

安捷伦 G7693 进样塔的三明治进样测试

黄河

(四川省化工质量安全检测研究院, 四川 成都 610031)

摘要: 利用 3 层进样 (也称三明治进样) 的方式对安捷伦 G4513A 实施自动加内标操作。

关键词: 安捷伦;自动进样;三明治进样

1 背景介绍

安捷伦 G4513A 进样塔有多层进样, 其中 3 层进样 (也称三明治进样) 可以实现自动加内标功能。看到有这功能后, 就想偷懒了, 准备试试它自动加内标;

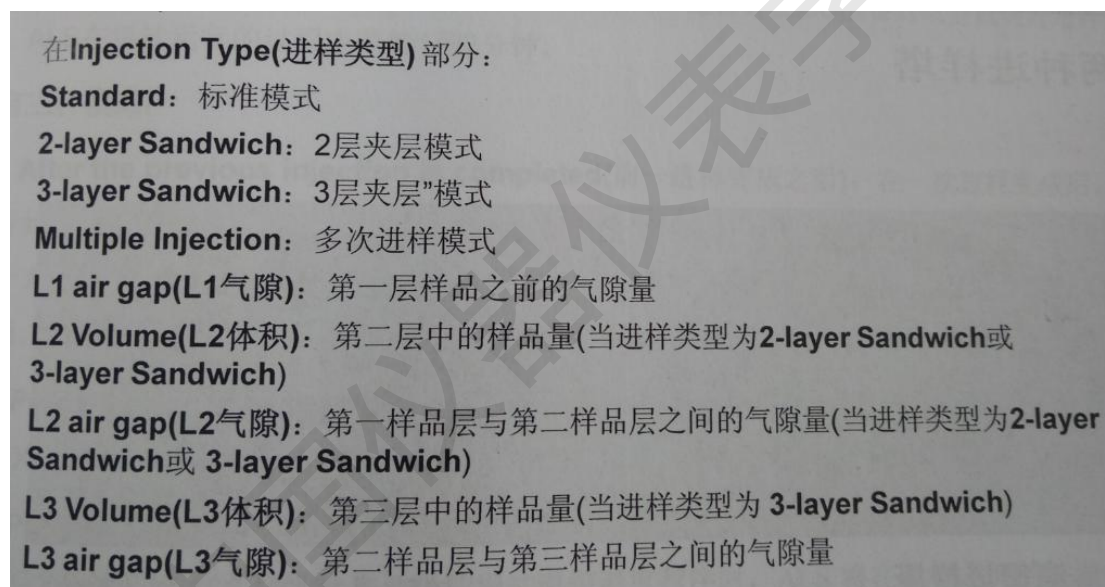


图 1 进样类型解释

2 实验过程

2.1 实验前准备

在正式做样之前, 还是要验证一下, 万一此功能不理想呢。所以配制了两份样品, 一份是让进样塔自己加内标, 一份是手动混合好内标;

2.2 试剂和标品

丙酮: 分析纯;

对二甲苯标品, 含量 99.7%;

内标物: 正十一烷, 含量 99.8%;

2.3 仪器设备

气相色谱仪：7890A+FID 检测器；

色谱柱：HP-5 30m*0.25mm*0.25um；

进样塔：G4513A；

进样针：10uL 金标锥形

2.4 标准溶液和内标溶液的配制

分别称取对二甲苯标品 0.0512g，内标物 0.0503g 至两个 10mL 容量瓶中，丙酮稀释定容。三明治进样法：直接移取对二甲苯和内标溶液至两个进样瓶中，其中对二甲苯放置到进样盘中，内标放置到传输进样塔的 L2 位，L3 位放置丙酮；

传统进样法：分别用 2mL 大肚移液管移取 2mL 对二甲苯和内标溶液到 10mL 容量瓶中，摇匀后，移取到进样瓶中，放置到进样盘中；

2.5 实验条件

进样口：250°C，载气流速 1.5mL/min，分流比 50:1；

柱温箱：45°C5min，30°C/min 升温到 165°C1min；

检测器：250°C；

氢气：30mL/min；

空气：300mL/min；

尾吹：40mL/min；

进样次数：10 次；

| | 速率 °C/min | 值 °C | 保持时间 min | 运行时间 min |
|--------|--------------|---------|-------------|-------------|
| (初始值) | | 45 | 5 | 5 |
| ▶ 梯度 1 | 30 | 165 | 1 | 10 |
| * | | | | |

