

气相色谱法的手动进样

手动进样系统微量注射器：使用微量注射器抽取一定量的气体或液体样品注入气相色谱仪进行分析的手动进样。广泛适用于热稳定的气体和沸点一般在 500°C 以下的液体样品的分析。用于气相色谱的微量注射器种类繁多，可根据样品性质选用不同的注射器。

微量注射器的一般规格有： $0.5\mu\text{L}$ 、 $1\mu\text{L}$ 、 $5\mu\text{L}$ 、 $10\mu\text{L}$ 、 $25\mu\text{L}$ 、 $50\mu\text{L}$ 、 $100\mu\text{L}$ 、 $500\mu\text{L}$ 、 $1000\mu\text{L}$ 等。



如何正确使用微量注射器？

使用注射器进样可以快速选择进样体积并重复的调整（常规 $\pm 5\%$ 的误差，熟练者 $\pm 1\%$ 的误差），当使用微量注射器时可遵循如下建议。

- 1、运作协调，这样可尽可能快而正准确地注射样品，在压入针杆后注射器在进样口应停留 2s；
- 2、尽可能靠边缘（表面或无刻度区）握住注射器，这可防止用手指握针筒时的热传递，注射器架可阻止从手指传热，且更容易穿刺隔垫；
- 3、用手指接触针杆顶部的纽状物，而不是针杆。这可减小损坏和污染的可能性；

4、为获得最大的准确度，进样量要小于注射器的最大容量，当被注射的样品包含沸点较宽的组分时，可能发生分馏，除非注射器有溶剂塞（用空气泡割开），随样品进入注射口；

5、在取样入注射器前，通过抽动针杆用样品湿润注射器内表面（针桶或针塞），以确保准确的取样量；

6、从样品瓶中抽取超过所需进样量的样品，从瓶中抽出注射器，移动针塞至所需刻度线，弃去多余的样品，不可在注射器头附着液滴；

7、注射前，用无绵纤维擦干净注射针，动作快速，小心不要将注射器中样品吸出，也不要将体热从手指传至针管；

8、目测检查注射器内气泡或样品中的异物；

9、当用拆卸针管注射器时，要格外小心，因为针管有死体积，用气密的注射器充满了惰性气体对样品瓶加压，需要时重复此操作，以便在瓶中建立压力；

10、当使用黏性样品时，使用粗孔针头；

11、不要使用钝的或损坏的针头，也不要将隔垫螺母拧的太紧，否则隔垫寿命将会缩短，由于高温也可以缩短隔垫的寿命，故推荐使用有散热片的螺母来保持低温，所有隔垫最终会开始泄露，每天换一个隔垫是防止泄露的好措施，分析任务多时要更经常地更换，一些隔垫可以持续 150 次注射，但在这之前最好定期更换。

使用微量注射器手动进样应注意哪些细节？

手动进样，尽量避免人为误差。很多操作会引起保留时间、峰高和峰面积的变化，重复性很差，精密度和准确度也达不到要求，走出来的图谱也会出现拖尾等现象。如何提高进样技术，减小误差，保证重复性，建议从以下这些细节处注意：

1、待测液应装在密封进样瓶中（有些需要避光保存），以免溶剂挥发导致两次进样间溶液浓度变化；

2、进样前，要用溶剂洗进样针三次左右，保证没有上次进样残留；

3、用待测液洗涤进样针三次左右，保证进样浓度和待测液浓度一致；

4、注意赶走进样针中的气泡，以免实际进样量和标示值有偏差；

5、进样手法要一致，速度要快；

6、橡皮圈要勤检查，以免老化；

7、进针时要对准进样器的孔中心，避免在进针过程中碰到进样器的导管；

8、进针快、进样快、拔针快；

9、每次进样过程稳定相同；

10、每次进样针插入进样器的高度相同，进样针的取样量相同，操作时间也相同。

如何维护和修理微量注射器？

注射器是精密仪器，应该仔细使用。用前和用后要仔细清洗注射器。清洗针管的小孔，玻璃针筒，精心地装配针杆都不是简单的事情，但对延长注射器的寿命是必要的，而且，如果注射器在使用后立即清洗，将会更有效和更容易，当针管堵塞或针筒污染时，注射器决不能再用。

简单的清洗步骤包括通过注射器抽入表面活性清洗剂溶液，通过针管，然后用蒸馏水，最后用有机溶剂，如丙酮或其他酮清洗注射器和针塞，决不能用手指接触针塞表面，手指的指纹，汗渍或手指的污物都可导致针塞在玻璃筒中黏死而拉不动。

另一个值得推荐的清洗方法是：

1) 在室温下将洗液抽入注射器清洗；

2) 用蒸馏水清洗；

3) 用无油压缩空气吹干注射器；

4) 用无棉纤维仔细擦针塞，对更顽固的污染物，拆卸注射器，在清洗溶液中浸泡部件，

小的超声波清洗浴可加速清洗过程。