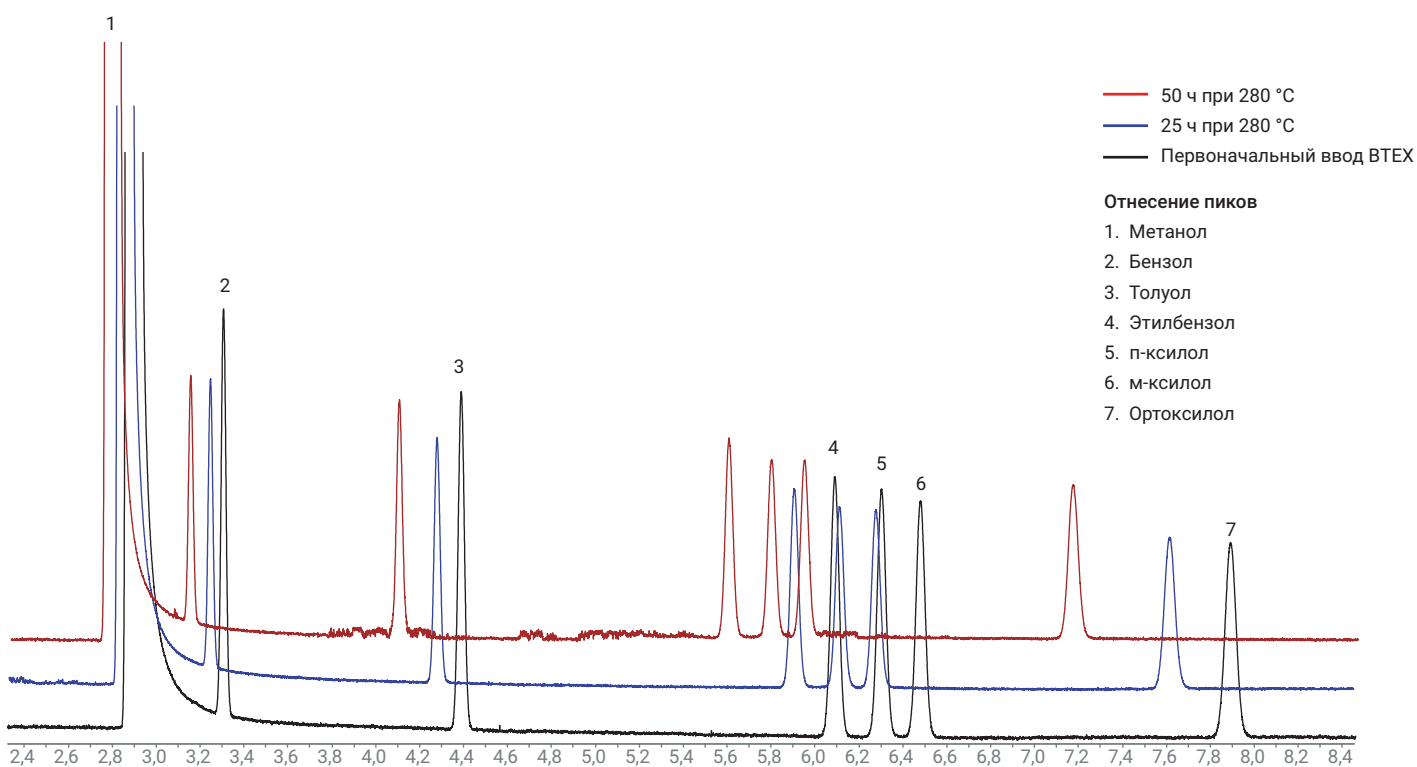


Рис. 1. Серийно выпускаемая колонка WAX демонстрирует сдвиг времени удерживания после эксплуатации при 280 °С

Рис. 2 демонстрирует повышенную термическую стабильность колонки DB-HeavyWAX при эксплуатации при высоких температурах в течение длительных периодов времени. Даже после 50 ч использования при 280 °C сдвига времени удерживания не

происходит. Через 100 ч эксплуатации при 280 °C смещение составляет лишь несколько секунд. Этот результат демонстрирует повышенную термическую стабильность колонки DB-HeavyWAX по сравнению с серийно выпускаемой колонкой WAX.