图 2 柱箱条件

2.6 三明治和常规进样塔设置如下



图3 常规进样

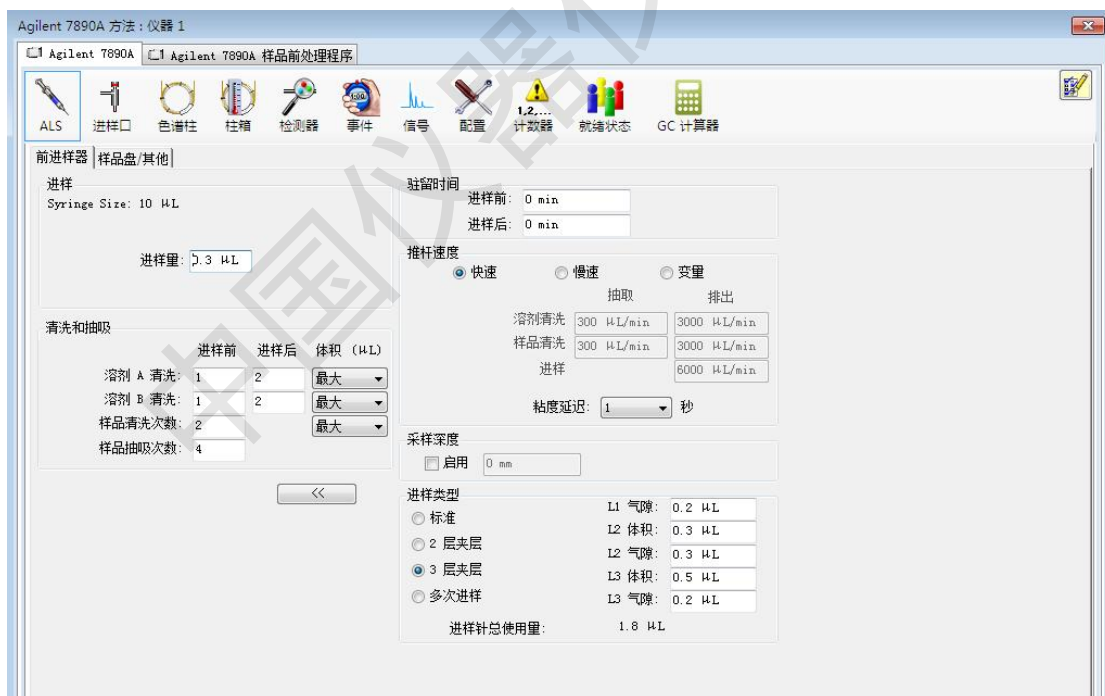


图4 三明治进样

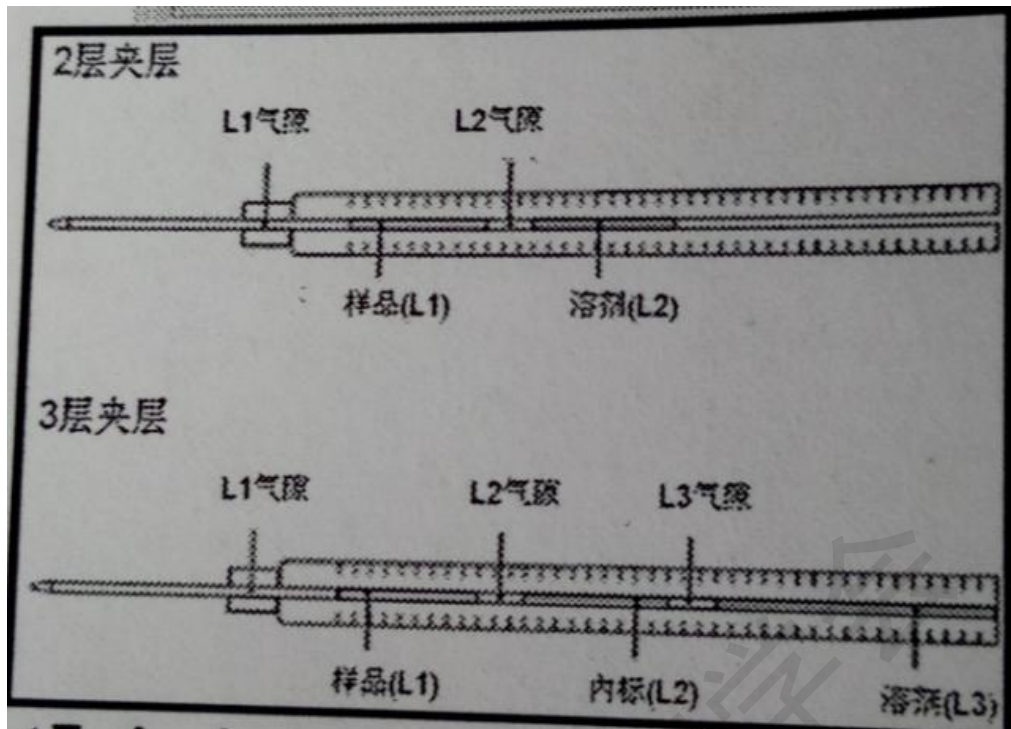


图5 进样针图释



图6 三明治进样法进样针取样情况

为防止衬管吃撑，计算下丙酮的气化体积，计算表明衬管只是吃的半饱，没问题；



图 7 计算蒸汽体积

3 汇总统计

先看看三明治进样的结果，因为是内标法，所以主要关注样品与内标的面积比

化合物: 对二甲苯 信号: FID1 A, 前部信号

| 行号 | 数据文件名 | 进样次数 | 类型 | 保留时间 [分钟] | 含量 | 峰面积 | 峰面积比值 | 峰高 |
|----|----------------|------|----|-----------|---------|----------|--------|------------|
| 2 | 对二甲苯三明治进样_01.D | 1 | BV | 6.38 | 1.052 | 2092.817 | 0.9848 | 1281.868 |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_02.D | 2 | BV | 6.37 | 1.276 | 2539.747 | 1.0506 | 1490.672 |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_03.D | 3 | BV | 6.37 | 1.048 | 2086.287 | 1.0160 | 1239.541 |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_04.D | 4 | BV | 6.37 | 1.124 | 2236.299 | 1.0323 | 1347.747 |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_05.D | 5 | BV | 6.37 | 1.069 | 2126.844 | 1.0339 | 1293.051 |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_06.D | 6 | BV | 6.36 | 1.000 | 1989.855 | 0.9880 | 1212.740 |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_07.D | 7 | BV | 6.36 | 1.038 | 2065.677 | 1.0390 | 1239.254 |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_08.D | 8 | BV | 6.36 | 1.021 | 2030.776 | 1.0131 | 1246.013 |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_09.D | 9 | BV | 6.36 | 1.037 | 2064.049 | 1.0157 | 1246.061 |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_10.D | 10 | BV | 6.36 | 1.039 | 2066.747 | 0.9977 | 1225.069 |
| | 平均值 | | | 6.366 | 1.07038 | 2129.910 | 1.0171 | 1282.20372 |
