

气相色谱使用注意事项

进样应注意问题

手不要拿注射器的针头和有样品部位、不要有气泡（吸样时要慢、快速排出再慢吸，反复几次，10ul 注射器 金属针头部分体积 0.6ul，有气泡也看不到，多吸 1-2ul 把注射器针尖朝上气泡上走到顶部再推动针杆排除气泡，（指 10ul 注射器，带芯子注射器平感觉）进样速度要快（但不易特快），每次进样保持相同速度，针尖到汽化室中部开始注射样品。

色谱柱

1. 安装拆卸色谱柱必须在常温下。
2. 填充柱有卡套密封和垫片密封，卡套分三种，金属卡套，塑料卡套，石墨卡套，安装时不易拧的太紧。垫片式密封每次按装色谱柱都要换新的垫片（岛津色谱是垫片密封）。
3. 色谱柱两头是否用玻璃棉塞好。防止玻璃棉和填料被载气吹到检测器中。
4. 毛细管色谱柱安装插入的长度要根据仪器的说明书而定，不同的色谱汽化室结构不同，所以插进的长度也不同。需要说明的如果你用毛细管色谱柱采用不分流，汽化室采用填充柱接口这时与汽化室连接毛细管柱不能探进太多，略超出卡套即可。

氢气和空气的比例对 FID 检测器的影响

氢气和空气的比例应 1: 10，当氢气比例过大时 FID 检测器的灵敏度急剧下降，在使用色谱时别的条件不变的情况下，灵敏度下降要检查一下氢气和空气流速。氢气和空气有一种气体不足点火时发出“砰”的一声，随后就灭火，一般当你点火电着就灭，再点还着随后又灭是氢气量不足。

使用 TCD 检测器

1. 氢气做载气时尾气一定要排到室外。
2. 氮气做载气桥流不能设大，比用氢气时要小的多。
3. 没通载气不能给桥流，桥流要在仪器温度稳定后开始做样前在给。

如何判断 FID 检测器是否点着火

不同的仪器判断方法不同，有基流显示的看基流大小，没有基流显示的用带抛光面的扳手凑近检测器出口，观察其表面有无水汽凝结。

如何判断进样口密封垫是否该换

进样时感觉特别容易，用 TCD 检测器不进样时记录仪上有规则小峰出现，说明密封垫漏气该更换。更换密封垫不要拧的太紧，一般更换时都是在常温，温度升高后会更紧，密封垫拧的太紧会造成进样困难，常常会把注射器针头弄弯。

如何选择合适的密封垫

密封垫分一般密封垫和耐高温密封垫，汽化室温度超过 300℃ 时用耐高温密封垫，耐高温密封垫的一面有一层膜，使用时带膜的面朝下。

怎样防止进样针不弯

很多做色谱分析工作的新手常常会把注射器的针头和注射器杆弄弯，原因是：

1. 进样口拧的太紧，室温下拧的太紧当汽化室温度升高时硅胶密封垫膨胀后会更紧，这时注射器很难扎进去。
2. 位置找不好针扎在进样口金属部位。

3.注射器杆弯是进样时用力太猛，进口色谱带一个进样器架，用进样器架进样就不会把注射器杆弄弯。

4.因为注射器内壁有污染，注射时将针杆推弯。注射器用一段时间就会发现针管内靠近顶部有一小段黑的东西，这时吸样注射感到吃力。清洗方法将针杆拔出，注入一点水，将针杆插到有污染的位置反复推拉，一次不行再注入水直到将污染物弄掉，这时你会看到注射器内的水变的浑浊，将针杆拔出用滤纸擦一下，再用酒精洗几次。分析的样品为溶剂溶解的固体样品时，进完样要及时用溶剂洗注射器。

5.进样时一定要稳重，急于求快会把注射器弄弯的，只要你进样熟练了自然就快了。

提高分离度的几种方法

1. 增加柱长可以增加分离度.
2. 减少进样量（固体样品加大溶剂量）.
3. 提高进样技术防止造成两次进样.
4. 降低载气流速.
5. 降低色谱柱温度.
6. 提高汽化室温度.
7. 减少系统的死体积，主要是色谱柱连接要插到位，不分流进样要选择不分流结构汽化室。
8. 毛细管色谱柱要分流，选择合适的分流比.

综上所述要根据具体情况在实验中摸索，比如降低载气流速、降低色谱柱温度又会使色谱峰变宽，因此要看色谱峰型来改变条件。最终目的是达到分离好，出峰时间快。