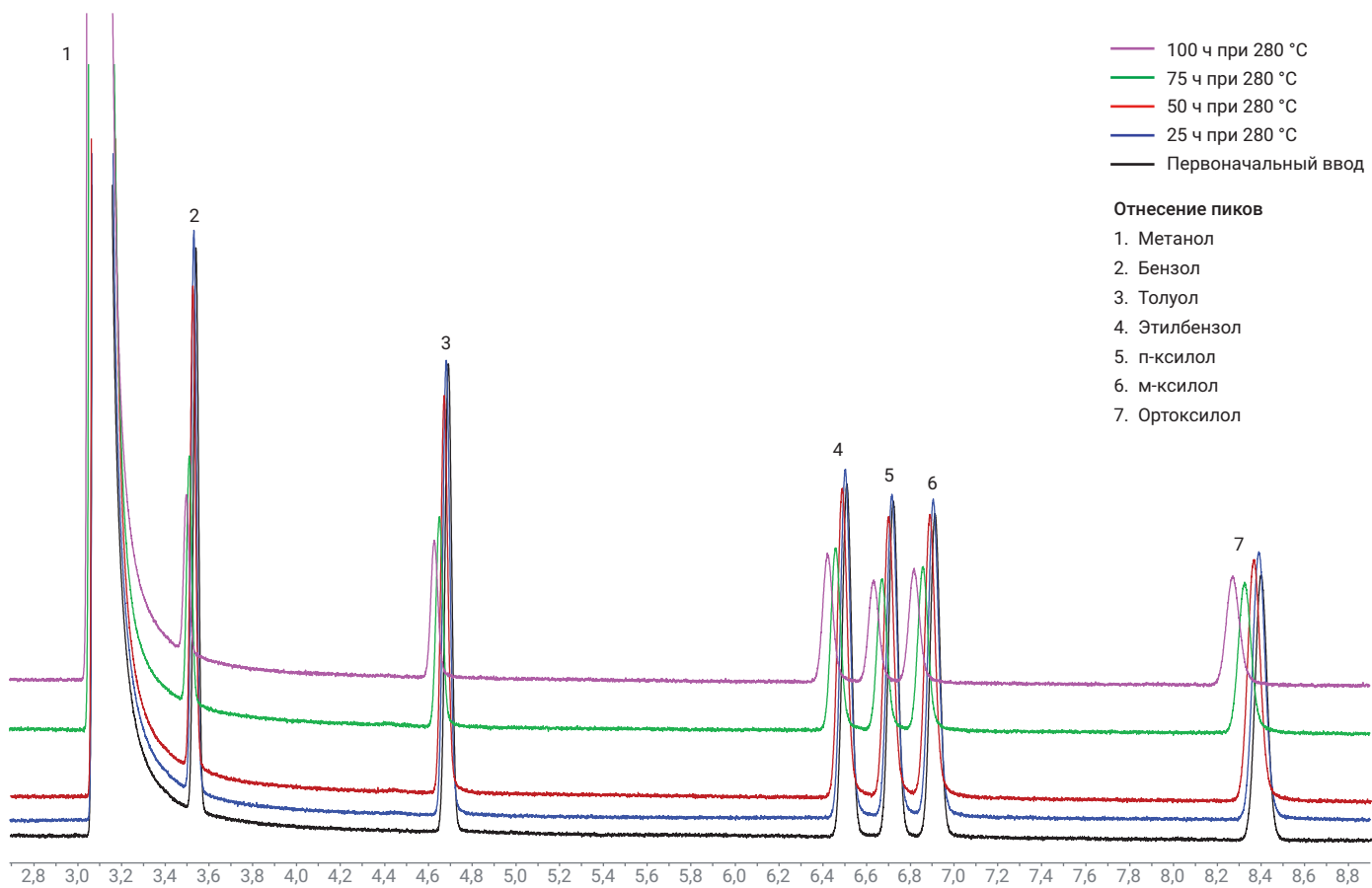
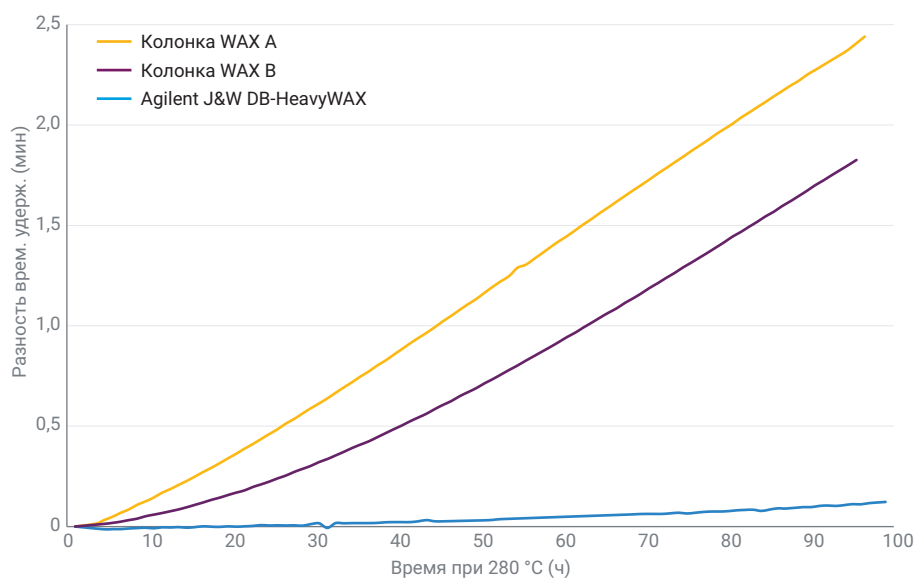