| | 标准偏 | | | 0.00694 | 0.07937 | 157.927 | 0.0221 | 83.16172 |
| | RSD | | | 0.109 | 7.41474 | 7.415 | 2.1748 | 6.48584 |

图 8 三明治进样样品的结果

化合物: 内标 信号: FID1 A, 前部信号

| 行号 | 数据文件名 | 进样次数 | 类型 | 保留时间 [分钟] | 含量 | 峰面积 | 峰面积比值 | 峰高 | |
|----|----------------|------|----|-----------|---------|----------|----------|---------|-----------|
| 2 | 对二甲苯三明治进样_01.D | 1 | BB | 5.91 | 1.055 | 2125.051 | 1.0154 | 759.569 | |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_02.D | 2 | BB | 5.91 | 1.200 | 2417.360 | 0.9518 | 831.032 | |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_03.D | 3 | BB | 5.90 | 1.020 | 2053.529 | 0.9843 | 743.641 | |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_04.D | 4 | BB | 5.90 | 1.076 | 2166.324 | 0.9687 | 776.627 | |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_05.D | 5 | BB | 5.90 | 1.021 | 2057.088 | 0.9672 | 755.647 | |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_06.D | 6 | BB | 5.89 | 1.000 | 2014.098 | 1.0122 | 749.596 | |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_07.D | 7 | BB | 5.89 | 0.987 | 1988.176 | 0.9625 | 726.053 | |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_08.D | 8 | BB | 5.89 | 0.995 | 2004.518 | 0.9871 | 728.566 | |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_09.D | 9 | BB | 5.89 | 1.009 | 2032.132 | 0.9845 | 729.056 | |
| 2 | 对二甲苯三明治进样_10.D | 10 | BB | 5.89 | 1.029 | 2071.613 | 1.0024 | 742.970 | |
| | | | | 平均值 | 5.900 | 1.03917 | 2092.991 | 0.9836 | 754.27562 |
| | | | | 标准偏 | 0.00869 | 0.06273 | 126.350 | 0.0214 | 31.22926 |
| | | | | RSD | 0.147 | 6.03681 | 6.037 | 2.1805 | 4.14030 |

