

气相色谱进样针选择指南

关键字

进样针选择

摘要

要从各种各样的进样针中作出正确选择困难不小，但只要加深对进样针的进一步了解，选择过程便可大大简化。

简介

进样针在 GC 系统中起着关键作用，它可从样品瓶中取出样品，然后将样品引入进样口。由于各制造商生产出了不同的进样口，而且自动进样装置种类繁多，所以在选择正确的进样针时发生错误的可能性非常大。

在进样针的选择过程中，根据进样口和自动进样器选定正确的进样针后，仍有许多十分重要的参数（如针直径和针尖类型）需要加以考虑。本指南旨在简化进样针的选择过程，使用户可放心选择与其仪器相匹配的正确针头。

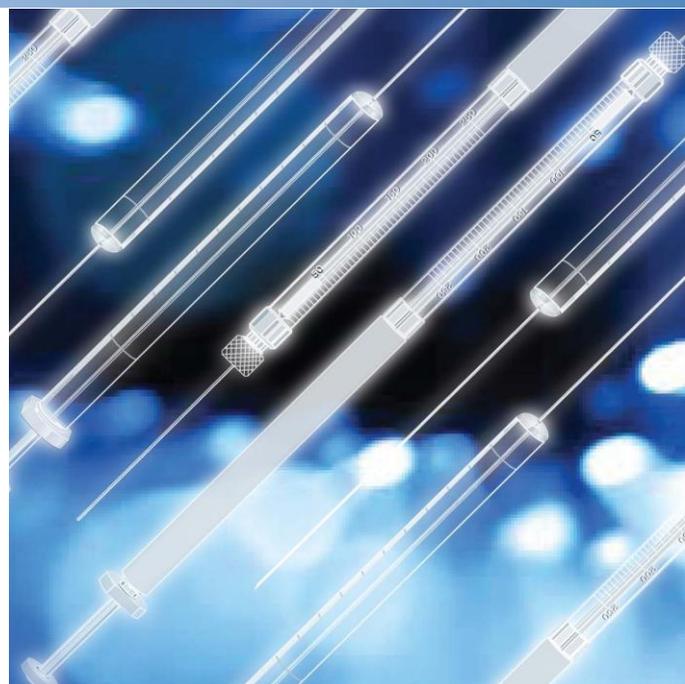
如何选择正确的进样针

表 1 列出了针对特定应用领域选择最适宜进样针所需的详细信息，在后续章节中将对进样针从针尖至推杆部件进行说明。

参数	示例	相关选择
1. GC 类型	Thermo Scientific、Agilent	正确针长
2. 自动进样器类型	Thermo Scientific、Agilent、Gerstal	正确进样推杆附件
3. 样品类型	液体、顶空	针尖类型
4. 样品容量	1 μ L、1000 μ L	进样针总容积

表 1: 选择正确 GC 进样针所需参数

一旦收集到以上所有信息，则可通过以下章节确定最适合的进样针：



针长

各个进样口的设计均不同，需要使用特定长度的进样针。在将样品从衬管以可重现性方式传输至色谱柱中，需要将样品注入进样衬管内的特定深度。因此针对具体应用选择正确的针长至关重要。

关于与进样口和自动进样器相匹配的针长列表，请参见表 2。

		Thermo Scientific TriPlus	Thermo Scientific AS1310 (for TRACE 1300/1310)	Thermo Scientific TriPlus RSH on TRACE GC	Thermo Scientific TriPlus RSH on TRACE 1300 GC	Thermo Scientific AS2000, AS3000	Agilent	CTC (Gerstel MPS)	Perkin Elmer Autosampler	Manual Injection	Shimadzu
针长 (mm)	42						x				x
	50	x	x			x				x	
	51							x		x	
	56							x			
	57			x	x						
	65										
	70								x	x	
	75									x	
	80	x				x					
	85			x							

表 2: 根据自动进样器确定针长。

针尖类型

选择正确的针尖类型可使进样针达到最佳性能。Thermo Scientific 供应具有下列针尖类型的针头：

- 圆锥形（锥形针尖）——适用于自动进样器的最通用针头，可防止穿透样品瓶和进样口隔垫。
- 斜面（细尖）——通常用于手动进样。针尖形状有助于降低穿透隔垫的可能性。

- 侧孔（圆锥型针尖，一侧带孔，用作样品出口）——一般适用于顶空进样和大体积进样
- 平头或 90°（平尖）——用于无进样口隔垫的进样器（如 Merlin Microseal）。

