

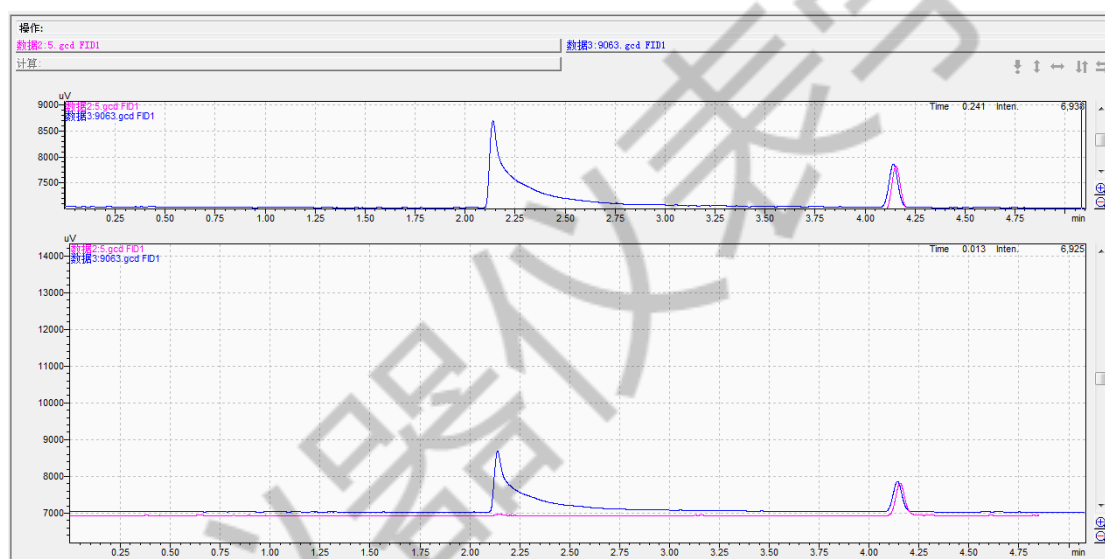
阀进样所含的氧气对极性大口径柱的影响

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。