

实验室温度对顶空分析平衡时间的影响案例

谯应召

(青岛科技大学山东化工研究院, 山东济南 250014)

摘要: 气相色谱顶空分析过程中样品加热平衡时间参数选择对分析结果的重复性较为重要, 一般需要经过专项实验予以确认。普通顶空进样器对顶空瓶的加热方式导致顶空瓶升温速度较慢, 顶空系统达到平衡的时间较长, 并且实验室环境温度对顶空平衡时间也会造成一定程度的影响。过低的实验室环境温度会导致顶空系统的平衡时间延长, 造成色谱分析结果的重复性不良。下文以某次顶空安装工作中发现的问题和解决方法为例予以说明, 可以为色谱工作者提供一定程度参考。

关键词: 顶空平衡时间; 气相色谱仪; 顶空进样器; 重复性

中图分类号: 0657.7+1

文献标识码: B

实验室环境的检查和确认, 对色谱系统故障诊断较为重要。实验室环境温度过低, 导致顶空分析需要更长的平衡时间。

案例简介

工程师在安装 Shimadzu 气相色谱-质谱联用仪过程中, 验收系统顶空进样器重复性时, 发现顶空重复性不良。观察顶空分析结果, 目标色谱峰有逐渐增大的趋势, 顶空具体分析条件如下所示。

色谱质谱联用仪:	GCMS-TQ8040NX
色谱柱:	Rtx-5ms 30m*0.25mm*0.25um
柱温:	50℃
进样口温度:	200℃
分流比:	40:1
样品:	正丁醇-水, 50mg/L
检测器:	EI 源, 200℃
顶空平衡温度:	80℃
顶空平衡时间:	22min
顶空进样阀温度:	100℃

顶空传输线温度：120℃

进样量：1mL



图1 顶空峰面积逐渐增加

故障诊断和维修

此台仪器已经验收过液体进样的指标，重复性良好，并且顶空分析和液体分析使用了同一根色谱柱，那么色谱柱和检测器部分发生故障的可能性比较小。顶空分析采用的方法为Shimadzu的标准测试方法，已经经过充分认证，方法参数应该问题不大。

验收的数据结果与一般情况下的重复性不良想象存在显著的不同，如果由于系统泄漏造成顶空测试重复性不良，峰面积的变化应该没有明显的规律，不会像该案例中的峰面积逐渐增加，反而有可能与顶空样品瓶中体系的平衡不充分有关。

用户实验室环境不佳，测试用户实验室温度仅有4℃左右，进一步怀疑过低的室温造成分析故障。由于用户空调和供热系统均损坏，就采用了增加顶空样品平衡时间的方法，将其增加为30min。

修改方法再次进样，故障解除，顶空重复性良好。

结果分析

顶空进样器一般采用金属块加热的方式对顶空瓶进行保温，那么顶空系统的温度上升紧靠加热体的传导作用，顶空瓶、水和顶空瓶垫均为导热不良物体，那么实际样品的升温速度比想象得要慢。