

第二章

进样口

确认进样口类型

认识填充柱进样口和毛细管柱进样口的组件。

理解分流进样口的流路系统。

计算分流比。

学习进样口日常维护和故障检修知识。



进样口系统

作用：使样品以一种可重复可再现的方式契入到气相色谱柱中。被引入的样品应具有代表性，除特殊要求外样品引入过程不应发生任何化学反应。

进样口类型

分流/不分流进样口
隔垫吹扫填充进样口
冷柱头进样口
程序升温汽化进样口
挥发进样口

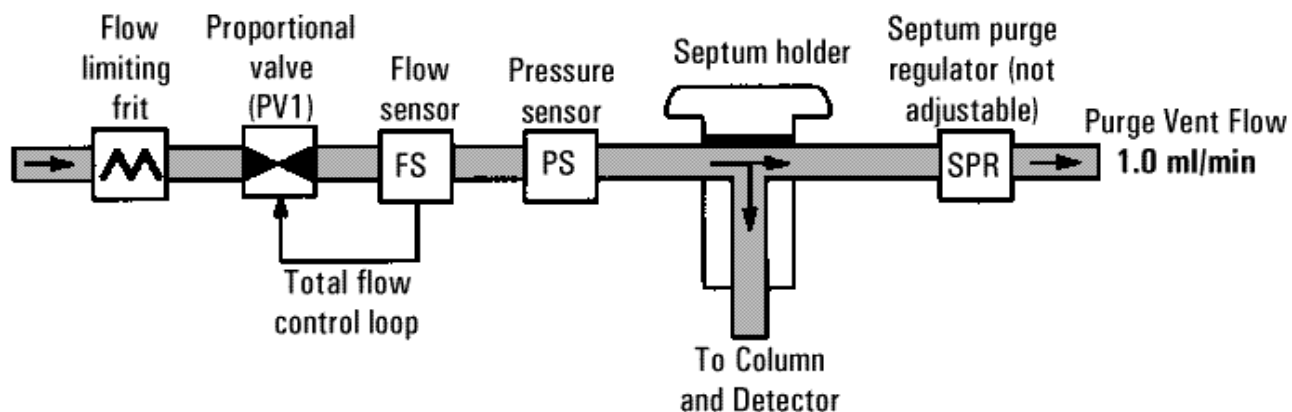
气路控制

EPC 与 non-EPC
EPC 与 non-EPC
只有EPC
只有EPC
只有EPC

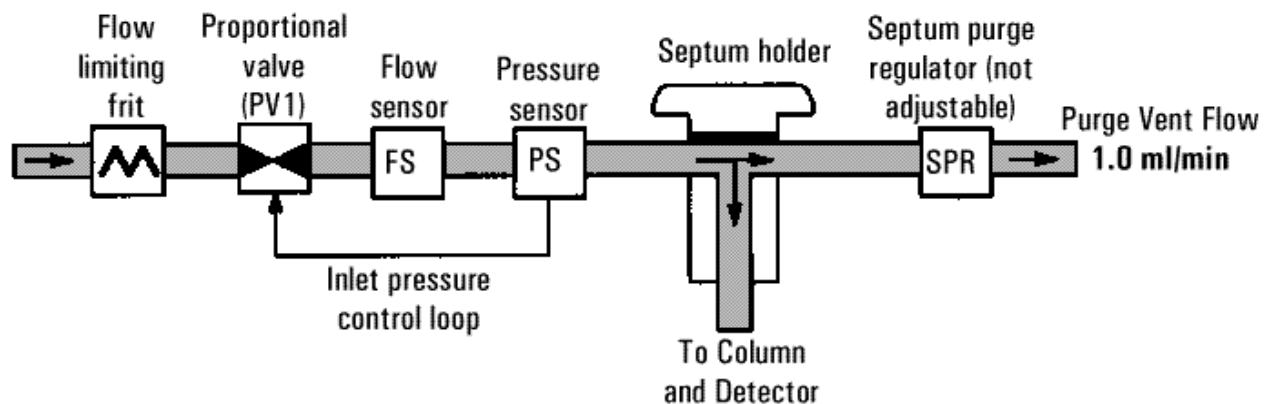


流路系统：隔垫吹扫填充柱进样口

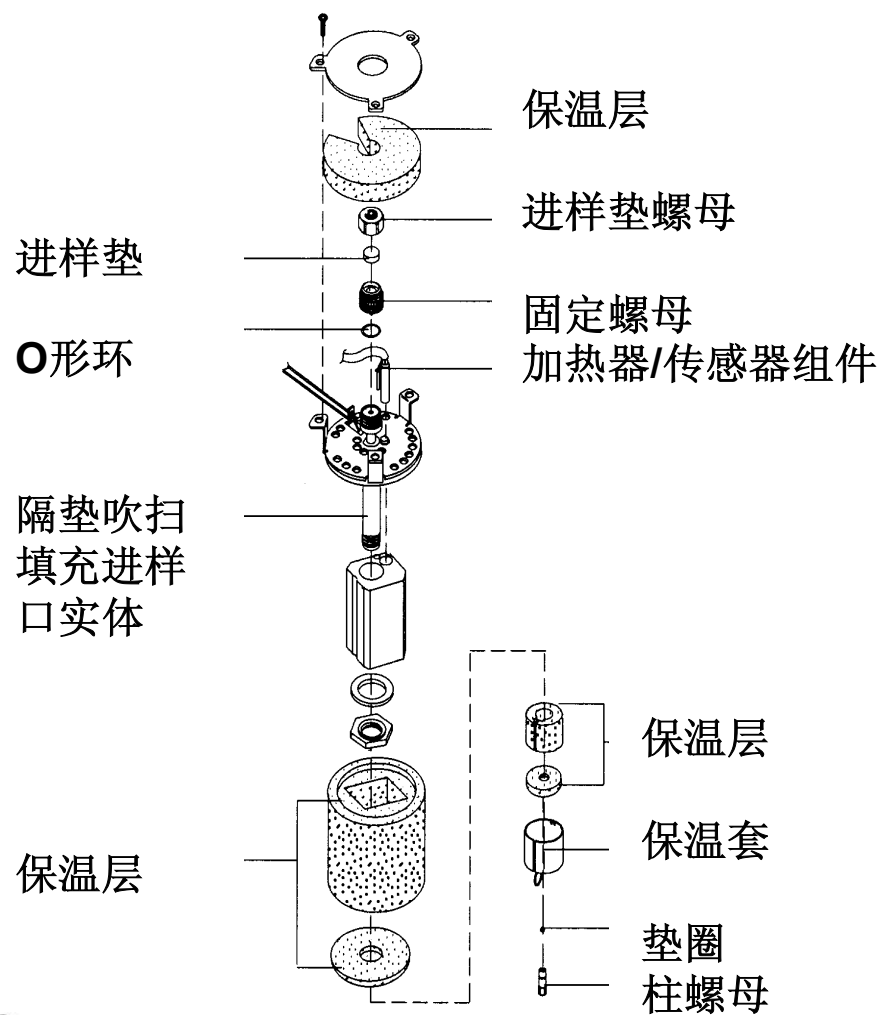
流量控制模式 (推荐用于填充柱)



