FITTINGS 101

一本针对于实验室里仪器连接件 的实用性手册





有关订购和技术支持,请访问: www.idex-hs.com或扫一扫,查阅我们的微网站



Intelligent Solutions for Life™
Fluidics | Optics | Consumables | Assemblies

Copyright © 2020 IDEX Health & Science LLC

版权所有。

在没有得到版权人书面授权的情况下,翻印或翻译本手册的任何部分都将是违法行为。请联络 IDEX Health & Science 获得授权。| www.idex-hs.com

以下是在本手册中出现的商标和注册商标:

MarvelXACT™ 是 IDEX Health & Science LLC 的注册商标

Upchurch Scientific® 是 IDEX Health & Science LLC 的注 册商标

Delrin® 是 E.I. du Pont de Nemours and Company 的注册 商标

PEEK polymer 是 Victrex, plc.的商标

NanoPort™是 IDEX Health & Science LLC 的商标

Halar® 是 Solvay Solexis S.p.A. 的注册商标

Radel® 是 BP Amoco Polymers 的注册商标

Ultem® 是 General Electric Corporation 的注册商标

目录

56

附录

您可能需要了解的一些有用的"额外信息"

• 2 绪论 什么是连接件? 4 在实验室仪器中扮演的重要角色 14 连接件如何工作? 大多数课程未涵盖的连接件的基本常识 a 24 我拥有何种连接件? 快速识别正在使用的连接件 1 26 塑料连接件还是金属连接件-我该选择哪一个? 什么是最佳连接件方案? 我们将展开讨论…… 30 什么是 HPLC? $\Lambda \Lambda_{\Lambda}$ 我们将要展开更多关于 HPLC 的讨论…… 更多常规应用 38 如何对微通量液相色谱和超高效液相色谱 (UHPLC) 讲行良好的连接 () 扭力限制机制 48 旋转或扭转力的度量 50 更多的技巧 其它有关进行良好连接的有用信息

绪论

欢迎阅读《FITTINGS 101》! 您将 展开一个激动之旅,帮助您掌握设备 连接件与附件的基础知识,以及关于 HPLC 的一些基础知识(作为一种分析 技巧)。

您可能对本手册涵盖的一些主题已经非常熟悉。然而我们发现,很多关于连接件与附件的基本信息通常不为人知……通常是因为这些信息没有涵盖在大学的课程中。

更糟糕的是,绝大多数连接件和附件的制造商均有一套他们自己的词汇和"行话"一通常包括工程术语、数学测量以及一大串材料名称……并且他们还期望您能理解他们的术语。

这正是本手册将帮您解决的问题!

我们已经在本手册中包含了关于连接件的基本信息:如何描述连接件,如何确定在您的系统中特定类型连接件的使用位置,不同类型连接件之间的可互换性一以及其它很多议题。我们甚至还在本手册中讨论了使用诸如 LC-MS 和UHPLC 等色谱分析系统所需的特殊术语和综合技能。

通过本手册,您将获得所需的自信,去了解您究竟需要何种连接件。



图标

下列图标显示在本手册的页面边缘,用来突出显示您所需了解的特别重要的信息:



关键概念

请尤其注意……所述 概念对内容的理解非 常重要!



请问?

表示那些令世界各地 的科学家感到迷惑而 频繁被问到的问题!



选此或择彼?

引起您对一些额外细节的注意,这些细节有助于您决定使用什么产品或在何处使用产品。



帮助我!

突出那些帮助解释主 题或便于理解的信 息。



秘密被破解

在一个"秘密"被破解时使用一这里所谓的"秘密"是为您的工作提供方便或帮助您加强理解。



趣味点

提示这里有些关于连 接件的特别有趣的信息。



如何做到

提供详细的有关当今 仪器如何配置的信 息,助您在产品选型 上更容易。

什么是连接件?



这是一个极为普遍却 从未被人们意识到的 问题!事实上,通常 直到你的系统出现故 障后,您才会意识到 在一些地方您使用了

连接件!

那么,什么是连接件呢? 根据词典上的定义,连接件是:

·····用于连接、调整或配合其它 部件的小零件(如在管道系统中)

换言之,即在任何需要装配、改造或 调整管路的地方,通常都需要使用连 接件!

事实上,所有类型的连接件均在一个标准实验室系统中使用,这些连接件包括:有法兰和无法兰;金属和非金属的;高压和低压的;平底和锥形的;内置和外置的;用扳手拧紧和用手拧紧的等连接件。

如 Paul Upchurch 在 他所著的《HPLC连 接件》一书中描述的 那样:



·····每个色谱工作人员都知道,要使用任何HPLC系统,您都会在连接件工作上花费大量的时间。要想进行任何实际的HPLC工作,您都首先必须对HPLC系统的管件有足够的了解。

因为连接件影响了您对于仪器所做的几乎 所有的操作,节省时间的方法是去了解连 接件以及如何正确使用它们。



那么,就让我们先来讨论些基本常识。

事实上,在分析仪器世界里,我们通常 所说的"连接件",是指一个由螺母和 套締组成的系统。



最终选择在您的系统中 使用哪个螺母和哪个套 箍,将由一系列的参数 决定:

螺母!

连接件系统的两个主要组成部分之一叫 做螺母。螺母是用来提供驱动力使套 箍密封。

通常根据一些特征来区分不同的螺母。 其中最明显特征是头部的几何形状(例如,滚花形,六角形,方形,翼形)。 但螺母最重要的特征是螺纹。螺纹使螺母和接收端口良好的匹配。让我们进一步对每个部分进行详细讨论,来帮助您辨别使用何种产品,以及还有哪些其他产品可选。

接收端口的螺纹

接收端口的几何形状

所使用的管路尺寸和类型

端口的制造材料

预期的压力值

……以及一些其它参数。根据所有这些 因素,让我们看看是否可以更清楚地表 述连接件。

螺纹

绝大多数螺母具有"外螺纹",就是说螺纹在螺母的外部。然而有些螺母却具有"内螺纹",也就是螺纹位于螺母的内部一



通常叫做"盖形螺母"或"阴螺母"。 (请参见第6页的图 1)

什么是连接件?

由于绝大多数的螺母具有外螺纹,让我们集中讨论这种螺母的几何形状……

通常用两个主要数据来描述连接件上的 螺纹。第一个数据告诉我们螺纹的直 径,第二个数据描述螺纹之间的距离。 以下是一个简单的示例:

在低压流体输送中应用最广的一种螺纹是1/4-28。注意这里用连字符分开的两个数据。现在,让我们应用以上说明,看看是否能确定一些有关这类螺纹的基本信息。

螺纹编号的第一个数据是"1/4"。由于我们知道这个数据代表的是螺纹直径,我们有了第一个线索。在这种情况下,编号



的测量单位是英寸,因此,这就表示螺 纹的直径是四分之一英寸!螺纹的直径 是从螺纹的一个顶部,穿过整个螺纹, 向另一相反端的顶部进行测量的。换言 之,我们在寻求螺纹的最大直径。

在螺纹标注中的另外一个数据并不那样明显。您觉得它表示什么呢?记住,这个数据表示螺纹之间到底有多近。

想到了?好吧,如果您认为那表示在连接件上共有28条螺纹,您已经相当不错啦!但不幸的是,那不是正确答案。在这种情况下,这个数据告诉您,在螺母上,每英寸有多少条螺纹。(更多有关如何测量您的连接件的重要尺寸,请查阅本手册第24页中详细的讨论有关您连接件的螺纹问题。)

图 1 带螺纹的螺母



外螺纹螺母



内螺纹螺母



为什么不直接告诉您,在螺母上共有多少条螺纹呢?

这仅仅是因为那样不能通用。每次螺母的长度改变, 所给出 的螺纹规格也要相应的改变,这样就很难使其标准化。然 而,如果螺纹的测量使用类似"每英寸螺纹数"的方式,那 么螺母的长度1/2英寸长还是5英寸长就无关紧要了……它还 是具有同样的"名称"!



计我们看看另外一 种螺纹一在较高压 力的色谱系统中应 用: 10-32螺纹。这 个代表了什么?



还是一样的, 我们知 道第一个数据是告诉我们螺纹直径的。 但是,在此处,那并不表示一个10英 寸直径的螺纹!

在"连接件世界",英制螺纹的直径 尺寸小于1/4英寸时,则使用规准号 码来表示螺纹直径。因此, 编号中

的"10"是表示规准 10-差不多相当于 3/16英寸(4.7625毫 米)。在微升和纳升 级的应用中, 诵常使 用规准6的螺纹。这种 规准的螺纹直径差不多相当干3.5毫米



更多有关各种螺纹直径和螺距的信息. 请查阅第25页中的表格。更多有关实现 良好毛细管连接的信息, 请查阅第39 页。

接下来, "32"代表什么呢? 和1/4-28 的例子一样, 这个数字代表了每英寸32 条螺纹。

如果你把10-32螺纹的接头和1/4-28螺纹 的接头相比,您认为哪个的螺纹之间更 紧密? 应该是10-32螺纹, 因为它每英 寸具有更多的螺纹数,或者说具有更小 的螺距。

思考提示 ……

为什么10-32螺纹的螺母会在高压应用中得 到广泛应用, 而不是1/4-28螺纹的螺母呢? 螺纹密度越大, 您就有更多的螺纹来抵抗端 口内部产生的反向压力, 螺母产生故障的机 会就会更小。

...现在您明白了吧!

或大约9/64英寸。

什么是连接件?

您可能已经注意到了,"英制螺纹"这个术语用起来比较简单。它是遵循传统的英制系统,用"英寸"作为常用的测量单位来识别螺纹。它也可以用来识别螺母,而不是使用公制系统。公制系统也用于色谱设备中的连接,但用的是"毫米"作为测量单位。

在实验室设备中最常用的公制螺纹是M6×1(尽管通常您只看到M6)。让我们把学到的英制螺纹连接件上的相同规则运用到这些公制连接件上。

首先记住,第一个数据是用来表示螺纹 直径的,既然这是个公制连接件,那么 它的直径是6毫米。 螺纹名称的"1"部分表示相邻螺纹之间的距离!因此,这种螺纹的每两条螺纹之间的距离是1毫米一

这与英制螺纹的度量



方法不同。英制螺纹(如我们已经讨论 过的10-32和1/4-28)测量的是每英寸 的螺纹数,公制螺纹测量的却是每相邻 两条螺纹间的毫米数。

尽管这两套系统之间存在差异,但也存在着巨大的相似之处……并且通过学习这些信息,您应该更好地了解螺纹是如何命名以及为何那样命名的了!

让我们测试一下您的知识……

现在您已经学习了螺纹名称的含义,让我们把所学的用到另一种螺纹上,看看您是否能够根据编号确定一些相关的信息。

螺纹是: 5/16-24。

- A. 该螺纹的直径是多少?
- B. 螺距是多少?
- C. 根据这个螺距, 1/4英寸(6.35毫米) 内有多少螺纹?

请参照本页底部的答案,检查您是否正确!



螺母头的几何形状

我们上面已经讨论了用螺纹对连接件进行描述,可是连接件不仅仅是通过它们的螺纹描述的。有助于决定选用哪一种螺母的复



定选用哪一种螺母的另一个主要因素是 螺母头的几何形状。

许多螺母只有用扳手才能适当拧紧。所以对于这种螺母,需要特别注意螺母头是"六角头"还是"平扳手"形状,然后需要确定从平侧到平侧的直径大小。这是为了让您知道该应用什么样的扳手。

然而其它螺母不用扳手也可以拧紧;您只需要用您的手指即可把它们适当拧紧!与"六角头"或"平扳手"形状的螺母很难用手来拧紧不同,这些手紧式的连接件一般都是"滚花头",有些甚至用了"翼式"来增强,这样提供了更多便于着力的表面以及对于您手指来说更多摩擦力。

注意: 在微通量级的应用中的连接件一般都比常规的配件小,通常会发现这些连接件的螺母头设计成"小滚花"。然而,由于它们整体的直径偏小,这些连接件仍需要使用定制的工具来确保它们紧固,用以保持管路承受额定压力。更多有关这类较小连接件合适的紧固信息,请咨询配件供应商。



其它事项

除螺纹尺寸和螺母头 几何形状之外,还有 一些其它因素会影响 您对螺母的选用。



其中一个因素就是螺

母的整体长度。长螺母很适合在有角度的端口上使用,可以增大相邻连接件之间的空隙。但是长螺母在"空间狭小"的端口中却造成妨碍。因此对于这些端口、短些的螺母更为好用。

您同时还应该考虑您所使用的管路的直径,因为绝大多数的螺母都有一个通常与管路外径相对应的规定尺寸的孔(叫做"通孔"),用来穿过管路。因此,为您的连接件系统选择螺母时,通常需要参考您的管路外径。

什么是连接件?

