

# 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;

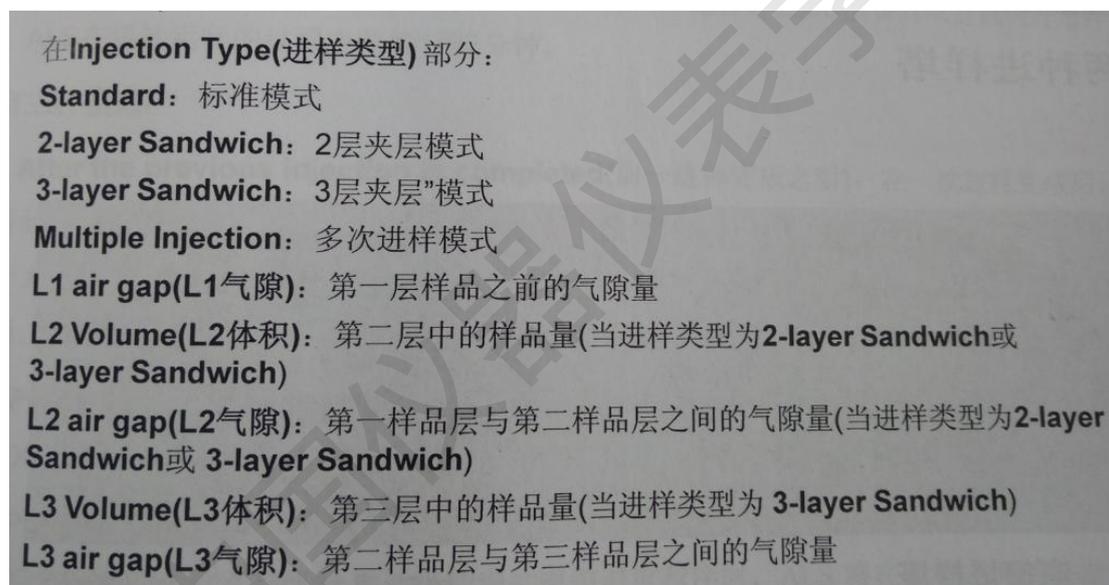


图 1 进样类型解释

## 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

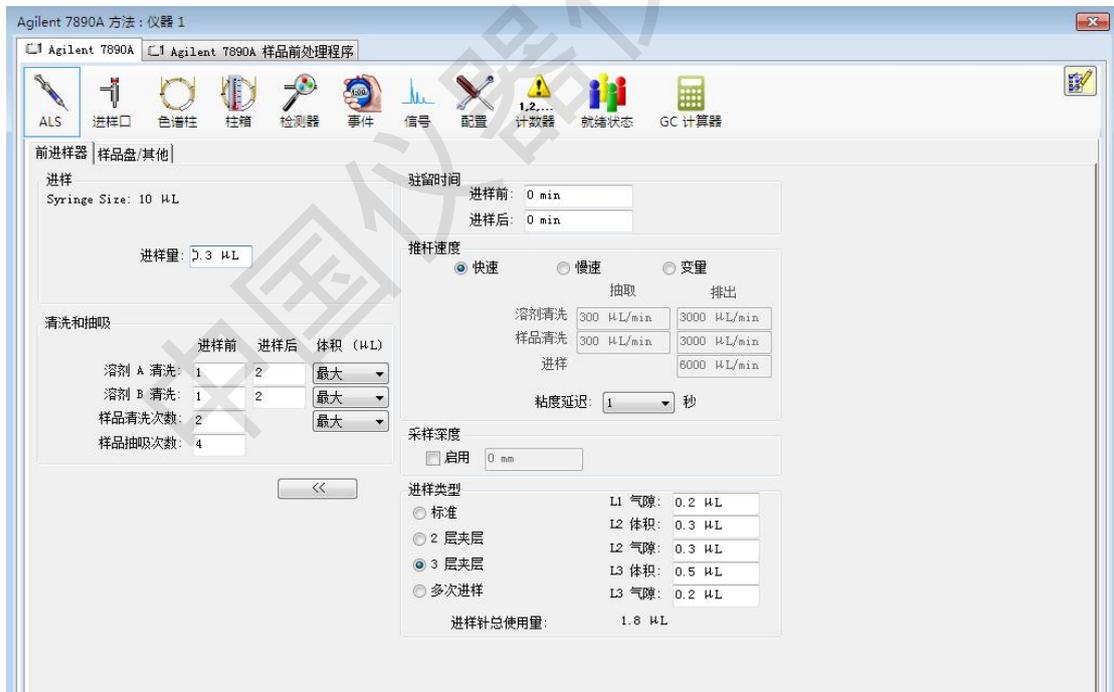


图4 三明治进样

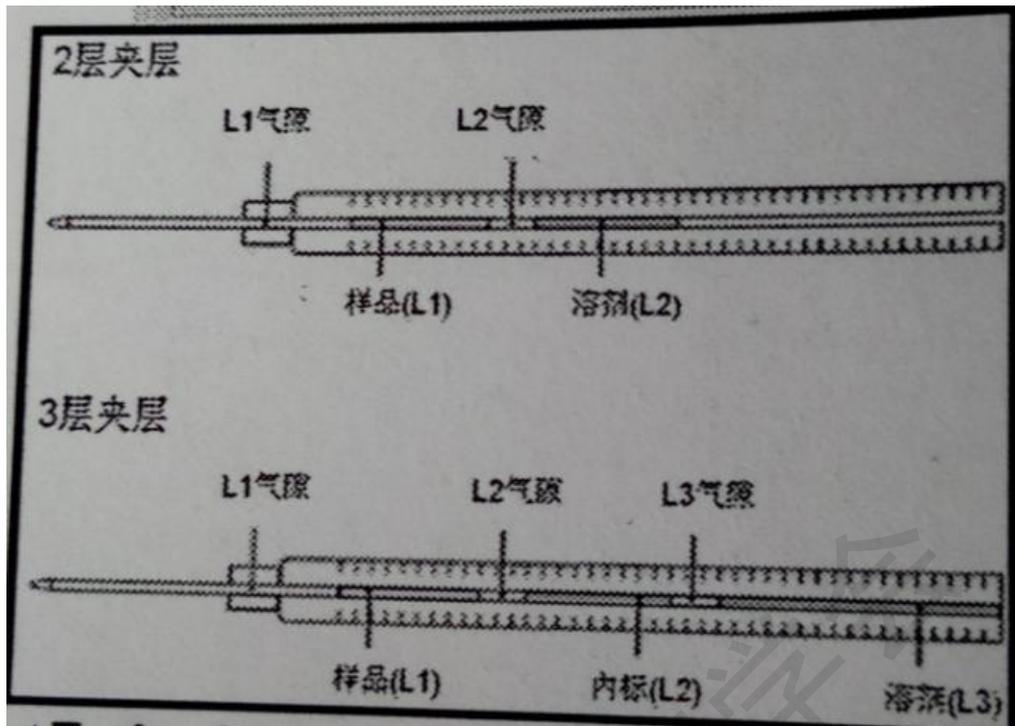


图5 进样针图释



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	2367.717	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 $\mu$ 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。