

气相色谱仪毛细管柱的交联键合

气相色谱仪毛细管柱的交联键合指涂渍在毛细管柱内壁的固定液通过分子间的共价连接（交联）或与毛细管柱内壁连接（键合），液膜稳定性得到提高的制备技术。

一、特点：

- 1、增大粘度，减小柱流失，提高毛细管柱的使用温度，使原来线性的固定液分子变成网状结构。制备好之后，用溶剂把未交联的低分子物质洗去，提高了固定液的热稳定性。
- 2、抗溶剂冲洗，有利于毛细管柱内污染物的清除。
- 3、防止固定液在毛细管柱中脱落，允许注入大体积稀溶液，不致于造成毛细管柱超载。
- 4、固定液交联形成的网状结构阻止固定液热重排。

二、制备方法：

1、加热缩合法：

- (1) 原理：涂布在毛细管柱内壁的端羟基固定液在加热过程中与玻璃表面的硅醇基产生缩合键合而实现交联。
- (2) 方法：把涂渍完的毛细管柱装入气相色谱仪中，在约 0.3bar 压力下通入氢气冲洗，以 1℃/min 速率升至 300℃保持一段时间，完成缩合固化。
- (3) 常用交换剂：甲基三甲基硅氧烷、二甲基二甲氧基硅氧烷和氰丙基三乙氧基硅氧烷。
- (4) 应用：适用于各类端羟基固定液，能得到热稳定性和惰性都很好的毛细管柱。

2、原位自由基引发法：

- (1) 原理：通过不同自由基母体与聚合物链形成 Si-C-C-Si 链段交联结构。
- (2) 方法：把引发剂按一定比例与固定液混合配成涂渍液，按静态法或动态法涂渍毛细管柱，将两端封住后放在色谱仪柱室内，以 41℃/min 速率升到适当温度，保持一定时间进行交联固化。
- (3) 常用引发剂：
 - 1) 过氧化物引发剂：过氧化苯甲酰、过氧化二异丙苯、过氧化叔丁基和过氧化 2, 4 二氯苯甲酰。
 - 2) 偶氮化合物引发剂：偶氮叔丁烷、偶氮叔辛烷、偶氮异丁氰和偶氮叔十二烷。
 - 3) 臭氧引发剂。
- (4) 应用：广为应用的交联方法。

来源：<http://www.fudizao.com>