另一个主要因素是螺母的制造材料。最开始的时候,此因素并不重要,因为绝大多数螺母都是不锈钢制成的。然而,随着用手就可以拧紧的螺母的问世,很多聚合材料被用来生产螺母。像 Delrin®, PFA, ETFE, polypropylene, PCTFE, PEEK和 PPS 这样的材料都可以作为可选项……随着每一种新材料的问世,都会出现新的优缺点(例如化学兼容性,螺纹强度……甚至颜色!)。因此需要加以考虑。请参考附录中的聚合材料参考图表,或向您中意的连接件供应商咨询,以便选择应用中的最佳连接件。

套箍

现在您已经掌握了所有这些"螺母知识",但请不要忘记这只是连接件内容介绍的一半。

实际上,螺母并不是连接系统中真正" 起作用的部分"……而是套箍做了大部 分的工作。

绝大多数标准实验室 的连接件系统通过在 管路的外壁施加压力 (或夹紧)来工作。 并且,尽管是螺母提 供了用于压紧的传动



力,却是通过套箍压向管路系统,并因 此将管路固定在正确的位置。

套箍几乎不像它们的配套部分-螺母 那样复杂,可它们同样也有一些独特 的特征,可以用来帮助您来决定选用 哪一个。

它们看起来像什么

尽管套箍的形状和尺寸众多(参见左面的图3),它们却有一个共同点,就是都有一个共同点,就是都有锥形前端……设计套箍的目的就是,在这个套箍前端的末端一将管壁夹紧!



图 3 各种各样的套箍











然而,那并不意味着套箍是可以互换的!当为任何应用选择合适套箍的时候,需要考虑诸如管路尺寸,额定压力,配套的螺母,以及最重要的接收端口的几何形状。

它们用于什么地方

从我们前面的讨论来看,螺纹端口可以通过"高压"和"低压"来分类。而"高"和"低"的定义通常根据您面对的对象不同而不同,一个独特的特征是与连接件对接的端口的几何形状。

通常,低压端口采用平底的配置。换句话说,当螺纹伸向末端,端口的底端在横贯直径的方向变得平坦,在平坦底部的中心有一个小"通孔"。对这种类型的端口所使用的套箍,它们的锥形前端面向螺母,背向接收端口的平坦底部。在这类连接件系统中,螺母的螺纹筒的内部通常都具有锥形的表面,设计成可以与套箍的锥形前端相接触,便于在管壁内形成密封。(更多有关低压连接件的信息,请参阅第20页中的讨论。)



而高压接头正相反,在穿过螺纹部分之后有一个内锥度。过了内锥度后有一小段进深——通常叫做"管腔"——般与延伸至此的管路系统具有相同的直径。在这种类型的端口中,套箍的锥形前端面向端口而背向螺母。

有关套箍的小贴士

在高压应用中,锥形前端面向端口; 而在低压应用中,是面向螺母!

制造材料

套箍的一个重要特征是它所使用的制 造材料。

套箍通常是用如不锈钢、PEEK、ETFE、聚丙烯以及 PCTFE等材料制成。像 PEEK 聚合体(一种米色塑料)和不锈钢这样的材料通常用来制造用于高压情况下的套箍。较软的聚合体,包括 ETFE 和聚丙烯,主要(尽管不是唯一的)是使用在低压应用中。

其它因素

达到良好连接不仅是受连接件的影响。还有其它的因素需要考虑,包括如下:

管路:有两种管路特性会对您连接的质量带来明显的影响。第一,了解管路是由什么材料制成的是很重要的。有些材料一如FEP和PFA一对大部分的化学溶液都具有很好的兼容性,然而却承压有限。其它材料如PEEK和不锈钢具有很好耐压性,但其化学惰性不如较软的含氟聚合物材料。

了解材料的特性有助于您决定在将来的 连接中选择何种管路。大部分的连接件 系统紧固在管路的外壁,因此了解您管 路的直径是非常重要的。这个信息不仅 帮助您选择使用合适的管路,另外使您 确保管路能够很好的与接收端口匹配。



O-III KEY CONCEPT

小结!

可能您已经猜到,螺母和套箍都是连接件系统的重要组成部分。它们组成了一个系统,共同工作!

在任何连接系统中,您都不可能只使用螺母,这样就没有部件 用来夹紧管路。而如果没有螺母的传动力,套箍也不可能夹紧管壁。整个系统必须 一同工作,提供给在管壁上持续的紧固和密封。

...让我们进入下一章

对某些聚合物连接件系统,螺母和套箍结合在一起作为一个独立的部件。这些一体式的连接件系统和其它多部件系统仍有很多相似的特性。然而,一体式的连接系统通常还是比多部件的系统使用起来要更方便和简单。

连接件如何工作?

我们已经花了一些时间来学习关于连接 件的基本知识,并且我们已经熟悉了一 些新的词汇。现在,让我们看看是否可 以描绘出这些零件是如何工作的。

但是,首先,我们需要了解一些基础知识。从现在开始每当我们提到"连接件"时,我们就是指螺母和套箍的组合系统。(注意有些连接件,如我们在前一页提到的,是螺母和套箍一体式的。)

现在, 让我们开始吧!

为了了解连接件是如何 工作的,了解连接件的 作用是十分重要的。



连接件具有两个特别的主要功能:

防止液体(或气体)从流道中泄漏

抵抗反向压力,将管路系统支撑在确定的位置

这些功能听起来有些简单;可是,当您 考虑到经常在给定流道中流动的化学物 质的性质,以及管内通常存在的高压 时,你将会意识到,连接件在执行一件 多么困难的工作!

那么,连接件是如何完 成它们的本职工作的?

大多数实验室仪器中的连接件是通过一个叫做外部压紧的过程来完成工作的。换句话说,当一个连接件在确定位置支撑管路



时,它向管路的外壁施压。根据连接件的制造材料,这种外部压紧通过一个称为**型锻**的过程变成永久性的,或者保持暂时的压紧作用,通过与管壁之间的仅有的摩擦来支撑管路。



那么,这种压紧的动力 是什么呢?这就要涉及 到一个叫做"过盈角" 的概念。这有些专业 性,那么就让我们更深 入地研究,得到更好的 理解。



我们已经讨论过套箍是如何至少在其一端呈锥形的,以及套箍如何定位是根据您希望连接件能承受的压力来决定的(当然还包括接收端口的内部形状!)。通常,任何套箍(或连接件,如果是一体式的类型)的主要锥形部分将面对接受连接件上同样也是锥形的部分,就会产生这样的连接,其中两个角表面装配在一起。(参见图5)

让我们看看当两个角装配在一起时,会 发生的三个可能性:

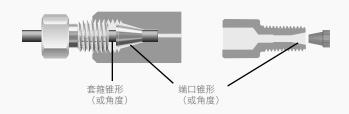
1. 套箍的角度比接收端口宽一些

这样,当连接件在确定位置拧紧时,套箍锥形前端的顶部实际上根本没有与接收端口锥部接触;接触部位部分地发生在套箍壁上部。这种情况使套箍的锥形前端在管壁上产生的紧固压力不够或造成泄漏。

2. 套箍和接收端口具有同样的角度

在这个例子中,由于角度匹配,整个套箍与接收端口同时接触。并且,无论您怎样拧紧相应的螺母,只会加深两个配合面之间的楔合,事实上对于管壁却没有起到压紧作用。这样,通常将会造成泄漏。

图 5 套箍定位



连接件如何工作?

3. 套箍具有比接收端口更窄的角度

套箍的顶部与接收 端口首先接触,然 后在连接件向确定 位置拧紧时,套箍 开始与端口角紧密 接触,并压紧管



壁。这恰恰是您想要的! (图6展示了每一种压紧情况)

除了在管壁外侧周围产生的密封和夹力,你还需要在套箍外表面和接收端口的锥形壁之间进行密封。密封的质量完全依赖接



收端口和套箍的表面质量。在任一表面 上的缺陷都会造成泄漏。

图 6 三种套筛界面



套箍比端口宽



套箍与端口一样大



套箍比端口窄



高压连接

大部分高要求的流体连接都是在一个系统的高压部分。事实上,通常在 HPLC中的压力达到和超过 4,000 psi(276bar)以及在 UHPLC中的压力达到和超过 15,000 psi(1,034 bar),甚至于更高的压力!因为这些连接经受大量的压力,让我们首先来了解如何建立良好的高压连接。

在 HPLC 和 UHPLC 的高压流路中最常用的连接形式是"型锻"连接。

我们曾经在前面简单地介绍过型锻的概念。现在,让我们更进一步的了解型锻的过程一它是什么,它如何工作,以及为什么到今天它还这样流行。

首先,简单地说,型锻是指将一个套箍永久地装配在一个管路上,这种方式在高压应用中是特有的。通常,连接件和管路使用某种类型的不锈钢制造而成,尽管并不要求一直这样做。然而,型锻不使用在全聚合物的套箍上。大部分使用型锻的人都使用不锈钢套箍作为连接系统的部件。

为了将一个套箍型锻在一个管路上,将 螺母在将要连接的管路上滑动。随后, 在螺母的下方,将套箍在管路上滑动, 确保套箍的锥形前端背向螺母(是否还 记得在第11页上的小贴士?)



一旦螺母和套箍安装 到位,将管路插入接 收端口,直到管路与 端口底部平接好。

请注意:这一步骤对绝大多数端口有效,然而有些端口并不具备与管路平接的坚实的底部。对于这些端口,必须格外小心,确保管路保持延伸,通过套箍的前端……但不能太远!

管路固定在确定位置后,用手将螺母完全拧紧,然后再用扳手拧3/4圈。这样通常就完成了型锻,将套箍卷边并固定在管路表面上。为了确定已经正确地完成这一工作,将组装件松开并将其从接收端口上拆下。检查套箍并确定它不会掉下来,如果它仍松动,重新将连接件和管路插入接收端口,并多拧1/4圈,再在每一次多拧1/4圈之后检查套箍是否安装在管路上了。

请注意: 以上推荐的紧固过程都是用于 传统的 HPLC 相关的仪器。如果您使用 的是 UHPLC 系统或者工作压力非常高 的情况,需要额外的紧固来保证承受您 需要的压力需求。

连接件如何工作?

型锻连接件被永久地装配在管路上这一事实,也有助于连接件与某个管路之间的结合。由于它们装配在一起,不会意外地断开。(如果您常被这些小事情困扰,这会帮助很大!)

不幸的是,这个永久 的安装也是一个很大 的挑战!为什么?

PARDON MOI?

因为您将只能在某一 个端口处使用连接 件——那个被型锻装 配的端口。

您看,当一个连接件被型锻时,总会有一定长度的管路穿过套箍延伸出来。这种方式无法避免,否则套箍没有管路用来咬合。问题是每个主要制造商所需长度有所不同(参见图7)。这就意味着,一旦某连接件被型锻入某接收端口之后,为得到最优的分析结果,只能在这个*原来的端口*上使用该连接件。试图在任何其它端口上使用,都将导致死体积(参见第53-55页中有关"死体积"的讨论)或化学泄漏一尤其是在使用多个制造商的设备时。

思考提示……

型锻式连接件具有一些意义重大的优点。其一是,它们可以永久的装配在管壁上。这使得型锻连接件可以承受高压力一几乎总是要高于装入连接件的设备的压力等级。

……现在您知道了!