图9 三明治进样内标的结果

再看看常规进样的

化合物: 对二甲苯 信号: FID1 A, 前部信号

| 行号 | 数据文件名 | 进样次数 | 类型 | 保留时间 [分钟] | 含量 | 峰面积 | 峰面积比值 | 峰高 | |
|----|---------------|------|----|-----------|---------|----------|----------|----------|------------|
| 3 | 对二甲苯常规进样_01.D | 1 | BV | 6.36 | 10.000 | 2387.373 | 0.9360 | 1427.676 | |
| 3 | 对二甲苯常规进样_02.D | 2 | BV | 6.36 | 10.110 | 2413.677 | 0.9352 | 1427.006 | |
| 3 | 对二甲苯常规进样_03.D | 3 | BV | 6.36 | 10.052 | 2399.805 | 0.9355 | 1457.839 | |
| 3 | 对二甲苯常规进样_04.D | 4 | BV | 6.36 | 10.008 | 2369.241 | 0.9353 | 1437.505 | |
| 3 | 对二甲苯常规进样_05.D | 5 | BV | 6.35 | 10.019 | 2391.896 | 0.9355 | 1450.866 | |
| 3 | 对二甲苯常规进样_06.D | 6 | BV | 6.35 | 10.013 | 2390.538 | 0.9357 | 1459.967 | |
| 3 | 对二甲苯常规进样_07.D | 7 | BV | 6.35 | 10.001 | 2387.717 | 0.9354 | 1450.606 | |
| 3 | 对二甲苯常规进样_08.D | 8 | BV | 6.35 | 10.069 | 2403.916 | 0.9353 | 1472.636 | |
| 3 | 对二甲苯常规进样_09.D | 9 | BV | 6.35 | 10.059 | 2401.474 | 0.9349 | 1448.349 | |
| 3 | 对二甲苯常规进样_10.D | 10 | BV | 6.35 | 11.056 | 2639.531 | 0.9481 | 1556.136 | |
| | | | | 平均值 | 6.354 | 10.13883 | 2420.517 | 0.9367 | 1458.85854 |
| | | | | 标准偏 | 0.00402 | 0.32431 | 77.425 | 0.0040 | 37.02910 |
| | | | | RSD | 0.063 | 3.19670 | 3.199 | 0.4302 | 2.53822 |

图10 常规进样样品的结果

| 化合物: 内标 | | 信号: FID1 A, 前部信号 | | | | | | |
|---------|---------------|------------------|----|-----------|----------|----------|--------|-----------|
| 行号 | 数据文件名 | 进样次数 | 类型 | 保留时间 [分钟] | 含量 | 峰面积 | 峰面积比值 | 峰高 |
| 3 | 对二甲苯常规进样_01.D | 1 | BB | 5.90 | 10.000 | 2550.699 | 1.0684 | 871.094 |
| 3 | 对二甲苯常规进样_02.D | 2 | BB | 5.90 | 10.119 | 2580.974 | 1.0693 | 864.008 |
| 3 | 对二甲苯常规进样_03.D | 3 | BB | 5.89 | 10.057 | 2565.269 | 1.0689 | 863.297 |
| 3 | 对二甲苯常规进样_04.D | 4 | BB | 5.89 | 10.015 | 2554.598 | 1.0692 | 851.328 |
| 3 | 对二甲苯常规进样_05.D | 5 | BB | 5.89 | 10.023 | 2556.691 | 1.0689 | 862.630 |
| 3 | 对二甲苯常规进样_06.D | 6 | BB | 5.89 | 10.016 | 2554.894 | 1.0688 | 867.374 |
| 3 | 对二甲苯常规进样_07.D | 7 | BB | 5.89 | 10.007 | 2552.500 | 1.0690 | 865.748 |
| 3 | 对二甲苯常规进样_08.D | 8 | BB | 5.89 | 10.076 | 2570.139 | 1.0691 | 865.636 |
| 3 | 对二甲苯常规进样_09.D | 9 | BB | 5.89 | 10.070 | 2568.624 | 1.0696 | 857.555 |
| 3 | 对二甲苯常规进样_10.D | 10 | BB | 5.88 | 10.914 | 2783.912 | 1.0547 | 899.888 |
| 平均值 | | | | 5.891 | 10.12989 | 2583.830 | 1.0676 | 866.85576 |
| 标准偏 | | | | 0.00376 | 0.27818 | 70.955 | 0.0045 | 12.81631 |
| RSD | | | | 0.064 | 2.74613 | 2.746 | 0.4256 | 1.47848 |

图 11 常规进样内标的结果

4 结果

从统计结果可以看出，三明治进样方法下，对二甲苯和内标的面积比的 RSD 为 2.17，而常规进样的面积比为 0.43；从面积比的统计列也可以看出三明治进样法的面积比从 0.985 到 1.051，平行性不理想，而常规进样法的面积比从 0.935 到 0.948，较理想；从峰面积，峰高的 RSD 也可以看出常规进样法比三明治进样法稳定，至此可以认为三明治进样法较常规进样法稳定性差。当然此实验只是验证了一个样品，三明治进样体积也是 0.3+0.3 μ L，或许增大进样体积会有所改善，另外三明治进样过程中，进样针取完内标后，直接取样品，可能有污染过程，这也可能是导致该方法不稳定原因。