为确定哪款针尖与您的仪器匹配，请参考表 3。

		Merlin Microseal injector	Thermo Scientific TRACE SSL	Thermo Scientific TRACE PTV	Thermo Scientific TRACE 1300/1310 SSL/ PTV	Agilent 6890 SSL	Perkin Elmer	Shimadzu	Manual Injection
针尖类型	22/22s								x
	23	x	x	x	x	x	x	x	
	25								x
	26		x	x		x	x	x	
	23-26					x		x	
针直径	锥形	x	x	x	x	x	x	x	
	斜面		x	x	x	x			x
	侧孔		x	x	x	x			
	平头	x							x

表 3: 根据仪器类型确定针直径和针尖类型。

针直径

针直径是进样针“厚度”的度量。该数字越大，进样针越薄（例如 26 gauge 的进样针较 23 gauge 的进样针窄）。

后缀“s”（如 23s）表示进样针的内径（和容量）小于该直径进样针的标准内径（和容量）。

在直接进样中，由于进样针必须放入毛细管柱（典型内径为 0.53 mm）内部，所以选择正确的针直径至关重要。若选用的进样针较大（如 23 gauge），则色谱柱会破裂，样品便无法被注入色谱柱内。

我们设计的进样口类型多样，可与特定针直径匹配。要了解哪种针直径适合特定进样口的详细列表，请参见表 2。一般选择匹配进样针中针直径最小（即最厚）的，因为针头越厚，进样针就越耐用，可延长进样针寿命。

针头附件

进样针有固定式和可替换式两种针头可用，二者各有千秋。

固定针头进样针

优势

- 价格低于可替换针头进样针的价格。

劣势

- 无法修复，为一次性制品；
- 带附着针头用的粘合剂，可能被溶剂损坏。详情参见维护章节。

可替换针头进样针

优势

- 可更换损坏的针头，延长使用寿命；
- 在进样针的整个生命周期内，降低总成本；
- 通过更换不同类型、长度或直径的针头，使同一款进样针适用于更多应用领域，功能更多样。

劣势

- 价格较高。

进样针容量

进样针的容量多种多样。一般来说，如果所用样品的容量低于进样针最大容量的 10%，便会降低进样精度。针对液体进样，样品容量范围通常在 0.5 – 3 μL 之间，因此最常见的进样针容量范围在 5 -10 μL 之间。针对顶空取样，样品容量范围通常在 1 – 3 mL 之间，因此需要容量较大的进样针。

我们提供容量较大（>500 μL ）的进样针，以实现大体积进样（LVI）、顶孔进样以及在线制样。

推杆设计

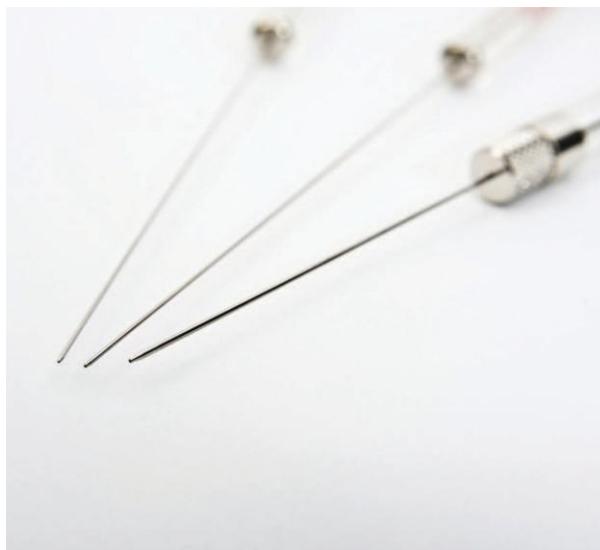
多数推杆材质均为不锈钢，在其端部带有聚四氟乙烯针尖。若无聚四氟乙烯针尖，则该进样针的气密性不佳，仅可用于液体进样（即不适用于顶空进样）。若有，则该进样针适用于气体和液体进样。