图 7 "尺寸 X"

来自不同制造商



0.080"

(2.0 mm)







X = 0.090" (2.3 mm)

X = 0.130" (3.3 mm)

X = 0.170" (4.3 mm)

根据不同的制造商,尺寸×可以从 0.080" (2.0mm) 到 0.170" (4.3mm)



解决问题的办法

使用连接件的最普遍的问题之一就是化学泄漏(例如,在不同牌子的HPLC色谱柱间进行切换)。最开始时,当泄漏发生时,通常最好首先去确认连接件是否已经适当拧紧。尽管通常来说,泄漏连接涉及到管壁上套箍的位置移动位置移动向题。不幸的是,使用型锻连接件,套箍被永久地装配在管路上,因此无法进行重新定位或更换(至少不可能不损坏管路或者套箍)。这通常意味着您需要扔掉整个管路一同时带有两个装配的套箍和螺母,这使得型锻装配这个方案变得非常昂贵。

有另外一种方案…… 手紧式连接件



手紧式连接件通常是

聚合物连接件,和金属连接件一样可以在同样的接收端口上使用。因为它们由高端的聚合物制造而成,而不是如不锈钢一样的材料,您可以不需要使用任何工具,仅需要您用手拧紧手紧式连接件即可达到很好的效果。并且,由于它们是聚合物材质的,它们不是永久地装配在您流体管路的表面,这样它们可以根

据需要重新定位,用以 帮助防止连接泄漏和死 体积。



除了一些明显的优点以 外,其它一些优点也使 得手紧式连接件成为实 验室的重要组成部分:

生物兼容性

很多生物样品与铁相互作用,而铁是不 锈钢的主要组成部分……但不是绝大多 数聚合物的组成部分。

广泛通用性

尽管很多用户被迫使用系统要求的特殊 金属连接件,绝大多数的情况下,仅用 一种类型的手紧式连接件就可以完成整 个系统的连接工作。

可互换性

因为手紧式连接件不是永久地装配在管壁上,通常它们可以被从这个端口移到另一个端口,并且可确保管路完全插入接收端口使您完成一个良好的连接。

连接件如何工作?

手紧式连接件在分析级应用以及有关毛细管的连接方面运用比较广泛。然而,当手紧式连接件应用在毛细管上时,连接件通常会有一些特殊点——例如定制套箍、或使用套管——以帮助建立良好的连接。请见第39页开始的毛细管连接的讨论。

当然,手紧式连接件也有其局限性。一个局限性是与一个主要的优点相关一它们不是永久地贴合在管壁。对于重新定位以及整体的可互换性来说这是优势,可这也意味着手紧式连接件比型锻连接件通常要有一个比较低的紧固压力。另一个局限性是关于在温度提升的应用以及在一些罕见的化学相互作用的案例中。虽然如此,手紧式连接件通常还是具有非常实质的优势,甚至盖过了它具有的局限性……这也是为什么它们已经被如此广泛地应用在全世界范围内!

如何运用在低压连接?

当然,在您的系统中不是所有的流体连接都是高压连接一实际上,大多数的连接都可以被看作"低压"连接。一般,可应用在"低压"连接的连接件不同于传统的"高压"连接件。

首先,大多数的低压接收端口没有锥形的内表面。而是,连接的内螺纹直接与平底相连。当然,如您所期望的,这些类型的端口要求不同的连接件—这种连接件特点在于能够在平底上形成一个密封。

低压的最初类型,平底的连接件是法兰连接件—这种类型沿用到现在!当形成一个法兰连接,流路管路最底部是翻边的,支撑连接件会将管路的翻边挤压在接收端口的最底部上。





法兰连接件沿用到现在是因为它们相对 成本低以及使用简单。然而,一旦一个 法兰连接出现任何问题,很难进行修 复。因此,许多人都已经从法兰管路连 接转换到无法兰连接。

在一个无法兰连接中,比起将管路翻边 在接收端口底部进行密封,这种系统(以及其它相似的系统)通常使用一个独 立的连接件以及一个外压紧套箍。但 是,锥形的套箍顶端不是背对连接件, 这种连接件的类型是锥形套箍的顶端是 面对着连接件的。(在第15页图5中的 典型无法兰连接件系统的例子,请见该 图中右手边展示的。)

大多数情况,低压连接不需要任何的工 具来建立良好的连接一简单的用手拧紧 即可。另外,当使用无法兰连接件系统 (或其它相似的),低压的配件通常具 有大部分手紧式连接件拥有的优点,包 括生物兼容性,可互换性以及甚至于可 在大部分端口使用的通用性。

图 9 钩式连接器



钩住!

许多低压连接使用硬管或半硬管,并且 因此使用外压紧连接件,而有部分的连 接是不能使用外压紧管接件。尤其,当 使用软管时,例如蠕动泵管,外压紧连 接件通常不是最好的选择。对于这些应 用,最常用的连接器的类型是"钩式" 连接器。

"钩式"连接器连接时将软管扩张出一个口。这样可使管路紧夹连接器,并固定在一个位置。然而,这种连接通常对于低压连接的应用比较有益,因为当压力在软管内增加会导致管路扩张。最后,当压力足够大时,管路将扩张到足以从使用的钩式连接器上滑出。

我拥有何种连接件?

一旦您了解了连接件是如何工作的,一个最大的障碍可能是需要描绘出您拥有什么样的连接件,这样您才可以 用一个可替代的连接件来将其更换。

我们已经讨论了一些关于连接件的定义特性,所有这些将帮助您描绘出您已经拥有什么样的连接件……然后帮助您决定哪一个连接件最适合您的需要:

连接件的螺纹

连接件的几何形状(锥形的还是平 底的)

需要连接的管路的尺寸

制成连接件的材料

连接件的长度

螺纹的其它称谓……

我们早前讨论过连接件上的螺纹,以及螺纹名称所能告诉您的一些特殊信息。回顾一下,每个螺纹编号均由两个主要数字组成一这两个数据都告诉您一些关于螺纹的信息。例如,看一下编号1/4-28 的螺纹,名字的"1/4"部分告诉我们,螺纹的最大直径是1/4英寸,而"28"是告诉我们沿连接件的轴向,每英寸上具有多少条螺纹。

但是,您是如何知道 您拥有何种类型的连 接件呢?如果您不知 道任何连接件的信 息,那么确定它的螺 纹描述就成为您可以 获得的信息中最关键的部分。



幸运的是,您通常可以简单地使用普通 尺加上您的判断力,来确定您具有何种 螺纹。首先,将连接件的螺纹部分与普 通尺的边缘并排起来,如下页的图10A 所示。如果您能够测量至少1/4英寸长 度的螺纹,那将很有帮助。



然后,沿连接件的筒体对螺线数目进行 计算,直到您数到您普通尺上1/4英寸 的标记处。

记住:第一条螺线在您的**0**标记处······ 不要在您的螺线计数中包括这条螺线!

如果您所测的是一种英制螺纹,您连接件上的某一条螺纹应当与1/4英寸的标记对准(在图10A中,1/4英寸长度上有7条螺线)。然后,所有您需要做的就是将您的结果乘上4,这样可以得到每英寸上的螺线数一也被称之为螺距!(如果您要测量的是一种公制螺纹,那就不能这样计算!我们等一下再考虑这种情况……)

一旦您确定了您连接 件上每英寸的螺线 数,螺纹直径的测量 就很容易了。简单地 将螺纹管柱放在尺的 顶部,然后测量最宽



的距离,从螺母一端的螺纹顶部到另一端的螺纹顶部,如右侧图10B中所示的,所测得的距离是1/4英寸。

图 10A

计算您的螺纹数目

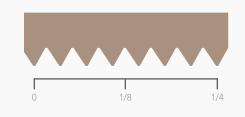
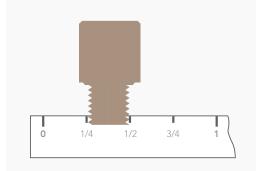


图 10B

螺纹直径



我拥有何种连接件?

对于绝大多数的色谱中使用的英制螺纹 配件,直径通常按照下列图表与螺距成 一定的对应关系:

每英寸螺线数	直径
20	1/2" (12.7 mm)
24	5/16" (7.9 mm)
28	1/4" (6.4 mm)
32	3/16" (4.8 mm) 规数 10, & 9/64" (3.6 mm) 规数 6
40	9/64" (3.6 mm) 规数 6

当然,还存在着许多不同的情形,但该 图表可以作为一个好的起点。

使用公制螺纹连接件进行工作时, 手工测量有些不同, 但使用的概念却是相同的。

请记住在色谱和相关 应用中最常用的公制 螺纹连接件的名称 是"M6"。从技术角 度而言,该名称是不 完全的:这种螺纹的



实际名称应该是M6×1。如果您回忆一下就会想起,这表示螺纹的直径是6毫米("M6"部分),单螺线之间螺距

是1毫米("×1"部分)。请注意这 和表示每英寸有多少条螺线的英制螺纹 不同。(欲知更多信息请参见第6页)

要测量公制螺纹连接件的螺距,将您的连接件螺纹管柱沿以毫米为单位的格尺摆放。把靠近连接件顶端的螺线顶部与格尺上的一个毫米刻度对齐。然后,检查螺线其它顶部在格尺上相应的位置。最常用的公制螺纹应该是:每条螺线的顶部恰好与您格尺上每个毫米刻度对齐。其它公制螺纹连接件则不一定具有一毫米的螺距。然而,它们会遵照一定的规律(例如每7毫米的距离上有10条螺线,例如:M4×0.7螺纹)。

为测量您的公制螺纹连接件的直径,可以使用与英制螺纹连接件相同的测量方法,使用格尺测量公制螺纹的方法仅作为一种参考。



如果想更容易……

既然您已经通过了螺纹测量的练习,您 可以利用下图中的图表帮助您更容易地 确定您连接件的螺纹指标。

使用这种方法,只需简单地将您的连接 件和图中的轮廓相对比,看您的连接件 是否与其中一个匹配。每个阴影图都是 特定螺纹精确的复制; 因此,图表可以用来快速确定螺纹的技术指标,或对您的测量进行验证。



我拥有何种连接件?

将您的连接件和下面的螺纹轮廓进行比对来辨识螺纹。

0. V-XV-V (V-V-V-V-V-V-V-V-V-V-V-V-V-V-V-V-V-V			
美国常用螺纹			
6-40			
6-32			
10-32			
1/4-28			
5/16-24			
1/2-20			
公制螺纹			
M4 x 0.7			
M6 x 1	**********		

塑料连接件还是金属连接件一 我该选择哪一个?

连接件使用者经常面临的两难选择是决定使用金属连接件还是塑料连接件。下面这些以及一些其它问题经常会被问到:

-) 我的系统已经使用了不锈钢连接件, 所以我不得不继续使用它们……是吗?
- > 我所用的化学物质或试剂会和连接件发生相互作用吗?
- 》如果我使用的是金属管路,我就不能使用塑料螺母和套箍了……是不是?
- > 哪一种连接件确实可以在我所需要的压力条件下工作?

我们将在这里讨论最常见的 和经常关注的问题。

我确实可以更换我的连接件吗?

通常认为你需要使用仪器中最初配备的 同类型的连接件。事实上,这也是不锈 钢连接件如此流行的主要原因!

