

气相色谱仪连接特殊进样器时衬管的选择原则

谯应召

(青岛科技大学, 山东 济南 250014)

摘要: 气相色谱仪在连接顶空进样器、吹扫捕集进样器、热解吸进样器、气体进样阀、固相微萃取 (SPME) 等进样器进行色谱分析的情况下, 为避免发生峰形扩展, 提高柱效, 进样口建议使用体积较小的专用衬管。

关键词: 气相色谱仪;顶空进样器;衬管

1 选择原则

顶空进样器、热解吸进样器、吹扫捕集器等色谱外接进样设备, 一般适用于小分子量、低沸点、弱色谱保留类物质的分析。样品进入到进样口的状态是具有一定温度的、分布相对均匀、具有一定体积的气体。

例如《HJ 644-2013 环境空气 挥发性有机物的测定》的分析条件, 如图 1:

7.1 仪器参考条件

7.1.1 热脱附仪参考条件

传输线温度: 130℃; 吸附管初始温度: 35℃; 聚焦管初始温度: 35℃; 吸附管脱附温度: 325℃; 吸附管脱附时间: 3 min; 聚焦管脱附温度: 325℃; 聚焦管脱附时间: 5 min; 一级脱附流量: 40 ml/min; 聚焦管老化温度: 350℃; 干吹流量: 40 ml/min; 干吹时间: 2 min。

7.1.2 气相色谱仪参考条件

进样口温度: 200℃; 载气: 氮气; 分流比: 5: 1; 柱流量 (恒流模式): 1.2 ml/min; 升温程序: 初始温度 30℃, 保持 3.2 min, 以 11℃/min 升温到 200℃保持 3 min。

图 1 HJ644-2013 热脱附分析条件

那么样品进入衬管之后的状态, 就不像液体或者固体样品那样, 由于样品气化的原因, 会有较大的体积膨胀和气化不良的问题。

需要注意的是, 由于进样体积较大和外接设备系统管路体积较大、样品解析需要一定时间等问题, 这类外接设备输出的样品“起始谱带”, 一般空间分布会比较宽, 这些因素都相当于在柱前引入了额外的死体积。

在这类样品的 GC 或者 GCMS 分析中, 就容易观察到理论塔板数较低或者对称度较低甚至分叉的色谱峰, 保留时间比较短的组分尤为显著, 如图 2 所示:

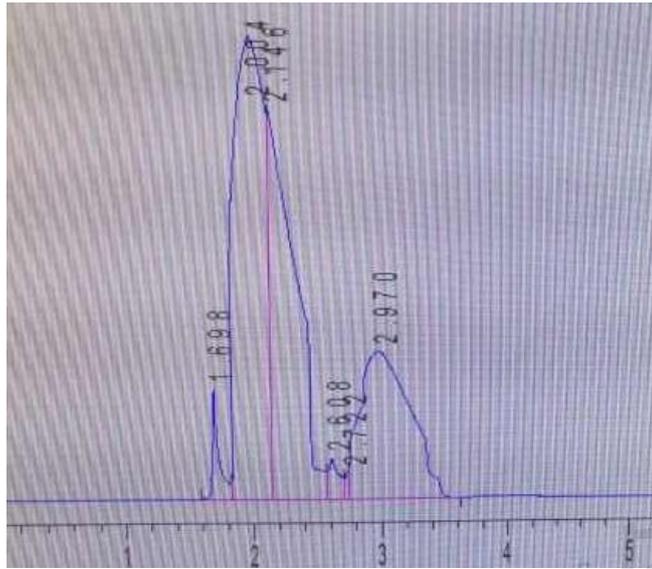


图2 不良色谱峰

除去外接设备本身的原因，进一步降低柱前体积对改善色谱峰柱效是有利的，所以应当选择小体积的衬管。

此例中，改用较小体积的进样口专用衬管，色谱峰形会得到较大程度的改善，色谱峰会变得更加尖锐。

例如 Shimadzu 的 HS-10 顶空进样器，推荐使用图 3 中所示的衬管，内径只有 1.2mm，衬管体积较小。



图3 细内径衬管

SPME 的进样方式推荐采用小内径衬管，也是基于同样的考虑。

另外，高端的热解析进样器一般采用二次解析的方式，进样时样品空间分布更窄，缩短样品的起始谱带，从而可以提高柱效。

2 小结

使用合适的小体积衬管，在进样口内气态样品进样的情况下，会得到较好的柱效。