压力控制模式 (推荐用于毛细管柱)

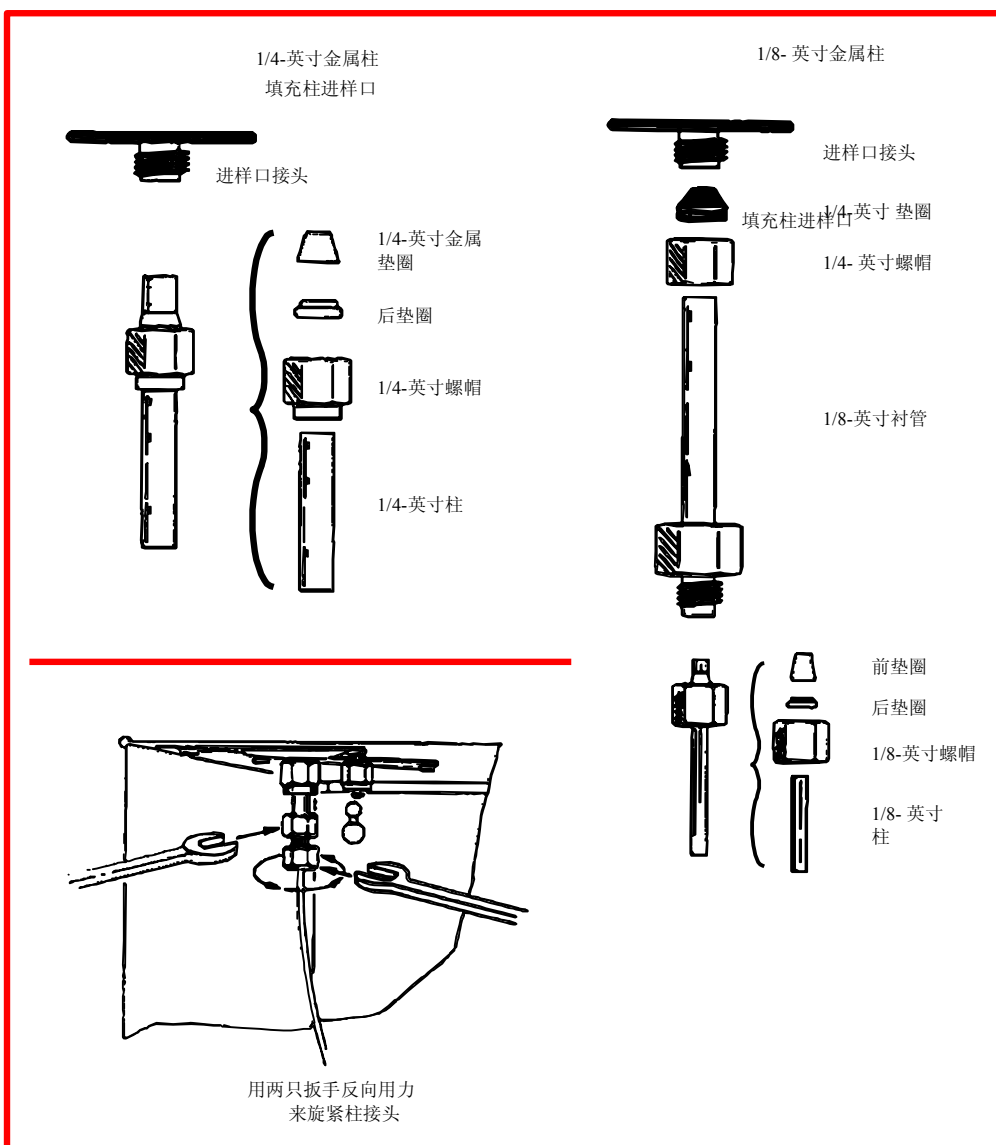


隔垫吹扫填充柱进样口分解图

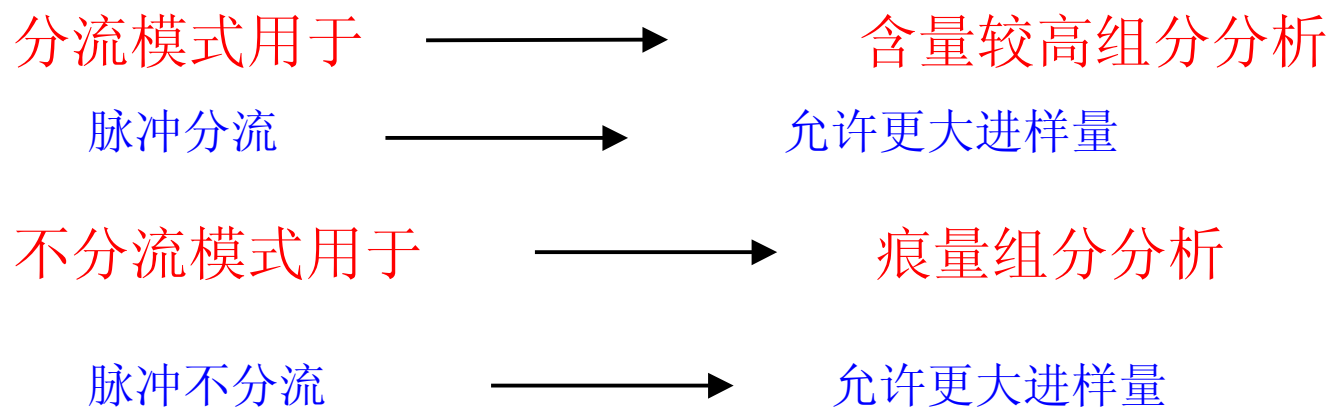


衬管与接头

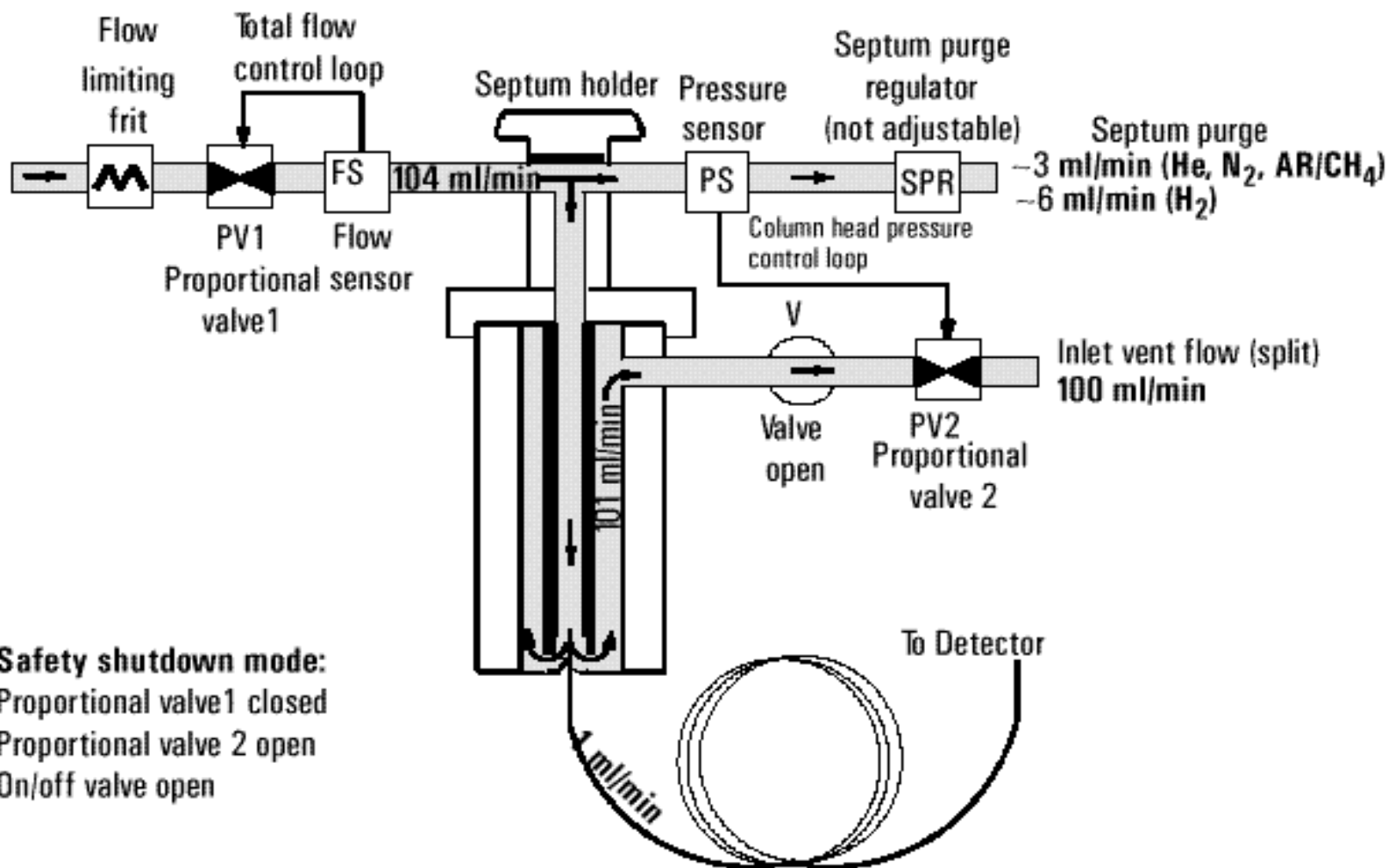
对于不同的柱子、进样口和检测器有不同的衬管和接头。