所幸的是,仪器性能很少与一个特定的 连接件联系起来,这也有助于您随意更 换连接件以适应您的应用和需要。为了 帮助您为您的应用选择最佳的连接件, 首先要考虑的是连接件的用途。它是用 来承受高压还是低压? 化学环境如何? 操作温度是多少? 在决定使用何种连接件时需要考虑的另一个因素是:将如何使用连接件。如果您计划将一条管路与接收端口相连,并极少将其取出,那么不锈钢连接件通常是个不错的选择。然而,如果您需要频繁拆卸和连接,或如果您计划在多处使用管路(例如,在HPLC系统中具有多个色谱柱),那么聚合材料连接件绝对是最佳选择。

在回答完以上这些问题后,再去找寻合适的连接件系统,能够达到良好的性



能,并且整体设计可达到更容易使用,可靠以及最合适您的应用的特性。

请记住无论管路使用何种材料,既使金属连接件对一些应用非常有效,聚合物连接件在大部分应用中通常也是一个极好的选择。具有讽刺意味的是,逆命题却不一定成立一在很多采用聚合物材料

连接件的地方,却不能使用不锈钢连接件……尤其是在那些使用聚合物材料连接件将管路装配在一个塑料端口上的应用中。在这些应用中,使用不锈钢连接件通常会损坏接收端口!

化学环境如何?

这是一个非常实用的问题,而且是无论 您选取何种类型的连接件都要考虑的问 题。如果不相容的化学物质需要和连接 件接触,则连接件的密封能力及其螺纹 一体性可能都要进行协调。

请遵循: 永远都要考虑化学环境!



另外,因为绝大多数 连接件包括两部分一 螺母和套箍,您应该 同时考虑化学物质和 螺母及套箍材料的相 容性。例如,您可能

拥有一个手紧式连接件, 它包括一个

PEEK 聚合物材料的套箍和一个 Delrin®的螺母,并且您需要在使用了低浓度的 TFA(三氟醋酸)的 LC-MS 系统中建立管路连接。在这类应用中,PEEK 套箍将很好地发挥其性能。然而,如果溶液延伸接触到螺母(例如,如果在连接件松动时,一些化学溶液滴落到端口的螺纹上),最终接触点上的聚合物材料会被腐蚀。连接件的一体性从而被破坏一导致泄漏!

这里有很多关于化学兼容性的最新信息 (在本手册的第63页附录中,提供了 化学兼容性信息的概述),包括您选择 的连接件的制造商信息。另外,您也可 以在网络上找到其它的相关信息。我们 高度推荐您在完成您的连接件选择之前 请参考这些资源中的一项。

材料与管路是如何进行匹配?

到目前为止,您可能认为您可以几乎在 任何类型的管路上(聚合物材料的或金 属的),都可以使用塑料连接件。只要 连接件能够承受大于您所期望的压力值 的压力,并且只要您的管路适合您所要 进行的连接的类型(例如,外部压缩, 内部膨胀等),那么您的连接就不会有 任何问题。

另一方面,在塑料管路上使用金属连接件是很危险的,甚至是行不通的。一个金属连接件在塑料管路上发生卷曲时,由于金属比管路材料坚硬的多,它会紧紧地挤压管壁。事实上,对管壁的过分挤压,会损坏管路或造成内径变化,致使管路无法正常使用。为了帮助选择可以使用的连接件,假设您使用的流道管路相当的坚硬一您可以参考以上的话和下面的表格作为依据。

我该如何选择?

在塑料材料上使用不锈钢会 造成损害!在不锈钢材料上 使用塑料,是个好主意!

= 4	**	
表1	一 连接件的应用	
	~_1X H J / /	

连接件	管路	端口	推荐?
塑料	塑料	塑料	是
塑料	不锈钢	塑料	是
塑料	不锈钢	不锈钢	是
塑料	塑料	不锈钢	是
不锈钢	不锈钢	不锈钢	是
不锈钢	塑料	不锈钢	否
不锈钢	塑料	塑料	否
不锈钢	不锈钢	塑料	否



压力会产生何种影响?

使用聚合物材料连接件代替金属连接件存在的一个问题就是系统压力。事实上,绝大多数金属连接件比聚合物材料连接件能承受更高的压力。然而,需要知道的实际问题是连接件必须经受多大的压力?如果您的应用只需经受每平方英寸1,000磅(psi)(69 bar)的压力,然后您可以在能经受10,000psi(689 bar)和6,000 psi(414 bar)的聚合物材料连接件之间进行选择,那您选取哪一个连接件就无关紧要了,因为两个连接件都符合您的工作要求。

对于特别高的压力应用,例如 UHPLC 的系统压力会超过 15,000 psi(1,034bar),绝大多数的分析师 倾向于选用金属螺母和套箍或其它定制 的适用这些压力的连接件。但是对于低 压力,中等压力,和普通高压力应用, 通常可以选择使用聚合物材料连接件。 请参考制造商提供的连接件的压力承受 数据,来确定连接件是否能够满足您 的需要。

小结

总的来说,塑料连接件可作为大多数管路连接的共同选择。 原因如下::



多种聚合物材料连接件可供选择

聚合物材料连接件通常具备出色的 化学兼容性

聚合物材料连接件可以满足大多数 的压力需求

聚合物材料连接件具备几乎所有连 接件的一般使用功能

聚合物材料连接件可以多次重复 使用

关键点

聚合物材料连接件的质量比类似的不 锈钢连接件或其它金属制成的连接件 要优良。

什么是 HPLC?

我们之前讨论讨的, 使用连接件的主要 流体传输应用之一是 HPLC。因为这是 一种流行的分析技术, 因此我们有必要 花些时间在这上面进行讨论。

HPLC 是高效液 相色谱(High Performance Liquid Chromatography) 的首字母缩写。(很多人以为"P"是 表示"压力",因为很多 HPLC 应用 中的压力确实很高。但是"P"其实表

示"性能"。)



HPLC 在1960年开始使用。这项技术使 得分析师可以把由已知和未知成分组成 的样品讲行成分分离,然后定量分析样 品中的每个组成部分。并且由于这项技 术没有破坏性, HPLC 成为实验室应用 中用途极为广泛的仪器之一, 科学家们 在使用 HPLC 系统分析过样品后,还 可以继续对样品进行其它测试。

分离过程为将样品 送入作为**流动相**的 化学液体中, 流动 相再将样品带入特 制的管路中, 这个



特制管路,也就是色谱柱,填充有微小 的有化学活性的颗粒,也就是固定相。 在色谱柱内部, 样品与流动相和固定相 均发生相互作用,并开始化学分离出它 的各个组分。系统中的其它设备生成并 记录那些分离的样品组分的分析数据。 然后那些数据被记录在一个被称为色谱 的图表上。(哇!)



在我们进一步展开讨论之前,必须首先 了解标准 HPLC 系统的组成部分。

一个 HPLC 系统包括七个基本组成部分,每部分都具有重要的功能:

溶剂容器:溶剂容器用来储存流经系统的化学溶液。因为这种溶液贯穿整个分析过程,我们称之为流动相。

泵: 泵将流动相从储存容器中抽出, 并推动其流向系统其他部分。目前最常 用的泵是双柱塞泵一可以在高压状态下 保持稳定的流量。

进样阀: 进样阀将样品引入流动相。 最常用的进样阀是一种六端口、双位 置阀(参见下图11)。这种类型的阀 可以控制一定数量的样品重复性地引入 流动相通道, 却基本上不影响系统的其 它部分。

 典型进样阀工作示意图

 旋钮视图点

 基式

 (针孔)

 基样

 (针孔)

 基件

 (针孔)

 基件品进入

 (针孔)

 基本

 样品速入

 (针孔)

图 11

进样阀的发明实实在 在地变革了色谱方 法,因为它使样品引 入和分析成为自动化 方式。HPLC 系统最 初作为一种分析技



术,每天可以处理20到40个样品,现在 HPLC 系统(与适当的设备结合使用)每天可以处理上百个样品,可以实现新药的快速研发,也可以进行高通量基因和蛋白分析工作。

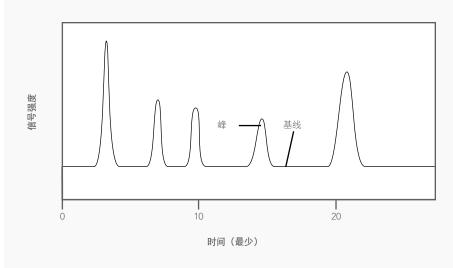
色谱柱: 如果将色谱柱看成一种化学 "过滤器",则其通常被称为 HPLC 系统的"心脏"。如上文提到的那样. 色谱柱是具有特定长度和内径, 并且通 常充满小颗粒的管路。这些颗粒通常有 一层化学物质涂层,这种化学物质是设 计用来与样品成分发生相互作用。 并 促进分离的。通常情况下,这些颗粒(前面提到的**固定相**,因为它们无法在系 统中移动)——是直径很小的硅藻土颗 粒,并且通常是用硅十八烷(C18)化 学性地粘结在这些颗粒的表面。有时不 用硅藻土,而是采用其它聚合物材料, 如其它更特殊的填充材料。同样,除采 用 C18粘结在颗粒的表面之外, 还可以 使用更特殊 的分子粘结在基料上,讲 一步提高色谱柱中的分离程度。

检测器: 检测器是用来在样品成分随流动相移动时,"观察"其在色谱柱中分

离出的样品组分。最常用的检测器会发射一束紫外光穿透一块特殊的窗口(称为流通池)。在样品组分通过**流通池**时,穿过流通池的光线数量发生变化。检测器的电子装置就把这种透射光强度变化转变成一个信号。

随着技术成本的不断下降,其它种类的检测器变得更为常用。诸如质谱仪(MS)和核磁共振(NMR)之类的检测器在很多实验室越来越频繁的使用起来。随着更高级的检测器可以应用在色谱上,HPLC——很多实验室的核心设备——作为一种分析技术的使用正日益频繁。





记录仪:记录仪将检测器生成的信号翻译成图表,产生**色谱图**(参见上面的信号-时间图)

早期,这个装置仅仅是一个装有带状记录纸的记录仪,带有一个随检测器产生的信号而移动的笔,在以特定速度移动的纸上

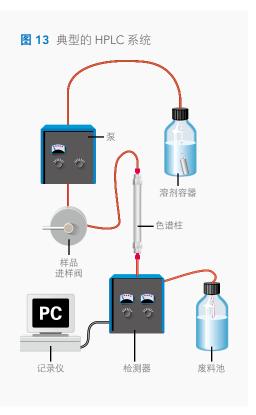


进行记录。然后,仔细地对峰进行切割,并按一定尺度进行加权(是的······加权),进而获得半定量数据。现在,

记录仪装置通常是一台计算机,其上 装有设计软件,不但可以翻译检测器信 号,还可以对数据进行数字化处理。这 就可以生成更多的再生性信息,使越来 越少的样品使用起来也很方便。

废液池:基础HPLC系统的最后一个组成部分,在流动相和样品组分通过系统之后,废液池将它们安全地收集起来。

从系统的角度来看组成部分……



其它系统"成员"

尽管离开这七个基本组成部分 HPLC 系统无法正常工作,当它的组成部分多过这七部分时,它当然还是可以正常工作的。事实上,有很多常用的附件可以帮助提高标准 HPLC 系统的性能:



过滤器: 位于溶剂容器内,沿流道方向大量分布,过滤器在维护系统性能上起到了重要作用。过滤器防止固体颗粒通过系统;错误的使用过滤器会导致系统部件损坏,增加停机时间,并且得到不令人满意的色谱结果。(欲知更多过滤器方面的信息,请参考附录,从第56页开始。)

保护柱:保护柱的功能正如它的名字一样……它们保护主要的分析色谱柱。它们通常为小型分析色谱柱,用来捕获某些样品组成部分因为它们会顽固地粘附在分析色谱柱的内部。对主要的分析色谱柱,保护柱起到一个保险单的作用,帮助延缓较为昂贵的主色谱柱更换。

背压调节器: 背压调节器(BPR)通常放置在检测器和废液池之间的管路内。它在管路上游产生附加压力,来防止任何可能已溶解于溶剂中的气体析出,并沿流动相流道产生气泡。(如果有任何气泡通过检测器的流通池,一种"噪音"现象可能会出现在色谱的基线上,限制了分析的灵敏度。)(欲知 BPR

的更多信息,请参见附录第56页。)

真空脱气机:真空脱气机是设备的一部分,通常放置在溶剂容器和泵之间的管路内。该装置的设计是为了在流动相进入泵之前将其中间的可溶解性气体除去。这样做的目的是为了保持气体在溶液里的溶解度足够低以至于在流动相从高压的色谱柱流到柱后低压系统过程中不会产生气泡。并且因为使用了背压调节器,防止了气泡的形成,防止了基线的噪音并且因此改善了色谱图的结果以及可重现性。

如何将适合的连接件安装在系统所需的位置?

