

顶空 HS-20 吹扫流量的设置引起分流比的改变

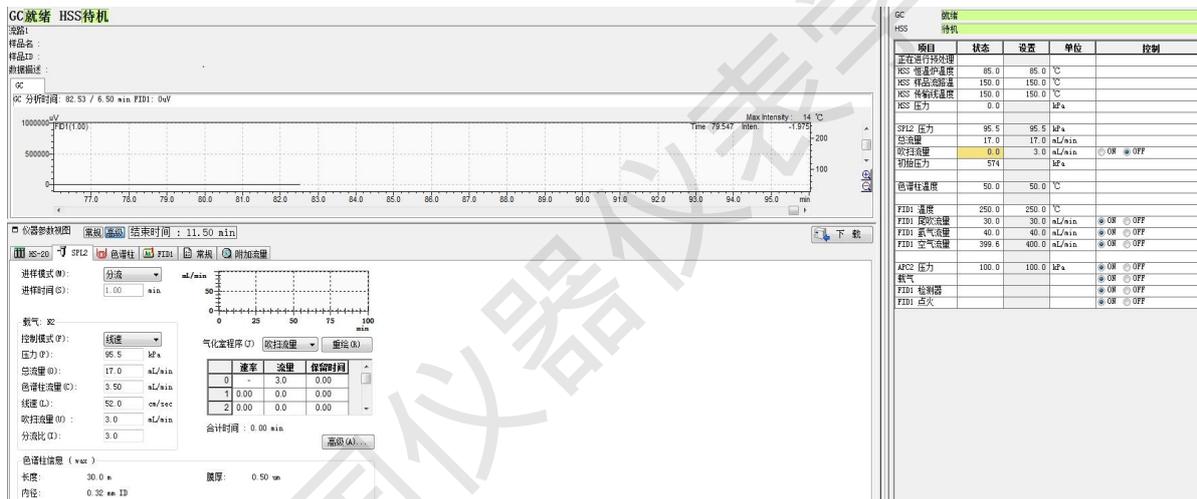
蒋力民

(浙江鑫晟环境检测有限公司, 浙江温州 325000)

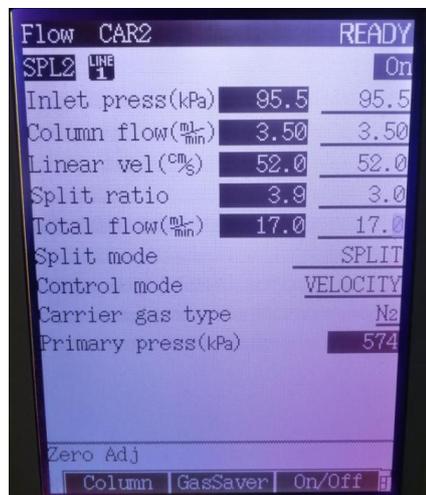
摘要: 岛津顶空 HS-20 吹扫流量的设置会影响分流比, 特别是小柱流量小分流比时偏差更大。正确的设置对估算进样量, 和其他方法分流比的可比性都有意义。

关键词: 顶空;吹扫流量;分流比

在使用岛津 GC-2010Plus 配合岛津顶空 HS-20 测定水中苯系物时发现, 气相仪器面板显示的实际分流比与设定的分流比不符, 仪器也能稳定并且正常进样。色谱条件如图: 其中吹扫流量设置为 3.0ml/min (默认值) 但在工作站右侧控制这里设定为 off。因为顶空不需要吹扫流量。



气相仪器面板上的流量如下, 发现分流比设置为 3 显示为 3.9:



分流比设置为 5, 10, 30 时气相仪器面板显示的实际分流比为 5.9, 10.9, 30.9。气相仪器面板显示的实际分流比总是比设定的分流比大 0.9 而且都能稳定。HS-20 没有隔垫, 吹扫流量是并联到分流管路。分流比设定为 3, 吹扫流量设定为 3.0ml/min 并且在工作站右侧控制设定为 off 时:

$$\text{总流量} = \text{柱流量} + \text{吹扫流量} + \text{分流流量}$$

总流量=17.0ml/min, 柱流量=3.5ml/min 吹扫流量设为 off 就是 0ml/min, 那么分流流量是 17.0-3.5=13.5ml/min 实际分流比为 13.5/3.5=3.9 多出来的分流流量=(3.9-3)×3.5=3ml/min 这正是吹扫流量, 因为吹扫流量并联入分流流量导致实际分流比比设定的分流比大。

验证分流比总是大 0.9: 吹扫流量 3ml/min ÷ 柱流量 3.5ml/min=0.9 这正是增大的分流比, 所以不论分流比设多少, 面板显示的实际分流比总比设定值大 0.9。为了验证吹扫流量是否并联入分流流量, 新建一个方法: 吹扫流量设为 0ml/min, 分流比直接设定为 3.9, 其他条件不变做水中邻二甲苯对比实验: 吹扫流量设定为 3.0ml/min 并且在工作站右侧控制设定为 off 时平行样邻二甲苯峰面积为 2398680, 2336374 平均 2367527 吹扫流量设为 0ml/min, 分流比直接设定为 3.9 平行样邻二甲苯峰面积为 2343266, 2276368 平均 2309817 这两组数据一致, 说明设置非零吹扫流量并且在工作站右侧控制设定为 off 时其流量并入了分流流量。

总结: 岛津顶空 HS-20 吹扫流量的设置会影响分流比, 设置非零吹扫流量并且在工作站右侧控制设定为 off 时, 设定的吹扫流量并入分流流量从而导致的分流比产生偏差 (本例柱流量比较大, 如果柱流量小偏差就更大), 建议将吹扫流量设置 0ml/min。