

使用优势

- ◆ 在不稀释标准气体的情况下，可简单制作低浓度区域的氧气和氮气多点标准曲线。
- ◆ 使用空气作为替代性标准气体，降低分析成本。
- ◆ 使用自动进样器，还能提高测量中的进样准确度。

简介

大气中的氧气 (O₂) 和氮气 (N₂) 浓度很高，在对它们进行分析时，必须尽量避免空气污染造成的影响。在为低浓度区域制作标准曲线时，特别需要准备标准气体钢瓶，并防止大气中的空气在进样过程中造成污染。虽然一般情况下都会使用气体采样器，但标准气体的消耗量很大，因为在测量前必须用标准气体对进样管路进行充分的吹扫。此外，使用多点标准曲线也是可取的，但使用不同浓度的气体来制备多个标准气体钢瓶的成本很高。虽然分析员可以稀释标准气体，但在制备稀释的气体时很难防止气体泄漏。

空气中约含 21% 的 O₂ 和 78% 的 N₂，并且这些浓度会相对保持稳定。如果使用空气作为简单的标准气体，O₂ 和 N₂ 的定量分析成本则会降低。本应用报告主要介绍一项对使用空气作为替代性标准气体在不同的空气进样速率且不稀释标准气体的情况下制作低浓度区域 O₂ 和 N₂ 多点标准曲线的简单方法的研究结果。

分析条件

表 1 所示为分析条件。本研究中使用 0.5 μL 的微量注射器 (P/N: 227-35002-01) 和 10 μL Xtra Life 微量注射器 (P/N: 227-35400-01) 作为自动进样注射器。

表 1 GC 分析条件

型号	: Nexis GC-2030 / AOC-30i
进样温度	: 250 °C
进样模式	: 分流
分流比	: 1 : 25
载气	: He
载气控制	: 线速度 50 cm/s
吹扫气体	: 20 mL/min
色谱柱	: SH-Rt™-Msieve 5A (30 m × 0.32 mm I.D., 20 μm) 配备 2.5 m 的微粒捕集器
柱温	: 35 °C
检测器	: BID-2030
检测器温度	: 300 °C
检测器气体	: 50 mL/min
进样器设置	: 抽吸次数: 0 溶剂预冲洗次数: 2 样品冲洗次数: 0 溶剂水分

检查注射器气密性

为调查注射器进样的气密性，将自动进样器活塞上的固定滚花螺钉旋松并将活塞夹具拆除（如图 1 所示），通过移除 / 插入注射器来检测空气泄漏情况。图 2 所示为使用 7 个注射器调查注射器间的个体差异的空气泄漏检测结果。虽然大多数注射器都未确认有空白，但观察到一个注射器存在轻微的空气泄漏。图 3 所示为注射器进样期间观察到轻微的空气泄漏情况的注射器结果，以及与有意进样 0.05 μL 空气时所显示结果的色谱图比较。这些结果表明空气泄漏量非常少。

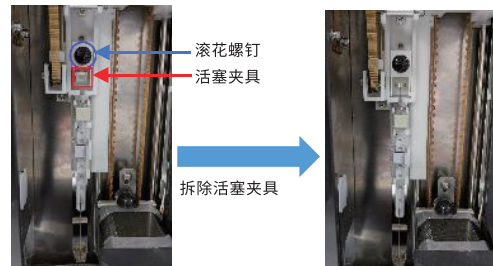


图 1 滚花螺钉和活塞夹具的位置

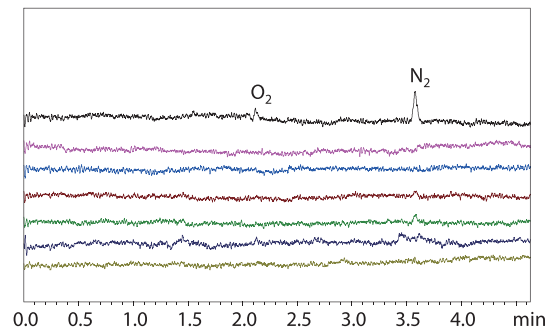


图 2 使用 7 个注射器进样时的气密性检测

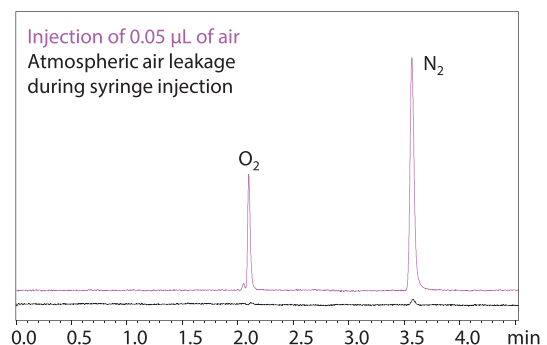


图 3 在 7 个注射器的进样检测中观察到空气泄漏时的色谱图与进 0.05 μL 空气时的色谱图的比较

■ 隔垫吹扫流速研究

虽然在进样过程中很难将空气浓度降至零，但可提高隔垫吹扫流速来降低空气泄漏量。图 4 所示为不同吹扫流速下的空气泄漏检测结果。O₂ 和 N₂ 会在正常吹扫流速为 3 mL/min 时达到峰值，但是提高隔垫吹扫流速会降低这些峰值。

