

恒流式外围进样设备连接气相色谱仪的注意事项

谯应召

(山东化工研究院, 山东 济南 250013)

摘要: 恒流方式输出的外围设备, 连接到气相色谱仪时相对比较独立。调节时需要注意避免采用过大或者过小的输出流量。

关键词: 恒流式外围进样设备; 气相色谱仪

1 案例简介

某用户使用 Dani 顶空进样器 (Dani HSS86.50) 连接至 Shimadzu 气相色谱仪 GC-2010, 分析时发现色谱峰宽异常增大, 柱效较低。采用液体进样的其他分析项目下获得色谱峰塔板数正常。

初步怀疑问题在定顶空进样器惰性不良或者顶空分析条件不良。

现场检查气相色谱和顶空进样器的分析条件, 未发现明显参数设置不良问题。

顶空进样器型号比较老, 顶空载气的控制方式为恒流, 与进样相关部分的仪器硬件原理如图 1 所示:

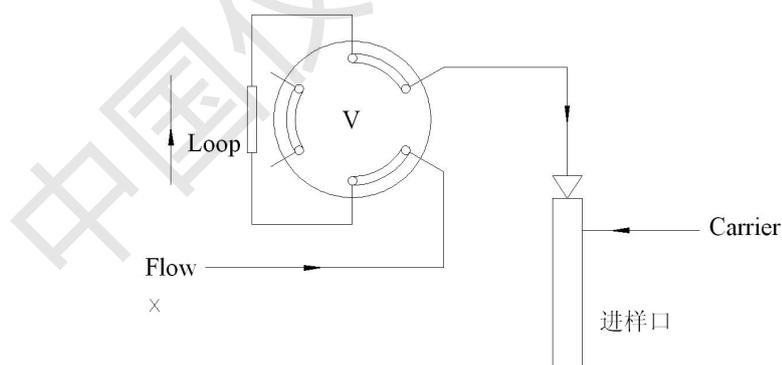


图 1 Dani 顶空与 GC 进样口的恒流连接方式

询问故障原因时, 用户反应调节了 dani 的载气调节阀。将传输线从进样口拔出, 测试 Flow 流量, 其值已经非常低, 只有大约 5ml/min 左右。将其调高到 20ml/min, 进样测试出峰正常。

流经定量环 Loop 的流量较低, 使得样品进入色谱柱的速度较慢, 增大了样品在色谱柱的起始谱带宽度, 从而降低了柱效。

在仪器操控条件方面上，恒流方式的外围设备有其优势，外设的流量调节比较独立。

即可以不用过多考虑进样口流量条件对外围设备流量调节的影响，我们知道对不同尺寸的色谱柱来说，合适的进样口压力和流量条件可能会差异较大。

恒流方式外设可以在 GC 未接入系统之前将外设的输出流量调节到合适大小，然后直接连接到 GC 进样口即可。

需要注意的事项：

- 1) 输出流量不可以过低，否则会影响柱效。
- 2) 对分流的影响。

例如原先分流出口流量为 20ml/min，接入顶空之后，分流比会增大。而且对于带有电子流量控制的进样口来说，如果调解分流比，会发现峰面积与分流比不能呈现正相关的关系。

- 3) 避免过大的输出流量，GC 进样口可能无法承受。

进样口的管路具有一定的阻尼，较大的进样口总流量（外围设备加原先的自动流量控制），会提高进样口压力，使得 GC 不能就绪。

2 小结

不只是顶空，有较多外围设备（热解析，吹扫捕集，阀进样）也采用了类似的控制方式，面临类似的问题。