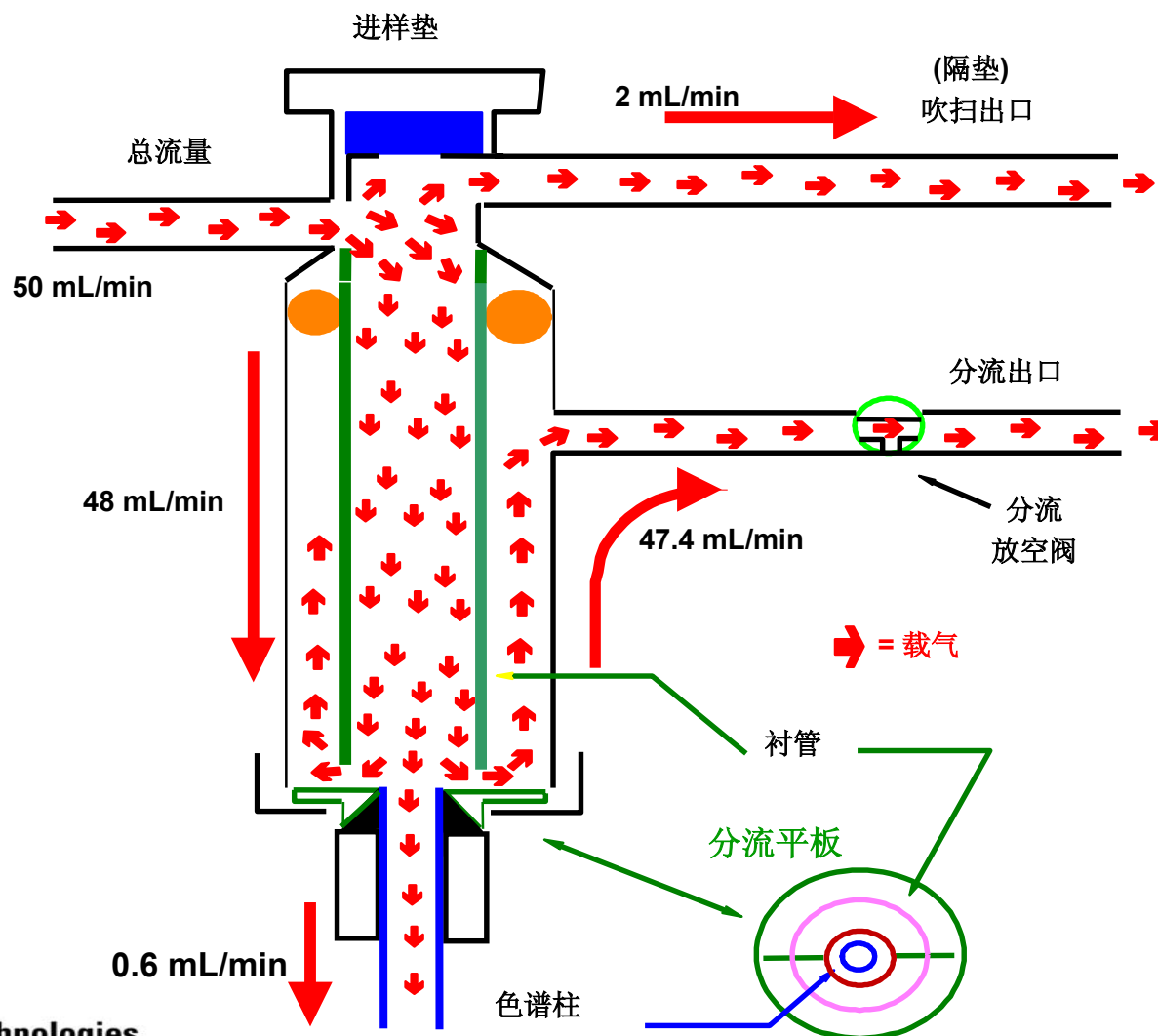
分流/不分流进样口



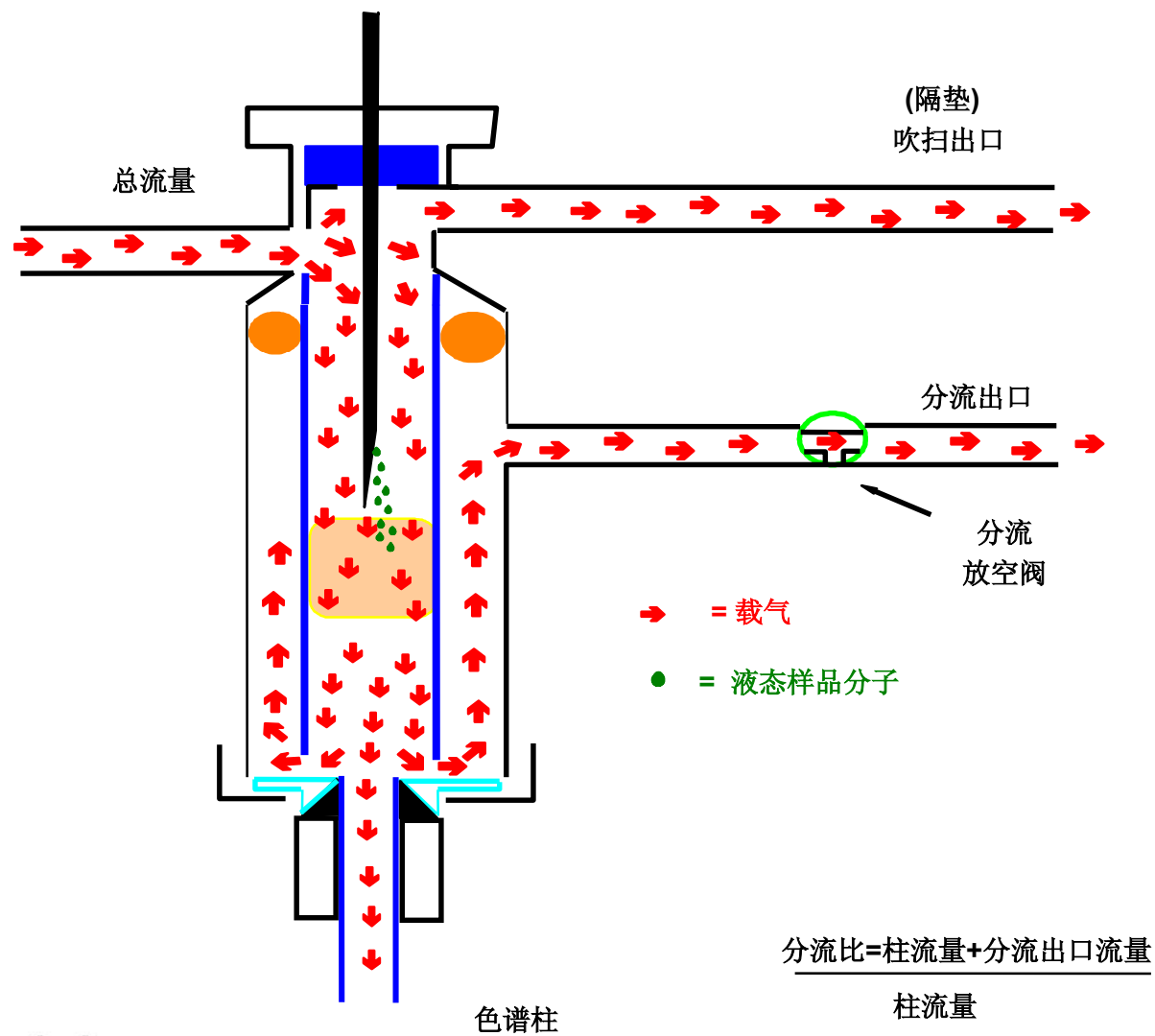
分流/不分流流路系统



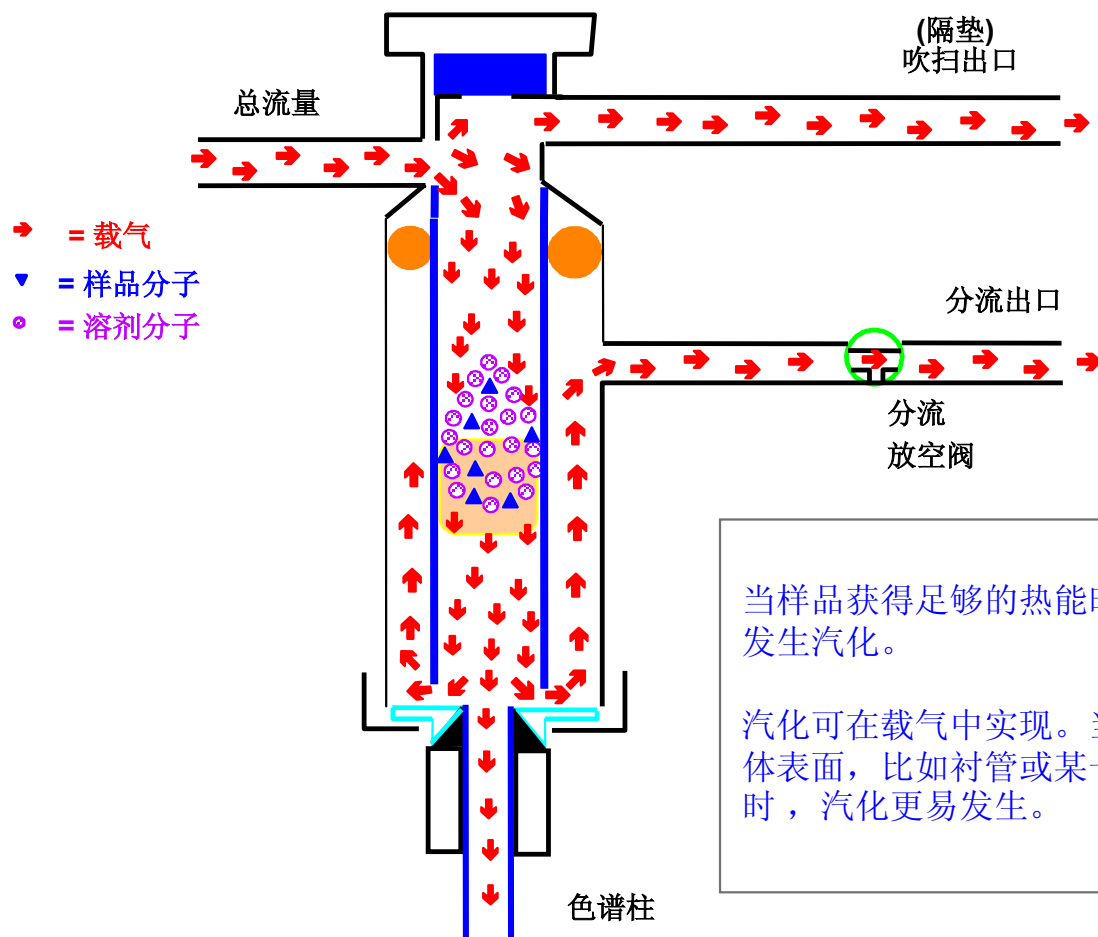
分流流路示意图：进样前



分流流路示意图：进样时刻