当然,连接件是用于将各组成部分连接在一起的标准零件,使用管路作为各组成部分之间的流道桥梁。然而,一个



关于连接件最常问到的问题是, "有这些连接件都应在我系统中何处使用?" 换言之, 我怎么知道该在什么地方使 用他们?

一个常用的区分连接件的途径是根据它 们能承受的压力来进行分类。基于它们 在系统中的使用位置,使连接件选择范 围变小。

通常,连接件被分为"低压"连接件或"高压"连接件两种。相应地,"低压"通常是指在您的系统中,流道压力不大于1,000 psi(69 bar)的应用或区域。"高压"区允许流道压力超过6,000 psi(400 bar)!(我们在前面已经讨论过,高压连接件和低压连接件之间的大部分差别。)

在一个 HPLC 系统中,通常有三个压力区域,都有各自的连接件系列。第一个区域是在储存容器和泵的进口之间。这是一个典型的低压区,因为泵在这个区域将流动相从储存容器中抽取出来,通常会产生负压。这个区域所使用的连接件通常是低压、低成本连接件,通

常具有 1/4-28 平底形状,一般用于 1/8 英寸(3.2毫米)外径的管路。

系统的第二个区位于泵的出口,通过进 样阀并通过 HPLC 色谱柱部分。在这 个区域,流体流动被色谱柱中的固定相 阻碍,因此,泵承受着高背压……连接 件也如此。

在第二区域,连接件一般为高压连接件,通常使用 10-32 锥形,用于 1/16英寸(1.6毫米)外径管路。由于系统这个区域对连接件的性能要求比较高,相应的连接件的成本通常也比较高。

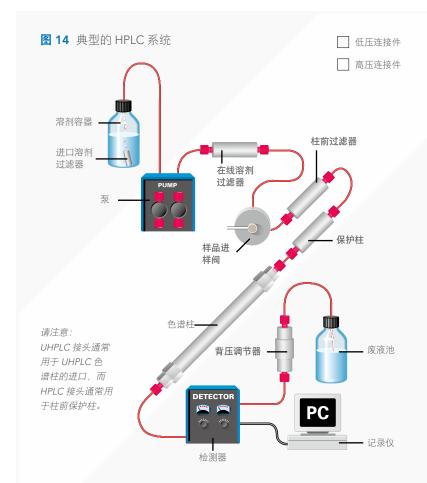


最后,在第三区域——从色谱柱出来的管路到检测器,再到废液池——系统压力通常接近环境压力,当使用附加组件(如背压调节器)时,压力会稍有提高。因为在第三区域的系统压力通常较低,连接件仍可以使用标准的1/4-28平底形状,用于1/16英寸外径的管路。

需要非常注意的是,尽管这是一个低压区,很多 OEM("原始设备制造商")

公司发现,绝大多数实验室在 1/16 英寸外径的管路中,使用 10-32 锥形,比其它任何类型的连接件都多。因此,很多在这个区域的设备上可用的接收端口可能要求使用"高压"连接件,尽管管内压力较低。

下页的图表展示了一个"带附件的"HPLC系统,来帮助您了解一个系统是如何组装在一起的——包括何种连接件安装在何处。



其它应用

除了流行了很多年的传统的 HPLC,还有其它色谱技术在全世界范围内开始流行起来。其中有两项最为著名——微通量色谱技术以及 UHPLC(超高压色谱)技术。

小细节抓出大效益

目前最流行的正在发展中的色谱技术之一是微升级甚至于纳升级的色谱技术。普通的 HPLC 使用的是 1/16"(1.6 mm)外径的管路,1mL/min 流量以及20µl 的样品。这种小通量的色谱通常具有不同的"标准":360 µm外径管路、流速在低微升每分钟或更小、进样量为纳升级。

一般从直觉来看,通量越小就特别需要注意连接的质量,尤其是很小的死体积

腔会对您的结果造成非常大的影响。确认您的管路得到很好的切割和准备(请见第42页中的讨论如何适当地准备管路)以及确保您在该应用上使用最好的连接件(请见第39页中讨论的如何避免当连接毛细管时可能造成的缺陷以及如何使用毛细管建立良好连接的信息),这样对您得到良好的色谱结果带来非常大的帮助。



建立毛细管连接

另一个需要考虑的重要主题是得到迅速 发展的毛细管连接。

随着分析技术和应用迫使流体容量越来越小,所使用的流体流道的尺寸也必须相应的缩小,来顺应这一趋势的发展。 关于毛细管应用的连接器的使用和选取,可以参考特殊的导则。

首先,我们将毛细管 定义为任何外径小于 1/16 英寸的管路(因 为 1/16 英寸是历史上 绝大多数 HPLC 系统 使用的管路尺寸)。



随着流量下降,通常管路的外径和内径也相应地减小。诸如 1/32 英寸外径和

360 微米外径的管路被越来越多的应用 在色谱方法和相关学科中,并且使用 这些管路尺寸要求特殊技巧,这对在 1/16 英寸外径的管路中通常是无关紧 要的。但当需要把小尺寸的管路接入在 通常为较大的 1/16 英寸外径管路设计 的接收端时,这个问题尤其明显。

通常地,分析师试图调整现有硬件(例如,泵,进样阀,甚至色谱柱)来配合 毛细管。然而,问题是大量存在的,因为接收端口的形状和尺寸也有不同。

图 15 毛细管应用中的潜在死体积





如我们之前提到的,通常,在市场上绝大多数的分析级设备的高压接收端口均具有一个内部形状支撑 1/16 英寸外径的管路。这就意味着,孔内含有一段可以让1/16英寸外径的管子伸入的内腔。只要使用相同直径的管路,由连接导致的潜在死体积可以保持到最小。然而,如果您使用的管路比接收端口的设计目标还要小,那就很容易在连接中产生死体积……这会对使用毛细管的应用非常不利(参见图15)。

许多方法被开发来将较小的毛细管连接 到本来为大外径管设计的接收端口。在 所有方法中,有两种方法最为流行。

第一种方案是使用看起来与那些应用在 大管路中的套箍相类似的改型套箍,在 它们上面钻更小的通孔来与毛细管相配 套。另外,绝大多数用于这种目的的套 箍也提供一个固定长度的前端,此前段 伸出套箍的锥形部分,以减少连接处的 死体积。诸如此类的套箍系统通常可以 良好地支撑管路,因而具有较长的使 用寿命。然而,它们也有些缺陷,需 要考虑。

图 16 改型套箍的例子





首先,定制的钻孔套箍是"不具有经济竞争力的"。(换句话说,它们也不便宜!)这些零件通常由昂贵的材料制造,并且通常是机加工的而不是注塑而成……这两者都提高了成本。

其次,更重要的是,它们固定的形状限制了它们的应用位置。因为绝大多数端口都具有各不相同的内部几何形状。使用具有固定形状的套箍可能会妨碍套箍有效地密封,或在接收端口处导致死体积腔,使得流动相和/或样品滞留。这些死体积腔可能会导致色谱结果变差,包括残留、峰分叉和谱带展宽问题。并且鉴于毛细管的应用中所使用的微量样品和流速,死体积腔对分析结果的质量有着举足轻重的影响。

幸运的是,第二个方案——使用特殊管路套管,可以将改型套箍的两个缺点都克服。

管路套管通常具有一个可控外径(通常为 1/16 英寸),这使得它们可以装配在标准螺纹端口中。并且,由于套管将穿过套箍直达接收端口的底部,套箍之后的管腔将会被完全填充,避免在连接

中产生死体积。

撑,帮助阻止在管路离 开连接件时受到损坏。 同样,因为管路套管由 挤压材料制成,套管可 以通过多种材料来制 造。另外,挤压过程通

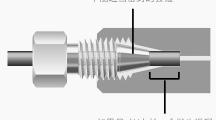


造。另外,挤压过程通 常可以提供比精密钻孔和机加工更同 心的连接,可以获得更精确的管路到通

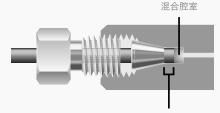
孔的定位,降低管内紊流和混合。



不能适当密封的套箍



如果尺寸X太长,会发生泄漏



如果尺寸X太短,则会产生死体积或混合腔室

其它应用

基于所有这些原因,使用管路套管来连接毛细管和接收端口更为可取一除非接收端口是为了和您正使用的管路尺寸相 匹配而特殊设计的。

但是如果没有足够的 空间来安装螺纹端 口,例如生物芯片, 出现这种情况,该怎 么办呢?很多采用此 类技术的人不得不将



他们的管路粘贴在确定位置,而不是通过使用连接件来建立连接。这样会产生一系列的问题,包括对管路微弱的支撑,以及正在分析中的样品和用于固定管路位置的粘贴剂(通常为环氧树脂)之间发生相互作用。

此问题的一个可用的解决方案涉及到直接将螺纹端口粘结在基件表面上。通过这样做并且将粘合剂与流动相或样品隔离,您可以使用一个传统的连接件而不是环氧树脂为您的管路建立一个可靠的连接。诸如 IDEX Health & Science 的NanoPorts™之类的产品即专门为此任务而开发。

熔融石英和聚合物材料毛细管的切割

除了使用适当的连接件连接管路之外, 在您使用毛细管时,为确保良好连接和 令人满意的色谱结果,还需要考虑一些 其它问题。

其中一个主要问题是您是否能够足够好 地切割管路。根据所使用的毛细管类型

和切割工具,效果会有明显的不同。

让我们以熔融石英毛细管作为第一个例子。用于切割这种管路最常用方法是使用陶瓷划线石。这种"工具"实际上就是一片锋利的陶瓷,它在熔融石英管的表面划一道。从划痕处管子可以轻松地



被分成开。

在您准备切割的管路上预先划线是个周

全的考虑,如果您想 在熔融石英管路上进 行良好的、重复性强 的、高品质切割,请 在管子上划整整一圈 划痕。尽管可用于进



行这种类型切割的工具相当昂贵,但所取得的效果通常还是远超出切割器的投资。并且,这些工具都非常简便易用。

有趣的是,预先在管路上划线的概念也应用到了聚合物材料毛细管中……但却是基于不同的原因。通常,使用聚合物材料毛细管时,其内径非常小约0.002英寸甚至更小!内径如此之小,保持管

路中的端口畅通就更为重要,并在端口中以流道为中心,避免在连接上施加过大的压力。这就是精确切割发挥作用的地方。

如果您只简单地用一把刀片将管路切开,刀片对塑料的压力将经常导致内径偏移中心或崩塌。

尽管这种方式切割对 聚合物材料管路不会 像对熔融石英管路那 样造成技术性损坏,



取决于内径的偏移程

度,它也会使管路失去原有的作用。为 避免该风险,最好也沿着其圆周来切割 聚合物毛细管。

而且,进行这种切割的工具还是存在的,虽然有些昂贵。但其所产生的收益 远远大于投资成本。

图 18 切割聚合物管路





正确切割的管路

不正确切割的管路

施加巨大的压力

另一个广受欢迎的色谱技术的发展是 UHPLC的引入。自2004年以来,很多 的制造商开始涉及适用于UHPLC应用 的设备和各类硬件、配件。

UHPLC最关键的特性之一是设备运行 在非常高的压力下。一般大部分的系 统是运行在15,000psi(1,034bar)或 接近于该压力下,而一些仪器甚至于 超过了这个范围。当然,由于系统压力如此之高,因此对系统的连接的要求也非常高一尤其在系统中最高压力的"高压"区。由于UHPLC涉及压力问题,如果连接件和管路的连接没有达到要求,UHPLC中就会有一些特定的问题出现。

