

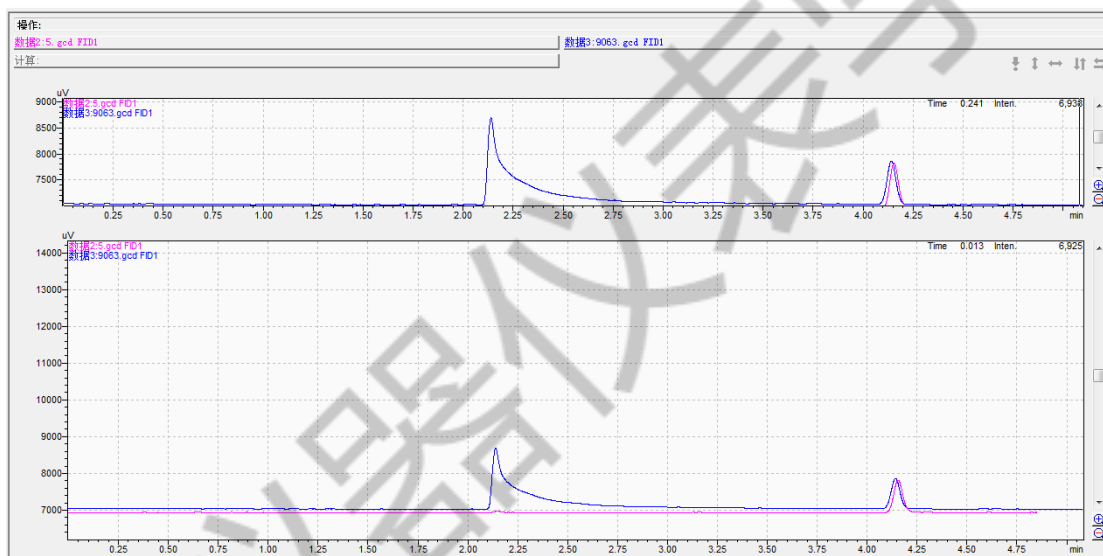
阀进样所含的氧气对极性大口径柱的影响

蒋力民

(浙江鑫晟环境检测有限公司, 浙江 温州 325000)

在做固定污染源排气中甲醇的测定 气相色谱法 HJ/T33-1999 时采用的是六通阀进样, 极性大口径厚液膜柱。实际样品测定时甲醇的前面出现了一个较大的拖尾峰, 经过试验发现是氧气的干扰, 并找到消除干扰的办法。

色谱条件: 岛津气相色谱 GC-2010Plus 带惰性六通阀 (VICI), 毛细柱 DB-WAX UI(30m×0.53mm×1μm), FID 检测器, 柱温 60℃, 恒线速度模式, 线速度 26.6cm/s,分流比 10:1, 进样 1ml, 进样口 150℃, 检测器 220℃。标准气的底气是氮气, 采用高纯氮气稀释成标准气系列。如图红色为标准气 5mg/m³, 蓝色为实际样品色谱图。4.1min 为甲醇峰。2.2min 有一较大的拖尾峰。



进高纯氮气没有出现峰, 进除烃空气 2.2min 同样出现这样的拖尾峰, 由此可见此干扰峰是空气中的氧气引起的。查看毛细柱恒温最高使用温度为 230℃, 而实验设置 220℃太接近恒温上限了, 于是降低了检测器温度再测试。设置 FID150℃。氧气干扰峰的面积从 12199 断崖式降低到 204, 这就消除了干扰, 色谱图看上去漂亮多了。通过改变进样口温度发现干扰峰变化不大。所以检测器温度是引起干扰峰的主要原因! 还试验了不同品牌的大口径极性毛细柱 ZB-WAXplus (30m×0.53mm×1μm) 得到同样的结论。

结论: 阀进样样品中的氧气对极性大口径柱引起柱流失, 降低检测器温度减少了柱流失可以有效降低干扰。