Рис. 2. Колонка Agilent J&W DB-HeavyWAX после 100 ч эксплуатации при 280 °C. Ось Y смещена

На рис. 3 приведено сравнение сдвига времени удерживания последнего элюируемого пика о-ксилола, зафиксированного для колонки DB-HeavyWAX и для двух серийно выпускаемых колонок WAX при эксплуатации при 280 °C в течение 100 ч. В этих условиях для колонок WAX A и B наблюдается сдвиг времени удерживания приблизительно на 2 мин, в то время как показатели колонки DB-HeavyWAX остаются неизменными. Постоянство времени удерживания для DB-HeavyWAX по сравнению с двумя серийно выпускаемыми колонками WAX подтверждает улучшенные показатели и стабильность колонки.

## Выводы

Использование колонки Agilent J&W DB-HeavyWAX увеличивает максимально допустимую рабочую температуру без ущерба для термической стабильности. Обычные колонки WAX зачастую не могут сохранять постоянство времени удерживания при высоких температурах, таких как 280 °C, на протяжении длительного периода времени. Повышенный температурный предел колонки DB-HeavyWAX гарантирует более высокую термическую стабильность колонки даже после эксплуатации при 280 °C в течение 100 ч.



**Рис. 3.** Смещение времени удерживания о-ксилола на двух серийно выпускаемых колонках WAX при эксплуатации при 280 °C в течение периода длительностью до 100 ч в сравнении с колонкой Agilent J&W DB-HeavyWAX

## Литература

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. *Agilent Technologies*, номер публикации В-0442, 2001.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

Информация может быть изменена без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2018.  
Напечатано в США 20 февраля 2018 г.  
5991-9035RU