



使用 Agilent 7696A 样品制备工作台上从 2 mL 样品瓶中蒸发溶剂：不刺穿隔垫，用进样器针穿刺隔垫，带孔隔垫

应用报告

作者

W. Dale Snyder
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808
USA

前言

在使用气相色谱进行样品分析的过程中，每次进样前，样品瓶隔垫可被刺穿很多次，并常常需要进行多次进样。隔垫一经刺穿就会发生溶剂挥发。但即使进样多次，一般也不会造成 GC 分析的重复性问题，除非进样间隔在 1 小时以上。使用 Agilent 7696A 样品制备工作台，隔垫刺穿的次数可大大增加，而且最后一个样品分析之前的间隔时间可以比一般 GC 长很多。

使用 Agilent 7696A 样品制备工作台带来的另外一个问题发生在从 2 mL 样品瓶抽取大部分容积的时候。例如，要从一个样品瓶转移 0.5 mL 溶剂或样品到另外一个瓶中，就会使原样品瓶产生部分真空。这样会导致重复性的降低，因为瓶与瓶之间的真空度不同和实际液体转移量也不同。消除这一问题的办法是预先在隔垫的偏心位置处开一个小孔，这样在抽取样品时就不会造成真空并且进样针从样品瓶抽取样品时仍会被隔垫擦拭。

在常温下对三种不同的隔垫测试己烷 (bp=70 °C) 和异辛烷 (bp=100 °C) 的蒸发速度。三种隔垫分别是：一个新的未经穿刺的隔垫，一个预先穿刺过大约 9 次的隔垫，一个有偏心孔不会造成真空的隔垫。从新的未经穿刺的隔垫螺纹口盖样品瓶中溶剂的蒸发可以忽略。预先穿刺过的隔垫蒸发会多一些，事先穿过孔的隔垫其蒸发量会更大一些。



Agilent Technologies

实验

硬件

样品瓶: 2 mL 玻璃螺纹口盖 (5182-0714)

隔垫帽: 带 PTFE/红色硅橡胶 (5185-5820)

隔垫类型:

A=新的, 未穿刺的隔垫

B=预先用注射器穿刺大约 9 次的隔垫

C=新的, 带有 0.5mm 偏心孔的隔垫

B 型隔垫事先用 GC 进样器穿刺, C 型隔垫用小型黄铜管 (1/16 英寸外径 × 0.035 英寸内径) 制成的塞子打孔器穿孔。打孔器一头内部锉成锋利的边缘。打成的孔径约为 0.5 mm。

把 15 个空样品瓶加盖并称重。5 个装 A 型隔垫, 5 个装 B 型隔垫, 5 个装 C 型隔垫。每个瓶装入大约 1 mL 溶剂, 再称重, 并放置到 Agilent 7696 样品盘中, 在室温 (23 °C) 下放置 24 h 和 96 h 之后再称重。

表 1. 配备不同类型隔垫样品瓶的蒸发平均速率

溶剂: 己烷, bp = 70 °C

间隔:	隔垫:	A	B	C			
		%损失	%损失/小时	%损失	%损失/小时	%损失	%损失/小时
24 小时		0.00	0.00	7.27	0.30	21.06	0.88
96 小时		0.03	0.00	29.21	0.30	84.55	0.88

溶剂: 异辛烷, bp = 100 °C

间隔:	隔垫:	A	B	C			
		%损失	%损失/小时	%损失	%损失/小时	%损失	%损失/小时
24 小时		0.12	0.01	2.74	0.11	6.84	0.29
96 小时		0.65	0.01	11.38	0.12	28.26	0.29

A 新的, 未穿刺的隔垫

B 预先穿刺大约 9 次的隔垫

C 避免形成真空带偏心孔的隔垫

结果

不同类型隔垫对己烷每小时的损失百分数:

A = 0

B = 0.3

C = 0.9

不同类型隔垫对异辛烷每小时的损失百分数:

A = 0

B = 0.1

C = 0.3

表 1 列出配备不同类型隔垫样品瓶的蒸发平均速率。

结论

此数据说明了由于溶剂的蒸发, 对样品制备产生影响的粗略概念。用户可以根据特定的方法和从样品制备开始到结束的时间决定溶剂蒸发的程度是否能够容忍。当一个方法需要隔垫打孔来避免真空时, 如果可能在方法中应当提早进行样品转移, 即使是使用不同的方法, 在溶剂大量挥发以前也可以把样品瓶重新加盖。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料中出现的错误, 以及由于提供或使用本资料所造成的相关损失不承担责任。

本资料中涉及的信息、说明和性能指标, 如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2010

2010 年 11 月 10 日中国印刷

发行号 5990-6846CHCN



Agilent Technologies