由于聚四氟乙烯固有的低摩擦属性，气密式进样针可阻碍推杆冻结（或粘住）。这有助于延长进样针的使用寿命，尤其是分析较脏样品时，其可堵塞进样针。

如果产品文件上未列明推杆相关信息，也未标明进样针的气密度，那么可视为该推杆为不锈钢材质。

由于超弹性推杆不易永久弯曲，因此特别当手动进样时，应使用较标准推杆更柔软的材质制成、而不是不锈钢制成的推杆，这种材质可延长使用寿命。

推杆带有针头的进样针，其容积应设计为极低值（<1 μL ），因为针头占据部分样品容量。



推杆附件类型

为使进样针与自动进样器接合，必须选择正确的推杆附件。如果附件选择有误，则无法使用进样针。

进样针维护

进样针日常维护和最佳护理实践

按照如下维护程序和最佳实践指南操作，进样针寿命会明显延长：

- 每日使用溶剂清洗进样针，所选样品可溶于甲醇、二氯甲烷或乙腈。将进样针注满所选溶剂，再推出，反复操作 5 至 10 次，可去除淤积在螺杆或针头上的固体杂物。卸下推杆，并用蘸有溶剂的无绒布擦拭。最后用丙酮冲洗，晾干。
- 使用进样针后，用溶剂冲洗 3 至 5 次后，即可去除阻塞进样针的任何物质。
- 当进样针内处于干燥状态时，避免操作推杆——针管内的液体可作为一种润滑剂，减少进样针磨损。
- 不得将进样针完全浸没在溶剂中，因为在进样针的组装过程中使用了粘合剂，完全浸没会使粘合剂功效受损。
- 对于非气密型进样针，为使针管和推杆完全匹配，可共同生产针管和推杆。也就是当进样针刻度准确时，无须更换推杆。否则，如果插入推杆有误，进样针刻度不再有效，必须反复插入。
- 当推杆上的聚四氟乙烯尖端气密度完好时，气密进气推杆是可更换的。
- 分析 GC 用的高压灭菌器进气针并不常见，但是，如需要，由于高压灭菌可能损坏固定针头上的粘合剂，可优选可更换针头式进气针。一般来说，进气针应以最高为 100℃ 的

温度进行高压灭菌。同时，注意由于进气针其他零件所用的粘合剂粘度增强，进行高压灭菌的进气针寿命会缩短。如果对多种进气针同时进行高压灭菌，确保将正确推杆重置于与其匹配的针管内。

- 如果针头边缘粗糙，会划破 GC 进口衬垫，导致色谱图中的衬垫硅氧烷污染值达到最高点。用细砂纸可磨平粗糙边缘。

疏通进样针

各种进样针可能偶尔堵塞，但若发生堵塞，原因可能是进样针维护程序、针头适用性或制样程序出现了问题。由于堵塞的进样针可能使其损坏，并且使仪器测量时间增加，二者均可能需要高昂的费用，建议优化这些程序。

当发生堵塞时，通过以下程序可最大程度去除堵塞物：

1. 由于盐分或缓冲溶液变干，当其混合物沉淀堵塞进样针时，疏通它的最简单方法是将针头浸泡（不得浸泡整个进样针）在堵塞物可溶解的适量溶剂（通常为蒸馏水）中。
这种方法可能会溶解沉淀物，疏通进样针。抽取溶剂，容量至进样针的 5 到 10 刻度处，完全去除剩余杂物。
2. 如果固体微粒堵塞进样针或进样瓶，需用不同方法处理进口衬垫。卸下推杆，将堵塞进气针的针管用其他进气针针管替换。重新插入推杆，慢慢推出进气针。这种方法应可去除堵塞物。切忌不得对推杆施力，否则会使针管破裂或推杆弯曲。



3. 如果采用第 2 步未去除堵塞物，则尝试用进样针将针头钢丝插入针头内。这样反复操作，有助于成功去除第 2 步所述堵塞物。
4. 当遇到极难去除的堵塞物时，需要将进样针立在装有溶剂的大口杯中（仅将针头及其附件浸入杯中即可），进行超声粉碎，时间最长为 10 分钟，然后尝试移除堵塞物。重复第 2 步，直至移除堵塞物。
5. 最后一种方法是，缓慢加热针头，使其稍微扩大，然后去除堵塞物。使用这种方法时，由于进样针可能会意外损坏，需谨慎处理。建议采用此程序后对进样针刻度进行检查，确保其准确度不受影响。

总结

选择进样针时，需考虑如下重要因素：

- 针长
- 进样推杆附件
- 针尖类型
- 进样针总容量

选择正确进样针可确保其性能达到最佳状态。

美国和加拿大 +1 800 332 3331

法国 +33 (0)1 60 92 48 34

德国 +49 (0) 2423 9431 20 或 21

英国 +44 (0)1928 534110

日本 +81 3 5826 1615

中国 +86 21 68654588 +86 10 84193588

+86 20 83145199 800 810 5118

印度 +91 22 6742 9494 +91 27 1766 2352

澳大利亚 1 300 735 292（国内免费电话）

新西兰 0800 933 966（国内免费电话）

所有其它咨询 +44 (0) 1928 534 050

技术支持

北美 +1 800 332 3331

北美以外国家和地区 +44 (0) 1928 534 440

Thermo
S C I E N T I F I C

Part of Thermo Fisher Scientific