分流流路示意图：样品的汽化

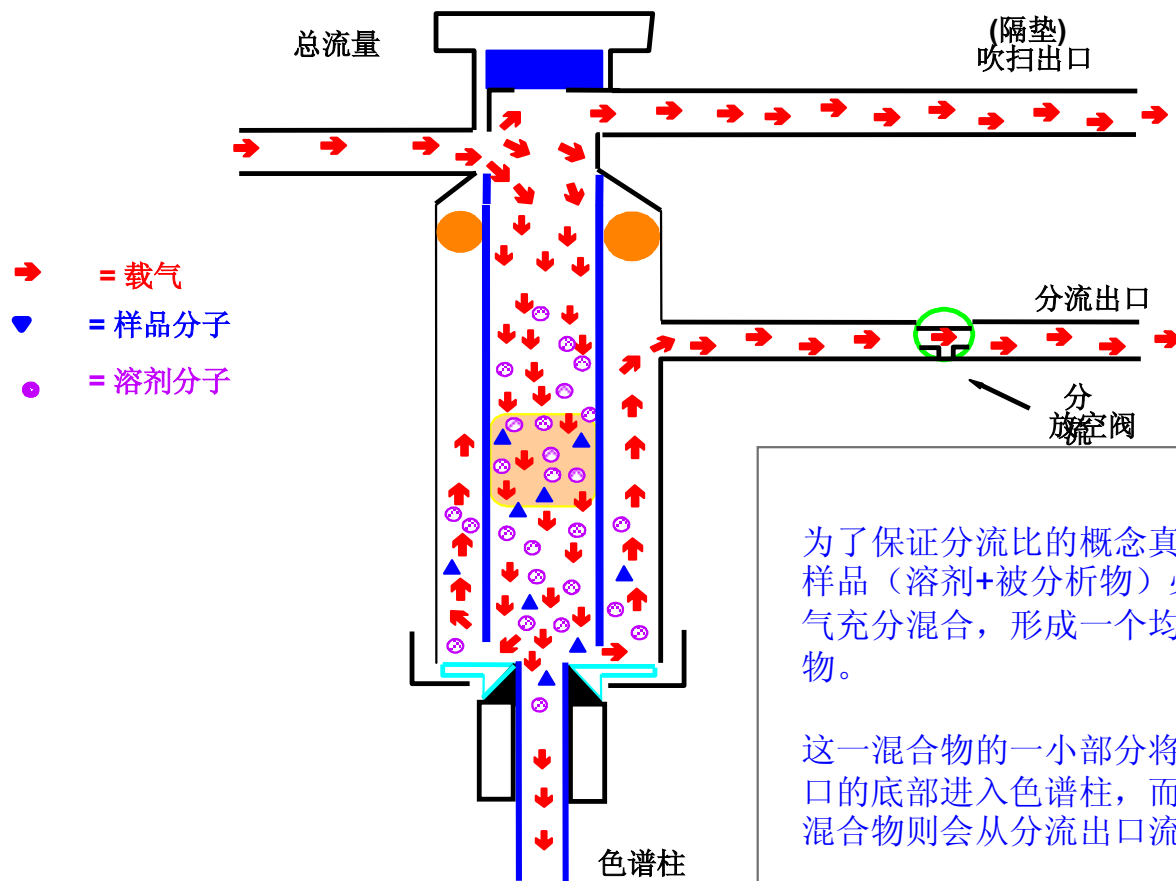


当样品获得足够的热能时，将会发生汽化。

汽化可在载气中实现。当遇到固体表面，比如衬管或某一填充物时，汽化更易发生。



分流流路示意图：样品与载气的混合

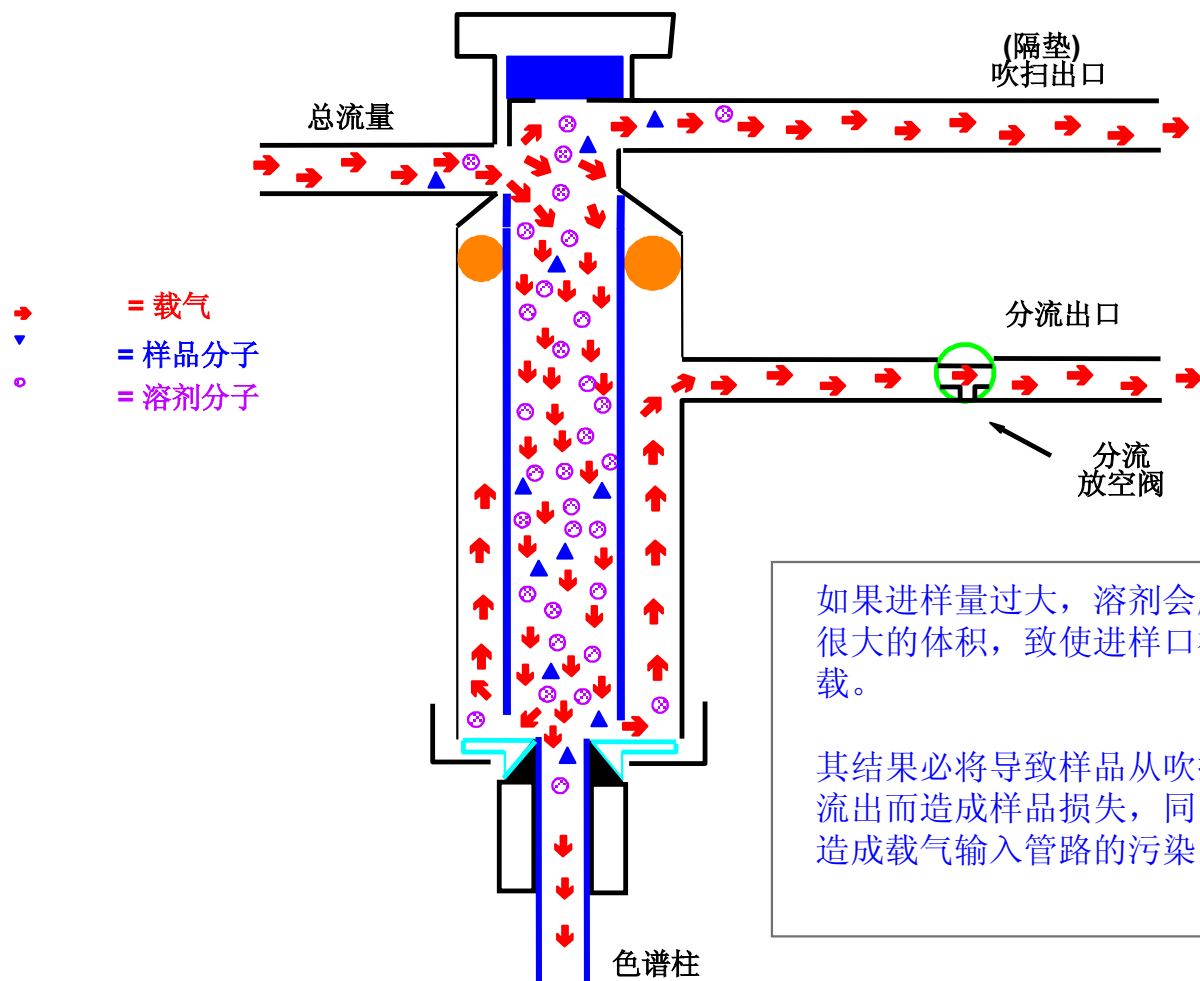


为了保证分流比的概念真实有效，样品（溶剂+被分析物）必须与载气充分混合，形成一个均匀的混合物。

这一混合物的一小部分将会从进样口的底部进入色谱柱，而大部分的混合物则会从分流出口流出。



分流流路示意图：衬管过载



如果进样量过大，溶剂会膨胀为很大的体积，致使进样口衬管过载。

其结果必将导致样品从吹扫出口流出而造成样品损失，同时也会造成载气输入管路的污染。



分流比计算

$$\text{分流比} = \frac{\text{分流出口流量} + \text{柱流量}}{\text{柱流量}}$$

	A	B	C	D	
柱内径 I.D. (um)	总 流量	柱 流量	隔垫 吹扫	分流 流量	分流 比
200	100	0.5	2.0	97.5	196:1
320	100	1.0	2.0	97	98:1
530	100	3.0	2.0	95	33:1