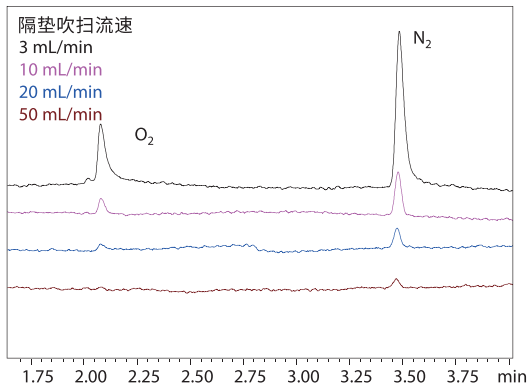


图 4 隔垫吹扫流速与进样时的空气泄漏量之间的关系

■ 自动进样器条件研究

还有一种可能是，液体注射器所使用的微量注射器的气密性可通过水洗来提高，而且这种注射器可用作简单的气密注射器。因此，要在使用装水的自动进样器清洗瓶和空瓶进样之前进行清洗。样品瓶中放置空进样瓶，并通过改变空气进样量确认了线性。图 5 对有无水洗时 RF（响应因子；每单位量的面积）的变化进行比较。其中，使用水冲洗注射器后进样 0.5 μL 空气时 O₂ 的 RF 被定义为 1。用水冲洗注射器后，进样 0.05 μL 或更多空气时的 RF 无显著变化，但在未用水冲洗注射器时，RF 也并不恒定。因此，可以认为在进样前用水冲洗会在活塞外侧形成水层，从而阻止气体（在本研究中为空气）通过，这样就可以进样准确的空气量。即使注射器尖头上的水被引入进样口，这也不会对标准曲线产生影响，因为水中所含的空气量可以忽略不计。

使用空气作为替代性标准气体制作 O₂ 和 N₂ 的标准曲线时，如果在进样前使用水进行了冲洗，0.05 μL 及更多的进样量结果最为满意。

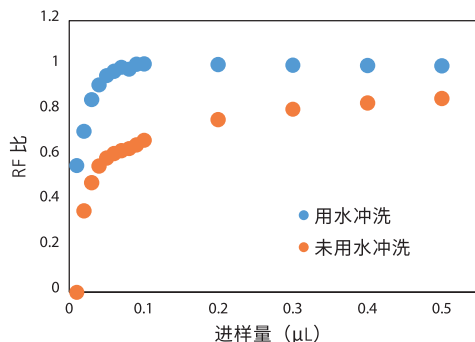


图 5 进样量与 O₂ RF 之间的关系

■ 标准曲线制作

使用注射器制作各种进样量的标准曲线①：0.5 μL 微量注射器②和：10 μL Xtra Life 微量注射器。图 6 为 O₂ 和 N₂ 的标准曲线结果。使用两种注射器制作的标准曲线均具有良好的线性。表 2 所示为使用注射器①和②时进样量从 0.1 到 0.5 μL 时的面积值和面积比。虽然注射器②因为其体积较小，而导致面积值较小，但与 0.5 μL 时的结果进行比较时，获得的值几乎相同。基于此可以认为能够在 0.05 μL 到 8 μL 的范围内制作出准确的标准曲线。

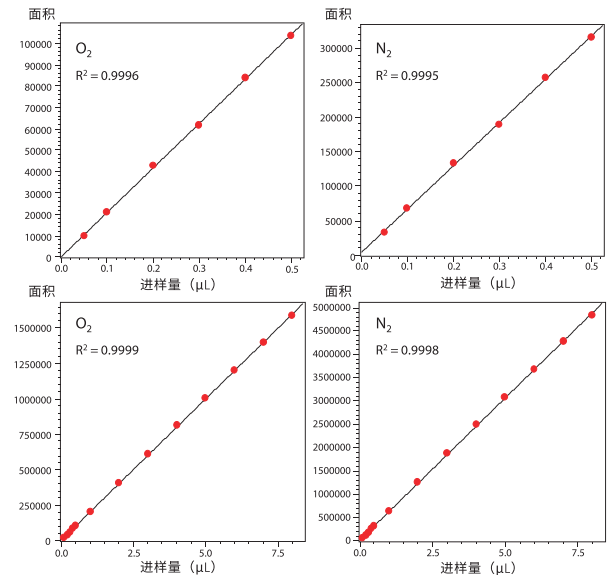


表 2 不同规格注射器等体积进样量峰面积比较

进样量 (μL)		0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
O ₂	注射器①	20791	42709	64830	85844	107281
	注射器②	19329	40101	61558	83675	103579
	① / ②	1.076	1.065	1.053	1.026	1.036
N ₂	注射器①	67242	133069	198763	264945	329871
	注射器②	59641	126356	189493	256188	315789
	① / ②	1.127	1.053	1.049	1.034	1.045

■ 结论

使用空气作为替代性标准样品并在不同的进样量下制作了 O₂ 和 N₂ 的标准曲线。在 0.05 μL 至 8 μL 的范围内观察到良好的线性。在进样前使用水冲洗注射器，以在活塞外侧形成水层，这样进样量较小时也可以获得令人满意的线性。

因此认为这种标准曲线制作技术可用于气体的分析和溶于液体样品之气体的分析。

Nexis 是岛津制作所或其附属公司在日本和 / 或其他国家 / 地区的商标。

Rt 是 Restek Corporation 在美国和 / 或其他国家的商标或注册商标。

岛津应用云



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2021 年 7 月