1) 管路滑移

如果连接没有完成好,会使得流道中的管路移动。UHPLC流道中的一些部件都承受着巨大的压力。例如,连接件将进样环连接到进样阀。通常在这些高压区,如果连接没有完成好,管路的连接就会失效。当管路滑移时,问题不是像

立即发生泄漏一样那么快产生,这会是一种"慢效应",问题将逐渐发生。当管路慢慢滑移紧固的连接件时,泄漏不会立即发生,您会观察到您的色谱结果由于在流道中管路的末端处形成的死体积腔而越来越糟糕。



2) 套箍

UHPLC 的应用都涉及高压的问题,我们再次要提到通常使用的不锈钢连接件。然而,随着这些连接件的使用,引发了相关的问题。

其中一个问题是使用金属连接件时对管路内壁的大量压缩。无论连接所需的紧固力是多少,套箍对管壁和内径都很有可能产生非常大的压缩。这种内部的压缩对流路产生影响,导致对流动相的不利影响和增加混合效应。

第二个问题是由于金属套箍对金属接收端口过度地紧固。因为有力的作用,套箍有可能开始从内部接收端口剪切金属。这样导致了端口损坏,从而发生泄漏和难以修复。

另一个问题是由于过度紧固和不锈钢连接件使用不当,导致影响接收端口的质量。不仅会导致磨伤,而且会由于套箍产生的力而对接收端口产生变形。这样会在内表面产生"突起",会导致后面用的套箍没有正确密封。

3) 人身伤害

看上去很奇怪,但是还是有可能由于 不适当的连接导致伤害。尤其是,如 果管路连接突然失效,流体压力加上 UHPLC 的压力,突然释放的工作介质 会损坏皮肤和软组织。

由于这些有可能在 UHPLC 应用中产生的问题,因此您花费时间,精力以及资源去确保您能够在系统内建立良好的连接变得至关重要。使用正确的连接件和使用合适的方法来紧固将对于您在您的仪器内建立良好连接产生非常重要的作用。

但是我仍然有一些问题...

由于 UHPLC 作为一种商业应用的技术,仍然属于非常年轻的阶段,因此有许多常规的关于如何建立良好连接的问题。我们将选取部分最普遍的问题:

我喜欢在我的 HPLC 连接中使用手紧式连接件——我可以在 UHPLC 连接中仍然使用它们吗?

一般来讲,由于大部分 UHPLC 具有非常高的系统压力,标准的手紧式连接件通常不能使用。想要在 UHPLC 应用中建立良好的连接,通常需要传统的不锈钢连接件或者特殊定制的连接件,可工作在 UHPLC 的非常高的压力环境。

我是否可以在 UHPLC 应用中使用聚合物管路(例如,管路是用 PEEK 聚合物制造的)?

大部分尺寸 PEEK 管路(以及其它聚合物的管路)都有压力限制,都低于 UHPLC 常规工作压力。同样地,大部分常规的 UHPLC 的管路都是由不锈钢 制成。其它定制的管路也许可以工作,关键是需要与管路制造商确认并确保 其额定压力满足您的 UHPLC 系统压力。





我是否需要在我的 UHPLC 系统中使用特殊的连接件?

这个问题很难回答,因为大部分的 UHPLC 系统仅仅是在其高压区有所不同(请见第44页中,之前讨论的更多有关不同连接区的信息)。那意味着,您在转入高压区时有可能需要不同的连接件,而在低压区的连接可能与传统的HPLC 相似。

扭力限制技术



扭力是旋转或扭转力的度量,诸如旋转接头的螺母头所需的力。举例来说,扭力也可以是将一个接头密封在端口需要的力。施加的扭力大小将决定接头的性能。扭力太小,接头无法密封,而太大的扭力会给接头造成压力并损坏接头,两者都会导致泄漏。

因此,我们的许多接头都具有额定扭力,以达到最佳效果。

此外,我们最近推出的接头都已经采用了扭力限制技术。该技术是一种自动装置或功能,可保护机械部件免受由于机械过载引起的故障或损坏。

例如,MarvelXACT 接头系统上独特的扭力限制功能可确保将接头拧紧,达到正确的密封力,以实现可靠的 UHPLC 连接。 MarvelXACT 上的滚花接头轻松手拧即可,并在达到最佳扭力时可听到触觉咔嗒声。这样可确保每次都能实现完美的连接,而不会存在接头组件紧固不足或紧固过度的风险。





MarvelXACT 产品规格	
压力范围	日常使用压力 19,000 psi (~1,310 bar, 131 MPa)
安装方法	手拧紧固,直到"咔"一下反馈即安装到位
管路类型	外径 1/32" 可灵活弯曲的 316 不锈钢管路,两端是外径 1/16"的硬管
接头类型	10-32 螺纹,带 316 不锈钢螺纹的 PEEK 接头
过液材料	PEEK 内衬版本: PEEK 不锈钢版本: PEEK 和 316 不锈钢
最高使用温度	120°C

注意:以上的性能参数是基于适配在最佳条件下合理设计的接收端口,以及使用水进行测试获得。如果在不同的条件下,预期的最高压力也会不同。



一些额外的贴士

以下是一些额外的有用的信息,用于建立良好的连接。



我该如何适配管路?

科学家经常需要在长长的设备制造商名单以及各种不同的管路尺 寸和螺纹端口配置中,找到适配器来连接特殊管路。

它们可以用吗?

具有讽刺意味的是,尽管很多人可以使用一个适配器来建立连接,但适配器却常常是不必要的。为了更好地了解这个问题,让我们来区分一下适配器和它们对应部分——两通连接器。

基本上,适配器使两种不同类型的螺纹/端口配置之间相互"匹配",而两通接头在两侧则具有相同的螺纹/端口配置。

为了说明这点,图20展示了各种各样的连接器,并将它们分类为适配器或两通连接器。



在继续讨论之前,我们首先必须建立一个一般的"经验法则": 尽管性能相同,两通连接器通常比适配器价格更低。因此,是否 在尽可能的情况下应充分使用两通接头?



图 20 适配器 vs. 两通连接器

适配器



两通连接器



需要考虑的实际问题是: 如何知道何时您可以使用两通连接器?

首先,检查连接并确定它是一个低压连 接还是一个高压连接。有时可能没那么 明显,但是您至少可以做出一些假设。

例如,如果您想将一条 1/16 英寸(1.6 毫米)外径的 PEEK 管路,连接到一条 1/8 英寸(3.2 毫米)外径的 FEP或 PFA 管路上,那么就可以确定地说,您在建立一个低压连接。事实上,PEEK 管路需要承受什么样的压力并不重要——连接仅受到这类较软的管路能够承受的压力值的限制。

一旦您了解了您所需要的连接的压力分类,从您的连接件供应商那里查找这种类别中有哪些连接件可用。(例如,对于低压连接,许多两侧均具有 1/4-28 内平底形状的两通连接器都可用。您也将会发现其它与 M6 和 5/16-24 内螺纹匹配的可用选项。)

用这些信息进行武装之后,现在您所需要去做的是,寻找与您的管路尺寸匹配的连接件来与可用两通连接器的另一侧进行匹配。如果存在这样的连接件,您

就可以使用一个两通连接器来连接它们一即使您的管路外径不同也没关系!

让我们继续讨论前面的例子:在 1/16 英寸(1.6毫米)外径和 1/8 英寸(3.2 毫米)外径的管路之间的一个低压连 接。

绝大多数人面对这种连接会去寻找一个适配器。当然,很多供应商制造符合该种用途的适配器。然而,绝大多数制造商和供应商将 1/4-28 平底连接件既用于 1/16 英寸外径管路,同时也用于1/8 英寸外径管路。

这就意味着,可以将一个价格低廉的两 通连接器用于不同尺寸的管路,而且不 需要以牺牲性能为代价。



当然,还是有大量 只能使用适配器的 情况。然而,查找可 匹配的产品来确定是 否可以使用一个两通 连接器来满足您的需

要,这通常都是值得去做的。



什么是管路内径的大问题?

您有可能面对的另外一个主要问题是为您的应用选取正确的内径。由于有些应用包括毛细管在内通常都是低流量和样品量极少的情况,迫使内径降到可能的最小尺寸。尽管这些小通道一样允许液体从点A尽可能快的流动到点B,通常忘记考虑管路通道中的背压。如果系统使用聚合物材料连接件的地方压力变得太高,管路有可能会从连接件的摩擦支

撑中跳离,导致泄露和其它不利的后果 (例如系统停机,样品丢失)。尽管造 成系统压力的因素有很多,管路的内径 对系统压力的影响最大。

请参考附录中第60页的"关于压力" 部分,那里有一个可以帮助您计算液体 通道中预期背压的有用的公式。

空隙容积, 死体积和体积排量……有趣的概念

通常在建立连接时,人们希望得到更多关于连接处"死体积"容量的信息。然而,绝大多数想知道的人,实际上只是想知道连接内存在多少内部空间,而不是内部空间中有多少是"死体积"。

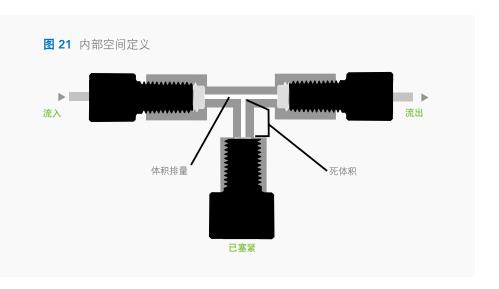
但是,这些术语又表示什么呢?

这三个术语专门描述一个产品的内部空间: 死体积, 体积排量和空隙容积。

死体积是流道之外的那部分空隙容积。 (请参见第54页的图21) 体积排量是连接中直接位于流道中的那部分空隙容积。(同样参见图21)

空隙容积只是另外一种描述总内部空间 的方法。它的定义是连接内任何液体可 以流过的空间。

一些额外的贴士



在数学意义上讲,死体积和体积排量之和,就等于全部空隙容积。

空隙容积=死体积+体积排量

死体积一特别是在毛细管连接中一会导致一些很不利的色谱效果,包括:







如果您的应用不是与色谱相关的,死体积也仍然会产生问题,包括:

为可取:

空隙容积=体积排量(并且应该很小)

样品之间的交叉污染

分配不准确

产生沉降区

换句话说,无论您采用何种分析技术, 死体积都将会产生不利的影响。

因此,除了将内部体积降至最小,所有的死体积也都应该被排除至连接外。因此,在毛细管连接中,下面的关系式更

帮助提示:为了保持绝大多数的空隙容积都是体积排量,请尽可能的将管路内径与您设备端口的直径相匹配。这有助于保证液体一旦离开管路后,能完全通过整个内通道。直径匹配也有助于降低液体流经连接时所产生的紊流量。

结尾

尽管仅仅通过本小册子您不可能掌握所有需要的连接件知识,我希望至少这本手册 对您是有所帮助的……并且希望在今后您也能不断地参考它。

如果您有任何其它问题或您对本手册以后的版本有什么建议,请与 IDEX Health & Science 的客户服务人员联系。本版中的很多改进均来源于像您一样对本手册给予关心的读者的建议!

附录

虽然它并不是连接件……

这本册子重点介绍了连接件和如何建立良好的连接,但还有些有用的附件,是应用在色谱及其相关的应用上。其中最常用的两个附件是过滤器和背压调节器(BPR)。

过滤器,过滤所有的地方!

