

静态顶空气相色谱仪进样模式解析

静态顶空气相色谱仪是将液相或固相样品置于一个恒温密闭的顶空样品瓶中，使其中的挥发性成分逸出，在达到气液或气固平衡后，定量采集蒸气相进行气相色谱分析，主要用于在 200℃以下可挥发样品和比较难前处理样品的分析。

静态顶空气相色谱仪进样模式有顶空气体直接进样、平衡加压采样进样和加压定容采样进样等。

一、顶空气体直接进样：

由气体进样针取样。一般在气体取样针的外部套有温度控制装置。

具有适用性广和易清洗的特点。

适合香精香料和烟草等挥发性含量较大的样品的分析。

加热条件下顶空气的压力太大时，会在注射器拔出顶空瓶的瞬间造成挥发性成分的损失，因此在定量分析上存在一定的不足。为了减少挥发性物质在注射器中的冷凝，应该将注射器加热到合适的温度，并且在每次进样前用气体清洗进样器，尽可能地消除系统的记忆效应。

二、平衡加压采样进样：

由压力控制阀和气体进样针组成，待样品中的挥发性物质达到分配平衡时对顶空瓶内施加一定的气压将顶空气体直接压入到载气流中。

平衡加压采样进样的系统死体积小。

这种进样模式靠时间程序来控制分析过程，很难计算出具体进样量，进样误差较大。为了减少挥发性物质在管壁和注射器中的冷凝，应该将管壁和注射器加热到适当的温度，并且在每次进样前用气体清洗进样针。

三、加压定容采样进样：

由气体定量环、压力控制阀和气体传输管路组成，靠对顶空瓶内施加一定的气压将顶空气压入到六通阀的定量环中，然后用载气将定量环中的顶空成分进到色谱柱中。

具有很好的重现性，适合定量分析。

由于系统管路较长挥发性物质易在管壁上吸附，因此一般将管路和注射器加热到较高的温度。

静态顶空气相色谱仪主要缺点：

有时必须进行大体积的气体进样，样品的蒸气体积过大，挥发性物质的色谱峰的初始展宽较大，会影响分离效能。特别对于组成复杂的样品，限制了高效毛细管色谱仪的使用，蒸气中大量水分也往往有损于色谱柱。

如果样品中待分析组分的含量不是很低，较少的气体进样量可以满足分析需要，水分又不是很高时，静态顶空气相色谱仪仍是一种非常简便而有效的分析工具。