$$\text{分流出口流量} = (\text{分流比})(\text{柱流量}) - \text{柱流量}$$



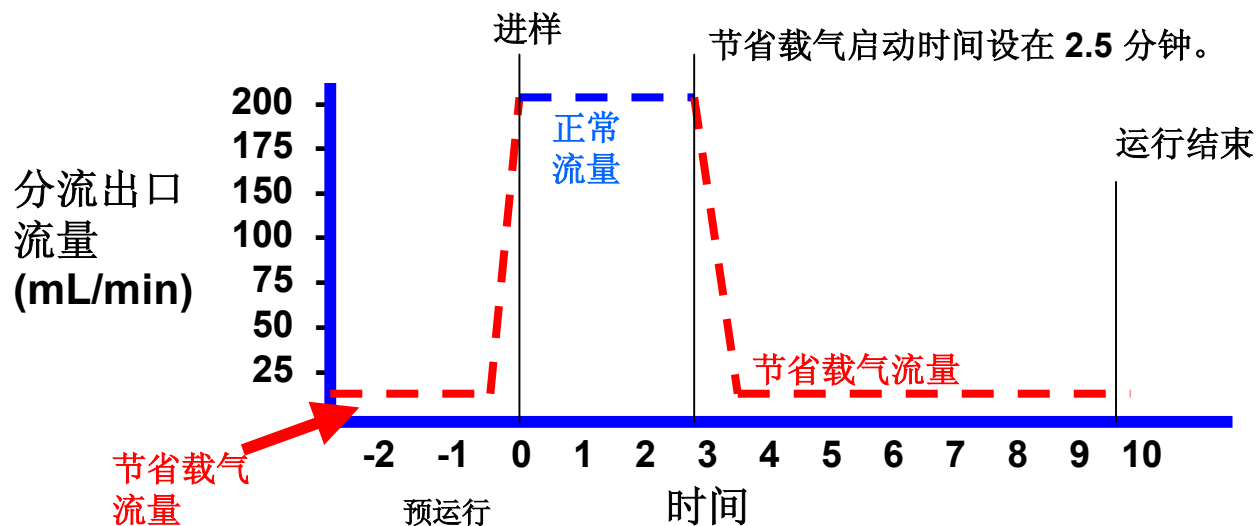
节省载气

节省载气功能会在样品进入色谱柱后，减少分流出口的载气流量以节约载气。

柱前压和柱流速仍保持不变，只有分流出口的流量减少。

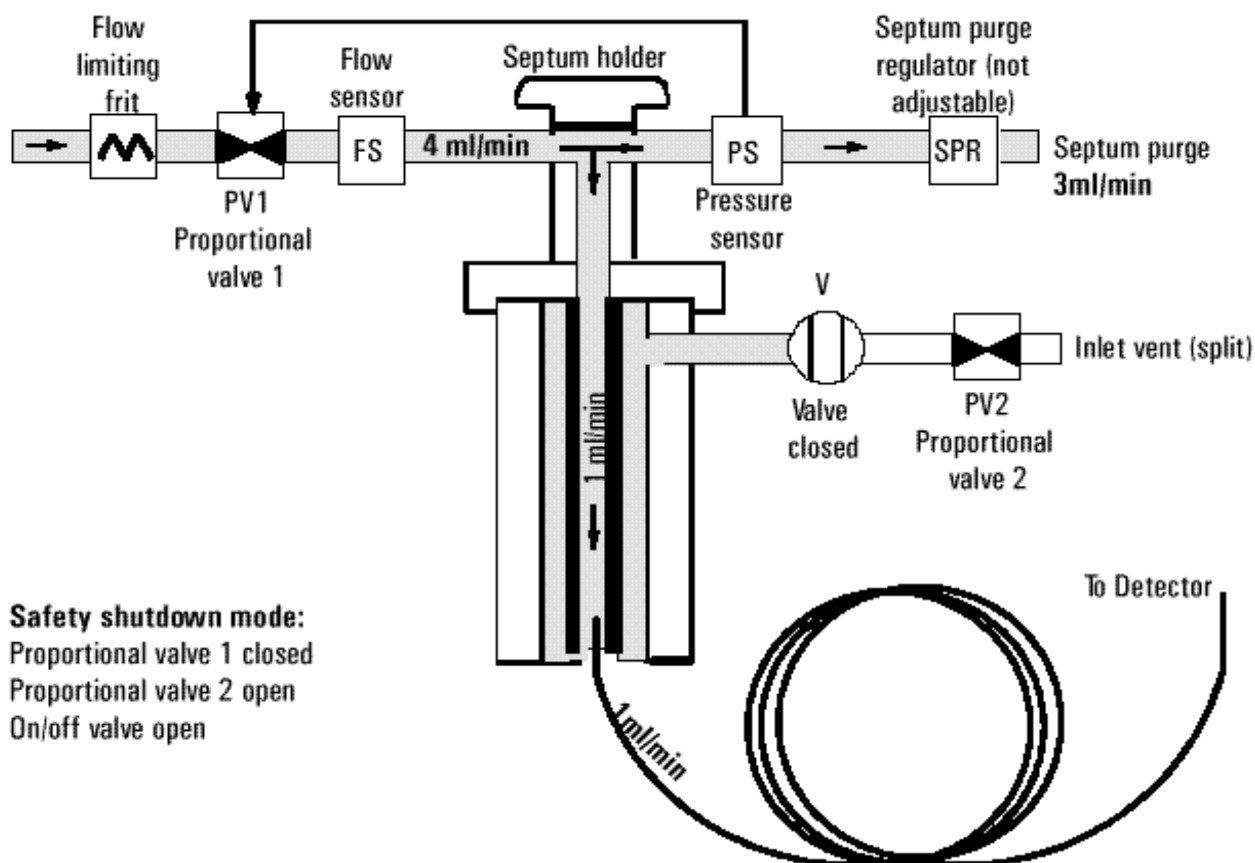
可用于分流和不分流方式。

节省载气启动的时间应选在样品进入色谱柱后。

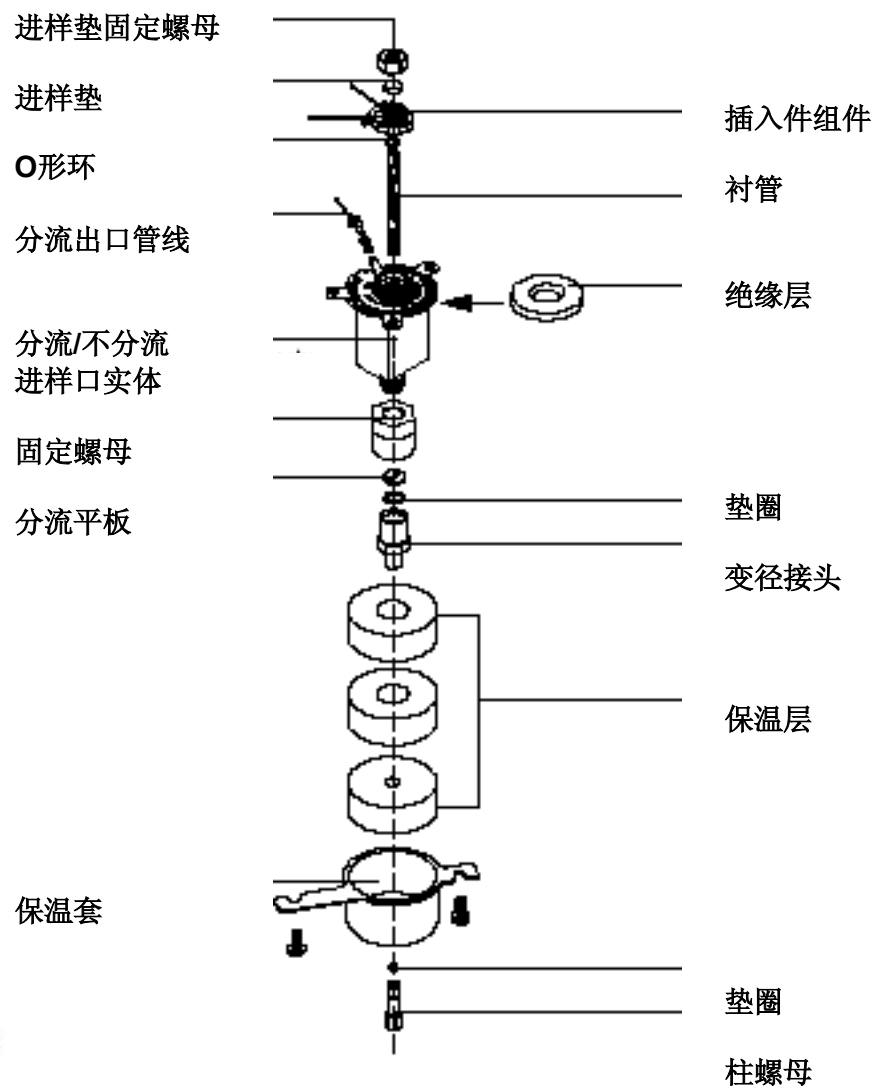


不分流流路示意图

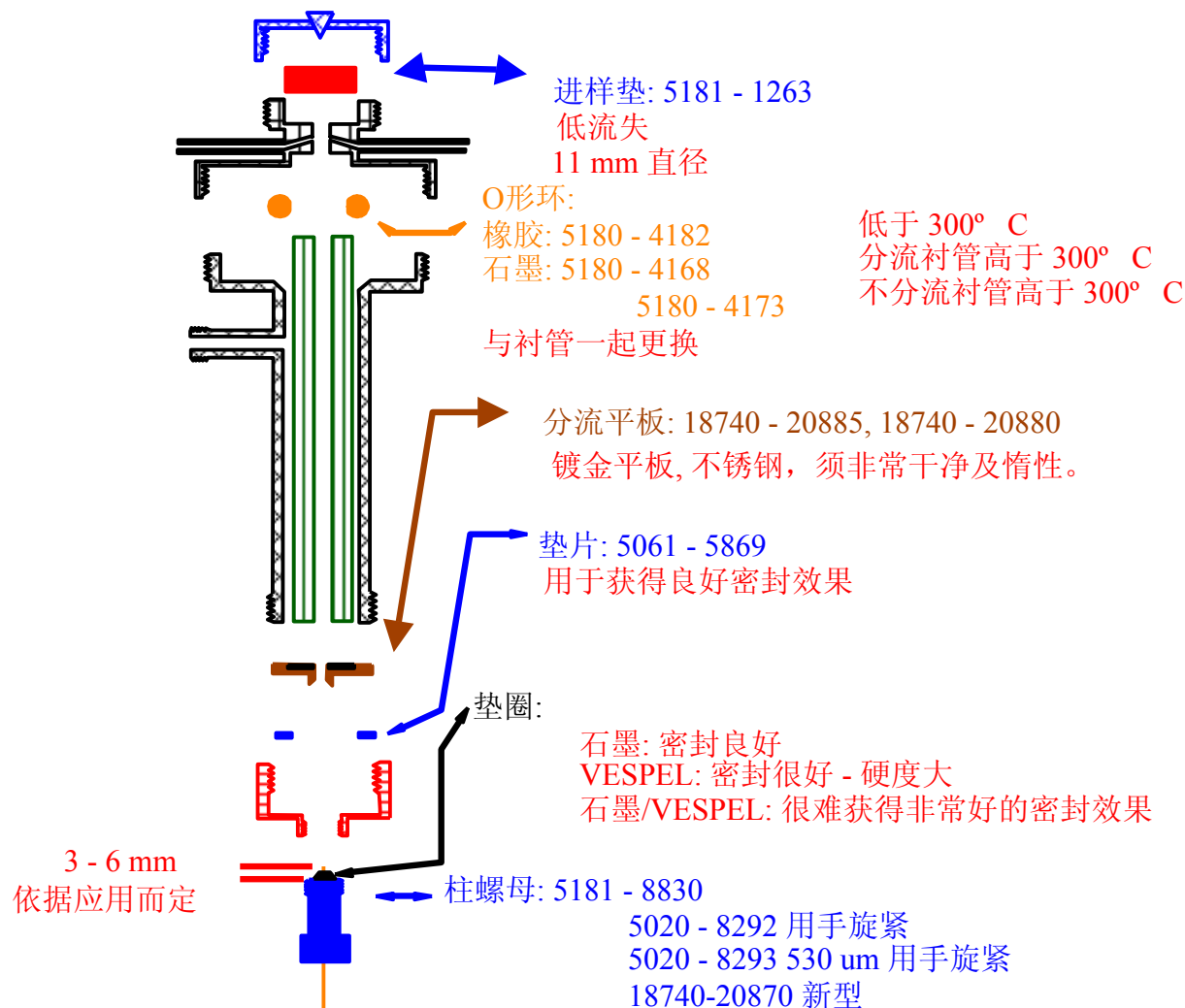
- 进样过程中分流放空阀关闭（没有分流出口流量）
- 在进样后的某指定时间，分流阀打开，将剩下的蒸汽清除出进样口。



分流/不分流毛细管柱进样口分解图



毛细管柱进样口消耗品



最常用的衬管

去活性的衬管

类型	配置	推荐用途	HP Part No.
锥形的，填充的 	4-mm 内径，常用体积 900 ul, 硼硅玻璃（去活性的），硅烷化玻璃毛（去活性的）	分流及不分流方式。 可自填充。	5062-3587
锥形的，未填充的 	4-mm 内径，常用体积 900 ul, 硼硅玻璃（去活性的）	分流及不分流方式。 可自填充。	5181-3316
玻璃毛 10 g.			5181-8818

未处理的衬管

分流/不分流 	4-mm 内径，常用体积 900 ul, 硼硅玻璃（去活性的），硅烷化玻璃毛	分流及不分流方式。特别推荐用于HP7673自动进样器的快速进样。	19251-60540