"为什么我确实需要一个过滤器呢?"您可能会问……而且不只是您会问这样的问题。很多人认为他们的流体通道是清洁



们的流体通道是清洁 的,可是通常并非如此,在某些地方使 用过滤器还是很重要的。

各种各样的颗粒都可能悬浮在液体流中。(您看不到并不能说明它们不存在!)像灰尘、样品产生的固体和密封磨损颗粒之类的东西,都使得过滤器的作用变得尤为重要。

为了帮助您了解在您的系统中哪些位置可以考虑使用过滤器,让我们来看一下在HPLC系统中通常哪些位置使用过滤器:

溶剂进口过滤器:污染物有可能进入流道的最开始的位置之一是溶剂储存池。 无论是溶液中生物物质的繁殖或者外部灰尘颗粒聚集在储液瓶中,都有很多方式会有大的颗粒进入溶剂存储池。将溶剂进口过滤器放置在进口管路的末端,将会帮助确保液体流保持没有颗粒污染以及帮助保护流体流进的设备。

另一个适用于使用溶剂进口过滤器的位置是在氦吹扫传输管路的末端。(吹扫是一种从流动相中除去溶解性气体的技术。)当进口端过滤器用于吹扫时,它完成两件事情:它帮助更有效地分流氦气,同时也阻止气体源中的颗粒和堵塞物进入流动相。

在线过滤器: 颗粒通常是从泵和阀门

*更多有关"吹扫"过程的详细描述,请参见"Mobile Phase Degassing — Why, When, and How",作者: John W. Dolan 博士,《LC-GC Volume 17 Number 10》,1999年10月.



装置的密封磨损中产生,如果这些颗粒不去除的话,将会导致堵塞以及设备故障。在线过滤器是一种有效的"保障",避免这些问题的产生。如同该过滤器的名字所示,在线过滤器内置在流体通道内,用以捕获任何的在溶剂里游弋的颗粒物质,并且因此避免了堵塞和设备的损坏。

除了密封磨损,在 HPLC 中,流道的污染物也可能从样品中析出。为了帮助保护不受样品中潜在的颗粒物质影响,通常使用一种特殊形式的在线过滤器,叫做"柱前过滤器"。柱前过滤器直接放置在色谱柱的前面,在有效地过滤保护的同时,尽可能减少在色谱应用中常常会遇到的谱带增宽的可能性。

另一种样品污染的产生是化学污染物, 这种污染物需要使用一种特殊的化学过 滤器叫做保护柱来除去。(更多详情请 参见第35页的有关保护柱的内容。)

幸运的是, 在线过滤器和柱前过滤器通

常都使用可替换滤芯一滤头。具有多孔性以及不同的材料可选,因此有很多种选项可为您的应用量身定制过滤器。

当选择合适的保护柱或者在线过滤器的时候,有一个重要因素需要考虑一尤其是如果您正在使用微升级或纳升级的应用一那就是过滤器的容积对结果的影响。滤头是设计成多孔的;因此它们常常是可以容纳很多的体积一从18%至30%,依赖于滤头的多孔性。由于滤头既增加紊流又增加了样品和流动相的接触时间,选择正确的滤头以及正确的过滤器装置,是获得良好波峰形状以及波峰分辨率的关键。

过滤器的使用寿命有多长?

这是关于过滤器使用的一个被频繁问到 的问题。

不幸的是,并不存在标准的过滤器使用 寿命。使用清洁的样品和流动相使您能 连续几个月使用而无需更换过滤器,否 则有时它们却只能坚持几天。这完全取 决于您的液体的纯净程度以及您系统的 密封状态。



一个不错的实验室实 践技巧是在您系统的 预防性维护期内对过 滤器和滤头进行更 换,该维护周期通常 是每六个月到一年。

除按常规计划更换之外,您可能还需要 多次更换您的过滤器和滤头。但是您如 何知道何时该更换它们呢?这里有一些 提示,或许可以提供一些帮助:

》如果您注意到您的色谱峰比平时出现的晚,这可能意味着您的泵没有分配正确的容量。 若泵上的所有部件都显示功能正常,并且如果没有泄漏的迹象,那么可能是溶剂进口过滤器堵塞了,阻碍了溶剂向泵的流动。

为了快速地做出测试,暂时性地将溶剂进口过滤器从进口管路上卸下,然后重新处理几个标准样品。如果峰回到了正常的位置,那么说明在安放了过滤器时,泵没有获得足够的液体。更换一个新的过滤器,然后重新开始您的分析。不要在没有进口过滤器的情况下进行长时间的操作,因为可能会损坏您的系统。(请记住这句话:"如果不确定,就不要使用。"溶剂过滤器通常并不昂贵,安全使用比不规范操作后发生问题要好得多。)

》如果您注意到系统压力上升,这是一个清晰的暗示,说明或者您的在线过滤器需要更换,或者是您的柱前过滤器需要更换了。 在您的在线过滤器和柱前过滤器工作时,内部的滤头会收集从液体流道来的颗粒。收集的颗粒越来越多,供液体流过的空间就会越来越少。最终,泵必须"用力地压"才能达到同样的液体流量,导致系统压力升高。

为了最精确地确定是否需要更换在线过滤器,从您系统的末端开始朝泵的方向移动,一个一个地断开液体通道连接件,监测系统压力。如果看到系统压力突然下降,检查从流道上最后卸下的连接件的流动阻碍。如果这恰好是在过滤器前发生的,则更换过滤器外壳内的滤头。(进行测试时要注意不要将化学物质溅出。)



请调整我!

说到系统压力,通常需要进行在线压力调整。那里就是需要背压调节器(BPR)的地方。

BPR 为一个用来产生静态管内压力的装置,与液体粘性和流量相对无关。

为何要使用 BPR?

HPLC 系统中有两个主要应用需要使用BPR。

第一个应用是帮助防止色谱基线噪音的出现。(噪音是作用在基线上的不稳定波动部分。)液体流过您的系统时,系统在一



个短的时间内经受一个不良的压力波动。如果气体溶解在溶液中,在流动相减压时会在液体通道中产生气泡。这些气泡漂浮到流通池时可能会导致检测器信号的波动。

这个"噪音"使得色谱中对小峰的分析变得十分困难。

如果您遇到的噪音是来自流通池的气泡,那么有两种解决方案:将流动相中

的气体去除,或阻止气泡的形成。使用 BPR 不能去除气体,但是它们可以阻 止气泡的形成。

使用 BPR 来达到这一目的,只需将其放置在检测器的流通池和废液池之间。当液体离开色谱柱时,BPR将帮助确保流动相在



流过检测器时保持受压,从而阻止气泡的形成。

为您的系统选用正确的 BPR 时,注意 考虑您的检测器流通池的压力范围限 制。

BPR 也可以帮助您泵的单向阀更有效的运行。很多标准单向阀是靠重力自动进样的,并且依赖系统背压才能正常工作。如果您的应用不能形成足够的背压,则您泵的单向阀可能无法正常工作。然而,紧跟在泵后的 BPR(但是在进样阀之前)通常可以使泵的单向阀更快更有效的运行。(注意:对于绝大多数的 HPLC 应用来说,在这个位置上不需要 BPR,因为在绝大多数的HPLC 系统中使用的色谱柱将产生足够的背压来确保单向阀的有效运行。)

讨论一下压力……

有时有必要预测一下您的管路中会产生多大的压力。这里有一个非常精确的公式(以 psi 为单位):

$$\triangle P = \left(9.86 \times 10^{-8} \right) \left(\frac{F L V}{d^4} \right)$$

此处: $\Delta P = 压力降 (psi)$ V = 粘度 (cp)

F = 流量 (毫升/分钟) d = 管路内径 (厘米)

L = 管路长度(厘米)

换算系数

这里有些其它有用的公式:

英寸到毫米:	英寸数 x 25.4 毫米/英寸
英寸到厘米:	英寸数 x 2.54 厘米/英寸
英寸到微米:	英寸数 x 25.4 毫米/英寸 x 1000 微米/毫米
摄氏到华氏	(摄氏 x 9/5) + 32
华氏到摄氏	(华氏 - 32) × 5/9
psi 到 bar	psi x 0.06894757
psi 到大气压	psi x 0.06804596
psi 到 MPa	psi x 0.00689476
psi 到 torr	psi x 51.7150733



聚合物材料介绍

聚合物材料连接件,管路和附件在很多分析应用中都证明其性能要比不锈钢的优良。我们汇总了下面许多在分析应用中常用的聚合物材料的性能。

请注意: 更多以下聚合物材料的特性请参见 www.idex-hs.com/materials.

Delrin®(acetal,乙缩醛二乙醇)。Delrin 对绝大多数有机溶剂和中性 pH 值的水溶剂具有很强的耐化学性。但是,它不宜于与酸、碱基或氧化剂共同使用。这种聚合物材料的高抗拉强度可以产生精良的,超耐磨的螺纹。

最大工作温度 (°C): 连接件 60 管路 无

FEP(fluorinated ethylene-propylene,氟化乙烯基丙烯)和 PFA(perfluoroalkoxyalkane,全氟化烷烃)。这两种聚合物都是属于 PTFE 家族,同样地对 HPLC 中所有使用到的化学物质具有惰性。然而,由于其相对较软以及低持久性,这些聚合物材料一般使用在低压应用中。选择 PFA 用于高纯度的应用,而选择 FEP 可用于所有的情况。FEP 和 PFA 都具有良好的螺纹强度。

最大工作温度 (°C): FEP连接件 无 PFA连接件 80 FEP管路 50 PFA管路 80

Halar® ECTFE (ethylene-

chlorotrifluoroethylene,乙烯基-聚三氟乙烯)。Halar 是氟聚合物材料家族的另一个成员。它提供很强的耐化学性和优于其它氟聚合物材料的机械强度。Halar 在其抗辐射能力方面也优于 PTFE 和其它氟聚合物材料,使其成为医学应用中极具吸引力的选择方案之一。它的超光滑表面提高了光学透明度,同时也有助于阻止微粒子脱落进入液体流。

最大工作温度 (°C): 连接件 无 管路 50 PCTFE (polychloro-trifluoroethylene,多氯三氟乙烯)。PCTFE 具有极佳的耐化学性。通常来说,只有 THF 和少数几种卤化溶剂会与其发生反应。这种具有回弹力的氟聚合物非常适用于连接件和密封表面,并且具有良好的螺纹强度。

最大工作温度 (°C): 连接件 80 管路 无

PEEK(polyetheretherketone,聚醚醚酮)。PEEK 是聚合物材料中聚醚醚酮的非常具有代表性的一种材料。它对所有常用的溶剂均具有出色的耐化学性。然而,对于下列溶剂通常不推荐使用 PEEK:硝酸、硫酸、卤化酸,例如氢氟酸,氢溴酸,氢碘酸(盐酸经证明可在绝大多数应用中使用)和纯卤化气。另外,由于膨胀效果,在 PEEK 管路中使用下面溶剂时需严加注意:任何浓度的二氯甲烷,THF和 DMSO 以及较高浓度的乙腈。具有卓越的螺纹强度。

最大工作温度 (°C): 连接件 125 管路 100

Polypropylene (聚丙烯)。聚丙烯是一种相对软性的聚合材料,通常用在低压应用中,并且尤其普遍用于 IVD 和相关的仪器。聚丙烯很适合用于水性溶液。但是它不能和氯化物、芳香族化合物以及某些有机溶剂一起使用。螺纹强度一般。

最大工作温度 (°C): 连接件 40 管路 40

PPS (polyphenylene sulfide,聚苯硫)。 PPS 是一种具有回弹力的聚合物材料,以其高抗拉强度和出色的耐化学性而闻名。PPS 在室温下可以安全地和绝大多数的有机溶剂及中性到高 pH 值的水性溶剂一起使用。但不推荐它和含氯溶剂,无机酸,或任何高温溶剂一同使用。

最大工作温度 (℃): 连接件 50 管路 无

Radel®(polyphenylsulphone,聚苯砜)。 Radel 是一种无定型的热聚合物,机械性能上较强且具有良好的耐化学性。这种聚合物材料抵抗反复的高压灭菌循环,却不会产生热力故障。这个特性及其光学透度一起使 Radel 管路成为医学应用和必须使用可视化监控的应用的首选。Radel 也是一种良好的过流材料,应用这种聚合物材料制造的管路内壁可以实现空气泡积聚的最小化。

