

不分流进样条件下的溶剂问题之-目标组分色谱峰拖尾

譙应召

(山东化工研究院, 山东 济南 250014)

摘要: 气相色谱仪工作于不分流进样模式时, 由于进样至色谱柱内大量溶剂的存在, 会对保留时间较短的色谱峰的形状带来一定的干扰。

关键词: 气相色谱;不分流进样

保留时间较弱的组分容易出现色谱峰拖尾的问题, 下文以具体实验予以说明和进行理论探讨。

1 实验情况说明

某用户使用 Shimadzu 的 GC-2010Plus 气相色谱仪, 开展蔬菜和水果中的多种有机磷农药残留实验项目, 实验分析条件如下所示:

仪器型号:	GC-2010Plus 气相色谱仪
进样口温度:	220°C
色谱柱:	Rtx-5 30m*0.25mm*0.25um
程序升温:	50°C (1min) -40°C/min - 150°C (0min) -10°C/min -280°C (10min)
进样量:	1uL
进样模式:	不分流方式, 不分流时间 1min
检测器:	FPD
检测器温度:	280°C
标准品浓度:	0.1 mg/L

进样标品获得如图 1 所示的谱图，保留时间为 6.14min 的组分 A，出现明显的拖尾现象，保留时间为 15.3min 的组分 B，拖尾现象相对不太严重，如表 1 所示。

表 1 不分流方式下组分 A、B 拖尾因子

名称	保留时间	拖尾因子
组分 A	4.08	2.47

色谱峰发生拖尾现象，往往与目标物质本身的性质、色谱柱情况或者进样方式不良有关。为确认原因，将进样口的工作方式改为分流，其他条件均不变化，再次进样，采集到的谱图如图 2 所示，组分 A、B 的拖尾因子如表 2 所示。

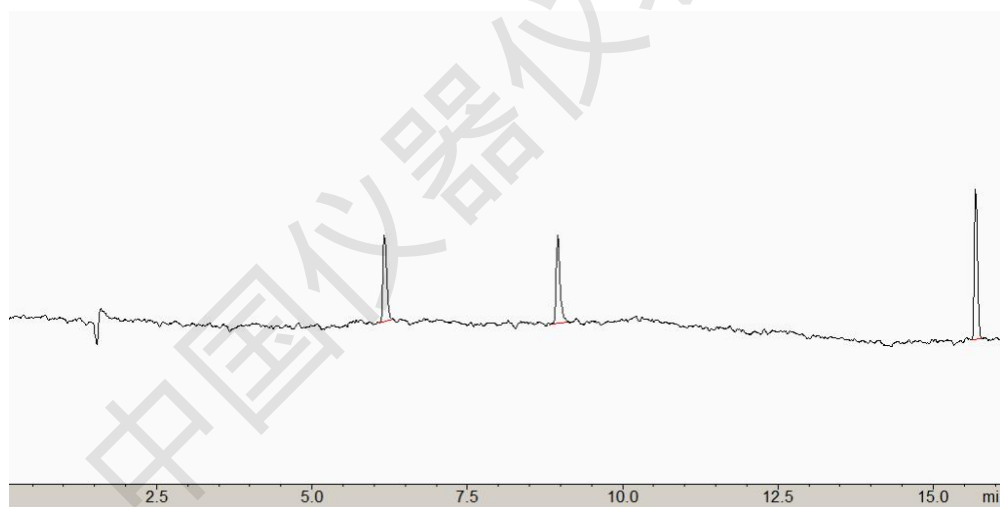


图 1 分流方式采集谱图

表 1 分流方式下组分 A、B 拖尾因子

名称	保留时间	拖尾因子
组分 A	4.11	2.91

显然分流方式下，组分 A 的拖尾因子明显改善，那么基本可以排除待测组分化学特性和色谱柱问题，那么拖尾的原因应当在于进样方式。

2 原理讨论

不分流进样时，实际进入色谱柱内的溶剂量较大，那么在某程序升温的瞬间，待测组分将会在固定相和“含有较多溶剂气体的流动相”之间发生分配。在这种情况下，待测组分会发生非线性的分配，即组分浓度升高后，组分更容易存在于流动相中，从而使色谱峰发生一定程度的拖尾现象。

保留时间较长的组分，在色谱柱内运行较长时间后，会因为色谱柱固定相聚焦的原因，抑制拖尾现象。

中国仪器仪表表学院