

Application News

No. G297

气相色谱仪

MICROPACKED-ST柱的分离对比

与TCD和FID等通用检测器相比,介质阻挡放电离子化检测器(BID)能够以高灵敏度检测除氮气和氦气以外的大多数化合物。在同时分析无机气体和低碳氢化合物时,还可以使用检测器BID和色谱柱MICROPACKED-ST进行高灵敏度的同步分析。目前介绍了使用MICROPACKED-ST的分析实例,最近新发售了1.0m、3.0m色谱柱,应用范围扩大。

本应用新闻将针对使用1.0m、2.0m、3.0m不同长度的MICROPACKED-ST,进行分离的实例展开介绍。

S. Uchiyama

色谱柱信息和分析条件

MICROPACKED-ST在内径1.0mm的SUS管填充SHINCARBON ST填料。因此,通过输入相似阻力的毛细管柱信息,可以控制载气。表1为通用分析条件,表2、3、4为1.0m、2.0m、3.0m的MICROPACKED-ST分析条件。BID对载气流量变化敏感,但Nexis GC-2030可以使用流量控制功能,无需编写压力程序即可实现恒流量控制。

表1 通用分析条件

模型	:Nexis GC-2030
检测器	:BID-2030
进样方式	: Split 1:4
注射温度	:150 °C
载气	:7 mL/min
吹扫	: 3 mL/min
检测器温度	: 280 °C
排气	: 50 mL/min (He)
进样量	: 1.0 mL (使用 MGS-2030 时) 50 μ L (使用气密注射器时)

表2 1.0m MICROPACKED-ST 分析条件

色谱柱	: MICROPACKED-ST 1.0 m \times 1.0 mm I.D. (经流量计算,输入 125 m \times 0.50 mm I.D.,df = 15 μ m)
载气*	: He, 152.8 kPa (2.0 min) – 21.7 kPa/min – 242.2 kPa (0 min) – 13.5 kPa/min – 269.3.6 kPa (2.87 min) (压力模式)
柱温	: 35 °C (2.0 min) - 40 °C/min - 200 °C (0 min) - 25 °C/min - 250 °C (2.87 min)

表3 2.0 m MICROPACKED-ST 分析条件

色谱柱	: MICROPACKED-ST 2.0 m \times 1.0 mm I.D. (经流量计算,输入 250 m \times 0.50 mm I.D.,df = 10 μ m)
载气*	: He, 226.8 kPa (2.5 min) – 15.2 kPa/min – 390.1 kPa (5.95 min) – 11.2 kPa/min – 405.1 kPa (5.42 min) (压力模式)
柱温	: 35 °C (2.5 min) - 20 °C/min - 250 °C (0 min) - 15 °C/min - 270 °C (5.42 min)

表4 3.0 m MICROPACKED-ST 分析条件

色谱柱	: MICROPACKED-ST 3.0 m \times 1.0 mm I.D. (经流量计算,输入 250 m \times 0.50 mm I.D.,df = 30 μ m)
载气*	: He, 282.0 kPa (4.5 min) – 9.1 kPa/min – 450 kPa(9.98 min) (压力模式)
柱温	: 35 °C (4.5 min) - 10 °C/min - 270 °C (10 min)

* GC-2010 Plus 通过压力程序控制近似于恒流量

氧气和氮气的分离确认

图1为使用气密注射器注入50 μ L室内大气并进行分析时的色谱图。1.0m和2.0m色谱柱中,氧气和氮气分离度低于1.5,分离不彻底。而在3.0m色谱柱中,氧气和氮气的分离度大于1.5,分离彻底。

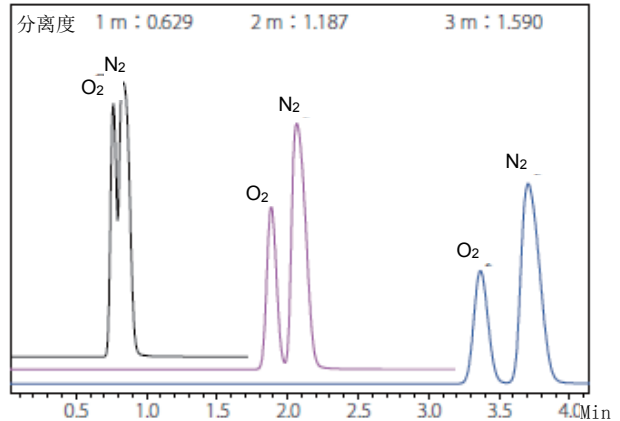


图1 氧气和氮气的分离对比

低浓度和高浓度无机气体、低碳氢化合物标准气体的分析

图2所示为采用手动气体采样器MGS-2030 (P/N: 221-78990-41)和SPLITTERINJ (P/N: 221-78280-41),分析低浓度和高浓度无机气体、低碳氢化合物标准气体1.0mL时的色谱图。1.0m色谱柱的分析时间约为2.0m色谱柱的一半,可以缩短分析时间。而且,与2.0m色谱柱相比,1.0m色谱柱的基线升高幅度较小,所以可以抑制升温时的噪音,能够高灵敏度地分析丙烷和丙烯。另外,MICROPACKED-ST使用的填料容易吸附丙烯,所以3.0m色谱柱无法检测到5ppm。

图3所示为使用气密注射器注入50 μ L高浓度无机气体、低碳氢化合物标准气体并进行分析时的色谱图。高浓度样品可在减少注射量后进行分析。

下述内容为各个色谱柱的选择标准。

- 1.0 m : 不需要分离氧气和氮气时 高速分析、微量丙烯的定量等
- 2.0 m : 无机气体和低碳氢化合物的常规分析
- 3.0 m : 需要分离氧气和氮气时 测定浓度成分中的杂质时

通过选择符合目的的色谱柱长度,可以优化无机气体/低碳氢化合物的分析。