

静态顶空气相色谱仪缩短平衡时间的方法

静态顶空气相色谱仪的平衡时间往往比分析时间长，分析周期往往是由平衡时间决定的，缩短平衡时间是提高静态顶空气相色谱仪分析速度的关键。平衡时间本质上取决于被测组分分子从样品基质到气相的扩散速度。扩散速度越快，分子扩散系数越大，所需平衡时间越短。

一、平衡时间的确定：

由于样品性质千差万别，所以平衡时间很难预测，一般通过实验来测定。

在 5~10 个样品瓶中装上同一样品，每个样品瓶采用不同的平衡时间，然后进行气相色谱分析，用待测物的峰面积对平衡时间作图，可确定所需平衡时间。

二、缩短平衡时间的方法：

1、提高温度：

扩散系数与分子尺寸、介质粘度和温度有关。温度越高，粘度越低，扩散系数越大，提高温度可以缩短平衡时间。

2、减少样品体积：

气体样品或可全部转化为气体的液体样品所需平衡时间要短一些。液体样品的平衡时间除了与样品性质和温度有关，还取决于样品体积。样品体积越大，所需平衡时间越长。而样品体积又与分析灵敏度要求有关。对于分配系数小的组分，加大样品体积可大大提高分析灵敏度，但所需平衡时间相应增加。对于分配系数大的组分，加大样品体积对提高分析灵敏度甚微，可用小的样品体积来达到缩短平衡时间的目的。

3、采用重叠平衡：

自动顶空进样器具有此项功能，可预设置时间程序进行自动分析。

4、搅拌：

实验证明，对于分配系数小、在凝聚相中溶解度小的样品，搅拌可使平衡时间缩短一半以上。但对于分配系数大的样品，影响相对小得多。

固体样品所需平衡时间长，除了提高温度可以缩短平衡时间外，减小固体颗粒尺寸和增大比表面都可以有效地缩短平衡时间。此外，将固体样品溶解在适当的溶剂中或用溶剂浸润固体样品，也可以缩短平衡时间。

来源：<http://www.fudizao.com>