ETFE(ethylene-tetrafluoroethylene,乙烯-四氟乙烯共聚物)。作为氟聚合物的一种,ETFE 具有出色的抗溶剂性能。它的物理特性使它成为密封应用的理想之选。尽管绝大多数常用的溶剂并不与ETFE 发生相互作用,在使用一些含氯化学物质时还是要加以注意。ETFE 具有良好的螺纹强度。

最大工作温度 (°C): 连接件 80 管路 80 UHMWPE (ultra-high molecular weight polyethylene,超高分子量聚乙烯)。UHMPE 是一种众所周知的坚固耐用的聚合物材料。这种聚合物材料的物理特性使其可理想地用于日常的水性环境中。在有机物含量高的应用中使用本聚合物材料时,应当加以注意。具有良好的螺纹强度。

最大工作温度 (℃): 连接件 50 管路 无

Ultem® PEI (polyetherimide, 聚醚酰亚胺)。一种具有高抗热性、高强度和广泛的耐化学性的无定形热塑性塑料。用 Ultem 制成的管路具有高透性。这种聚合材料可抵抗各种各样的杀菌方法,诸如反复高压蒸汽灭菌,伽玛射线,乙烯氧化气体和干热处理。Ultem 通过了 ISO10992 标准,FDA和 USP VI 级认证。

最大工作温度 (°C): 连接件 无 管路 125

Vespel®(polyimide,聚酰亚胺)。Vespel 热塑性塑料提供耐高温性,高机械强度以及 在大多数普通的色谱应用中具有广泛的耐化 学性。然而,对高 pH 值的化学环境特别敏 感。Vespel 可以使用伽玛射线进行高温灭菌和 蒸汽消毒。Vespel 提供光滑的内表面,具有理 想的耐化学表面。

最大工作温度 (°C): 连接件 200 管路 无



更多聚合物材料的信息,可参见下页中的表格,或者在iTunes中下载我们免费的应用程序方便地获得信息。

www.idex-hs.com/chemical-compatibility



化学兼容性图表

	DELRIN®	DELRIN® HALAR® PCTFE	PCTFE	PEEK	PERFLUOROELASTOMER POLYPROPYLENE	POLYPROPYLENE	PPS1	RADEL® R	FEP / PFA 2	TEFZEL®	TEFZEL® UHMWPE	ULTEM®
化学物质												
芳香族化合物	~	Ē	~	~	~	ZR	~	Σ	œ	~	NR	~
氯化物	Σ	œ	Σ	Σ	Σ	NR	Σ	Σ	ĸ	~	Σ	Σ
	œ	Ē	~	~	2	Σ	~	Σ	œ	~	Σ	Σ
種	~	Ē	~	~	R	~	~	Σ	œ	ĸ	ĸ	Σ
乙醚	œ	Σ	Σ	Σ	2	NR	~	Σ	œ	ĸ	Σ	Σ
胺	Σ	Σ	~	~	R	~	~	Σ	œ	Σ	Σ	N/A
脂肪族溶液	œ	œ	~	~	2	Σ	~	ĸ	œ	ĸ	Σ	Σ
有机酸	N N	œ	~	Σ	8	Σ	~	ĸ	œ	ĸ	Σ	Σ
无机酸	N N	œ	~	Σ	2	Σ	Σ	Σ	œ	Σ	Σ	Σ
碱基	N N	œ	~	~	8	~	~	ĸ	œ	ĸ	ĸ	Σ
磺化化合物	œ	œ	~	Σ	œ	Σ	~	Σ	œ	œ	Σ	Σ
螺纹强度*	卓越	N/A	良好	卓解	N/A	良好	草旗	N/A	良好	良好	良好	N/A
最高推荐工作温度(°C)									FEP PFA	_		
连接件	09	N/A	80	125**	200***	40	20	N/A	N/A 80	80	20	N/A
鲁路	N/A	20	N/A	100**		A/N	N/A	100***	50 80	88	N/A	125
· 子班马田里排去老师之前于卅 ,	甘思和早 上思作	然一口 田本 非形 分离 省口 然 同 曲 见 何 里	W-6644 FT TERM									

表中耐化学性的前提是假定在室溫下。提高溫度可能导致耐化学性的明显下降。

尽管FEP和PFA的化学兼容性非常一致,但请注意温度限制的差异。

这一类中的一些溶剂可满足,另外一些不满足。另外,适用浓度上跟可能会因不同的产品类型和化学物质而有所变化。

这一类的化学物质通常不推荐使用波聚合材料用。 ≥ % %

信息不足

剪切强度

Rade)是一种无定形的聚合材料,其最高温度限制是应用上的优势,并且具有化学独立性,有些情况下温度可以高于100°C。 在某些情况下,PEEK连接件可以应用在更高的温度。请联系IDEX Health & Science获取该信息。 *

在某些环境下,氰化甲烧经报告具有膨胀性并且有时会使PEEK管路爆裂。在此类管路中在最大压力或接近最大压力的情况下使用高浓度的氰化甲烷时,一定要谨慎。 含氮材料可以应用在甚至很高的温度下,然而,其成功的应用是使用在通常具有性能限制的管路和元件上。 * *

如果您的连接件发生泄漏

- 1. 检查并确定您的管路已安装到位。 使用通用的手紧式连接件时,管路必须 在螺母和套箍拧紧之前降至接收端口的
- 2. 配件可能没有拧紧。不锈钢螺母和套箍需要用扳手来拧紧它们,即使在重复使用之后也是一样。手紧式的连接件一样需要好的扭力。然而,使用工具不当会导致过度拧紧并损坏连接件。同样,当使用工具来处理手紧式连接件时,需要谨慎。
- 3. 您可能使用了不匹配的连接件。请确认您正在使用相互匹配的螺母和套箍,并且与系统其它组件也相互匹配。为避免此类问题出现并确保匹配性,请使用IDEX Health & Science 的通用手紧式连接件。因为套箍不是永久地型锻接在您的管路上,用手紧式连接件可以在绝

大多数的系统中多次重复使用。

- 4. 检查密封区的情况。在重复使用之后,连接件的"密封区"(位于连接件或套箍的顶部)将会逐渐变形,无法达到它们最初设计的密封效果。永远准备一套所有您正在使用的螺母和套箍的替换备件,这样您可以迅速更换它们,进而避免不必要的停机时间。
- 5. 检查接收端口是否破损。有时一个连接的泄漏根本与螺母和套箍毫无关系,而是接收端口的问题。那些装有不锈钢连接件型锻在内的端口特别容易破损。检查接收端口是否有可见的毛边和刮痕,并在必要的时候进行更换。
- 6. 评估化学兼容性。使用与您的流动相不相容的材料制成的连接件肯定会造成泄漏。请访问 IDEX Health & Science的网站,www.idex-hs.com,查阅更多有关化学兼容性的信息。

系统泄漏的信号

在您发现流动相的第一滴泄漏之前,您的系统可能已经提醒您有问题存在了。最常见的系统泄漏信号如下:

- 1. 没有流量或压力
- 2. 泵压升高, 却没有流量
- 3. 基线有噪音
- 4. 基线漂移

尽管所有这些症状也可能是在显示与连接件 泄漏完全无关的问题,从这里开始发现问题 却是最容易的。连接件泄漏通常易于修复, 同时它们也是系统容易发生问题的部件中最 便宜的。



词汇表

话配器

一个在两端具有不同螺纹或不同几何形状的两通 连接器:通常用来将两个不同类型的管路连接在 一起。

背压调节器 (BPR)

通常在检测器后面使用的一个装置,用来保持流通池为正压,由此保证检测器中的溶剂气体析出达到最小。

生物兼容性

根据一些材料的特殊性质,使得它们可以与一些生物物质接触,却不改变它们的生物活性。

毛细管

通常是指那些外径小于1/16英寸的管路;经常用于连接分析系统,如LC-MS。

单向阀

一种内置于移动液体流的装置,限制液体流仅能 在一个方向上流动。

色谱图

用来表示检测器产生的信号强度的图表,常常用 于样品组成部分的数值分析。

色谱柱

特殊的管路,填充了被称为固定相的具有化学活性的小颗粒,在这里发生样品分离。

十字头

一种x形的接头,用于同时连接四条管路。

死体积

连接中非流道组成部分的那部分容积,与体积排量意义相反。

检测器

主要的分析系统组件,流动相携带样品成分从管柱流出时,检测器用于对它们进行"观察"。

末端连接件

目前市场上与绝大多数标准色谱柱一起使用,它

是位于色谱柱末端的连接件,使常用管路与色谱柱管路相接。另外,末端连接件通常在色谱柱管路两端将滤头固定在确定位置,因此将填充物质控制在色谱柱管路内部。

外部压缩

在主流的分析仪器中,大多数连接系统使用此种 连接方式。它几乎是使用刚性和半刚性管路时的 通用连接方式。

套箍

一个锥形的圆锥环,用于在管路和接收端口之间 建立密封。套箍几乎无一例外的需要和螺母一同 使用。

手紧式

由 IDEX Health & Science 发明的一种特殊的连接件,可以不用扳手就能拧紧以适应 HPLC 的标准工作压力。

过滤器

系统附件,通过阻止固体颗粒通过流道以及对敏 感组件的潜在地破坏来维护整个系统性能。

连接件

被看作是一种连接器,在分析系统中,将管路和各种各样的组件连接在一起。

法兰连接件

一种用于低压或中压应用的连接件。连接件需要 法兰翻边,或将管路末端扩展。通常用1/4-28或 M6螺纹平底连接件。

无法兰连接件

一种用来替代法兰连接件的特殊连接件,通过使 用螺母和独一无二的套箍,可以在管路上通常需 要有法兰连接件的区域形成密封。

保护柱

系统附件,用于保护主分析色谱柱不被那些永久 性地粘结在固定相内部的样品成分破坏。

词汇表

HPLC

是一种叫做 High Performance Liquid Chromatog raphy(高效液相色谱)的分析技术的 首字母缩写,被应用在全球很多实验室中。

进样阀

一种特殊的阀门,将可控数量的样品引入流动相 进行分析,几乎不给系统造成干扰。

流动相

经泵压通过分析系统,用于分析样品的化学溶液。

噪音

在色谱图的基线上不稳定的波动。

螺母

用干描述连接件系统带螺纹部件的通用术语。

OEM

是 Original Equipment Manufacturer(原始设备制造商)的首字母缩写。

泵

分析系统的主要部件,将流动相引出储存池并推 入系统的其他部分。

接收端口

用来将连接件系统附装在管路上的螺纹孔。低压端口通常具有一个平底几何形状, 高压端口通常具有锥形几何形状。

记录仪

主要的分析系统装置,将检测器产生的信号转换成一个时间信号图,通常是一台计算机。

储存池 (或溶剂容器)

通常是用来装流动相的玻璃或塑料瓶。

不锈钢

任何种类的防腐蚀钢合金。种类繁多以316不锈

钢为主,用于制造高压、耐化学性的HPLC连接 件和管路。

固定相

填充在被称作色谱柱的特殊管路中的具有化学活性的小颗粒,通常具有与流动相提供的化学环境相反的化学环境。

型锻

将套箍(通常为不锈钢材质)永久性附装在管路 上的过程。

体积排量

连接中流道组成部分的那部分容积.与"死体积" 意义相反。

三通接头

一种T形的接头,用于同时连接三条管路。

幗距

标准化数值,用于描述连接件上螺线之间的距离。英制螺纹的螺距是指每英寸的螺线数,而公制螺纹用螺线之间距离来描述,以毫米为单位。

管路套管

一个长度较短的管路用来沿毛细管滑动,使毛细 管成功地与为较大管路设计的端口连接。

UHPLC

是Ultra High Performance Liquid Chromatography(超高压液相色谱)的首字 母的缩写,一般指的的是管内压力大约或超过 15,000psi(1,034 bar)的色谱分离技术。

空隙容积(或内部容积)

连接中死体积和体积排量的和。

废液池

标准分析系统的最后一个部件, 在经过分析之后 安全地收集流动相和样品成分。



备注:		



备注:	