

六通阀气体进样技术与技巧

常压气体样品采用医用注射器（1毫升~5毫升）通过注射隔垫注射进样，简单、灵活，但缺点是有样品反冲和渗漏，定量误差大，重复性一般在2.5%以上。这是因为柱前压高于环境大气压力，样品气会沿注射管内壁渗漏造成的。这时虽然可以通过在管内壁上涂一层高温真空硅脂提高气密性来弥补，但又会出现硅脂对有机物的吸附作用，定量误差仍然很大，若用六通阀定体积进样，不但操作方便、迅速，切结果也较准确，只要操作合理又掌握一定的技巧，重现性可优于0.5%。即使环境温度、压力变化或不同，校正起来也很容易方便。另外，六通阀还可以直接用于高压气体进样。

1. 依据分析要求选用不同的六通阀的工作原理、结构和阀材料；
2. 不同阀的气密性性能差异很大（0.1~0.6Mpa），依据分析要求保证不漏气；
3. 定量管体积：原则上讲，由气体进样体积引起的峰的展宽与柱的扩散效应引起的峰的展宽相比小得多。实际工作中，用以下方法可以估算出你使用的分析系统，最大允许的定量管的体积，即从最小定量管进样，不断增大定量管体积，直到获得最大峰高。用最大峰高的半峰宽时间乘以载气流速即为最佳定量管体积。若继续加大定量管体积，会发现色谱峰只增宽而不增高，显然再加大定量管体积进样会影响分离。气体分析在一般色谱试验条件下，定量管体积通常在1~5毫升左右，在灵敏度满足要求的情况下尽量小。
4. 目前为了不影响液体注射进样，常把六通阀串接在汽化室的入口处，显然这种接法增加了一定的死空间，分析要求较高时，最好跨过汽化室直接接进入色谱柱或把六通阀载气出口直接通过注射垫插入柱头（堵死汽化室进气口）；
5. 在环境温度较下，样品组分有可能冷凝或气体样品中含有微量液体时，应考虑六通阀（含导入仪器的管线）温度影响，解决办法是把阀放入色谱柱箱或阀单独控温加热；
6. 防止含有灰尘、机械颗粒或高沸点杂质的样品直接进样，否则未予处理样品进入阀内，会影响气密性或正常工作；
7. 取样方式：为防止可能造成的环境中的气体成分对样品的污染或干扰，最好通过大注射器针头象液体进样一样打入定量管，不易用各种胶管或塑料管接入，有可能：a. 管材本身不纯净；b. 各种胶管或塑料管材原则都会有渗透作用，在做痕量分析尤其不利；
8. 取样工具：目前常用的是金属镀膜取气袋、大注射器或专用取气钢瓶。除非要求极低，目前已很少采用球胆、塑料袋取气。特别注意常时间存放时，芳香烃在取样袋中的损失； CB_2H_2 在减压阀中的变化。
9. 定量管内样品的气压：由于气体的含量和气压直接有关，为保证每次进样的重复性，取样后要使定量管的压力与大气压平衡，依据经验一般在取样后应平衡20~30秒；
10. 冲洗定量管样品体积：由于被分析的气体样品浓度不同，为防止进较高浓度样品后又进较低的浓度时，定量管中原有高浓度气体残留的干扰，取样时要求需用新样品气对定量管进行冲洗，冲洗气量依据经验不小于定量体积的5倍。实际影响也可以通过实验峰的重现性来判断与选择；
11. 进样旋转速度
旋转要快，中间不得停留。因为根据阀的工作原理，在旋转进样的瞬间，载气会断流，此时原柱前压会突然下降，当旋转进样到位后，柱前压又会猛然增高恢复到原来值，当旋转速度过慢或中间停留，柱前压突然增加后会损坏柱头性能，另外也会在高灵敏度分析时，出现超常的进样峰，严重者会影响分离重复性和无法定量等；
12. 进样后停留时间：要视分析情况，如：进样后基线的波动性或定性定量的重复性来决定。依据一般经验是在进样数秒后（此时第一个色谱峰还未出现之前），把阀旋回到取样位置比较好。这时易消除阀气密性欠佳和定量管体积过大对基线或出峰造成地影响；

13. 如发现阀的气密性差或被污染，有经验的操作者可以对六通阀进行拆洗，但应注意阀体和阀瓣的密封面只准用柔软的棉织品擦洗，溶剂应用易挥发的己烷、丙酮、三氯甲烷等，清洗后用干燥空气吹干。但应特别注意，用于 ECD 的气体六通阀进样系统应避免使用含卤族的碳氢化合物（如：三氯甲烷）做清洗剂，否则这些干扰溶剂将长时间以痕量水平存在而出现怪峰。