---	---	----------------------------------	-------------



毛细管柱进样口衬管维护

常规目的，未去活性的衬管

清洗步骤：

1. 移去玻璃毛
2. 在溶剂或酸液中超声处理
3. 清洗并干燥
4. 更换去活性的玻璃毛
5. 去活性 - 硅烷化 *
6. 干燥

* 可从柱供应商处获取硅烷化试剂

工厂去活性衬管

清洗步骤：

1. 移去玻璃毛
2. 在溶剂中超声处理
3. 干燥
4. 精心处理避免划伤衬管的内表面。

 此部件须非常清洁



分流平板的维护

- 在溶剂中超声处理

烘干

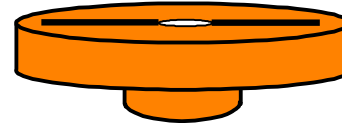
- 用非氯化剂去活化

- HMDS
- BSTFA
- BSA
- TSIM

用溶剂清洗

- 先惰性洗涤 - 甲苯
- 再用醇类清洗- 甲醇

烘干



此部件须非常清洁



进样口常见问题

- 非代表性样品
- 温度不正确
- 堵塞
- 污染
- 泄漏

检测泄漏

- 试漏液
- 电子检漏器
- 压力测试
- 色谱图变化
比较保留时间和峰面积上的变化。



进样口日常维护

- 定期更换进样垫
- 使用最低可用温度
- 使用气流吹扫
- 使用干净的衬管
- 用溶剂清洗分流平板
- 使用干净的进样针



其它进样口

程序升温汽化进样口

- 使用PTV进样口大体积进样 (LVI)，用于较晚流出组分或不净样品的痕量分析
- 在冷的进样口进行大体积进样，然后进样口采用温度阶程进样升温。
- 进样口使用“无垫顶盖”

挥发进样口

- 从一个外加设备如顶空，吹扫捕集或毒性气体进样器引入气体样品。

