



环境催化与过程分离研究中心



实验室仪器使用培训-气相色谱仪

汇报人：王新雷

时 间：2018-3-6



环境催化与过程分离研究中心

目录

- 1 气相色谱仪简介
- 2 仪器使用及注意事项
- 3 使用实例



气相色谱仪发展历史



气相色谱仪原理

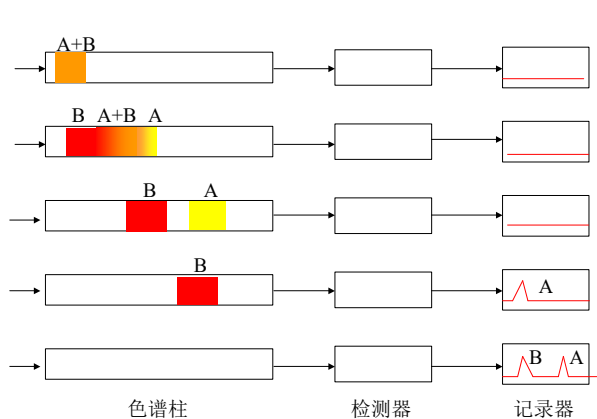
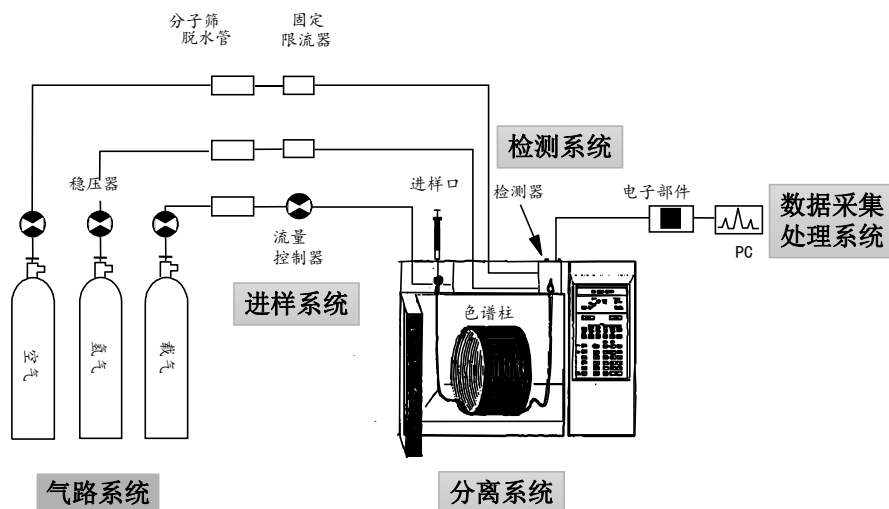


图 色谱分离过程示意图

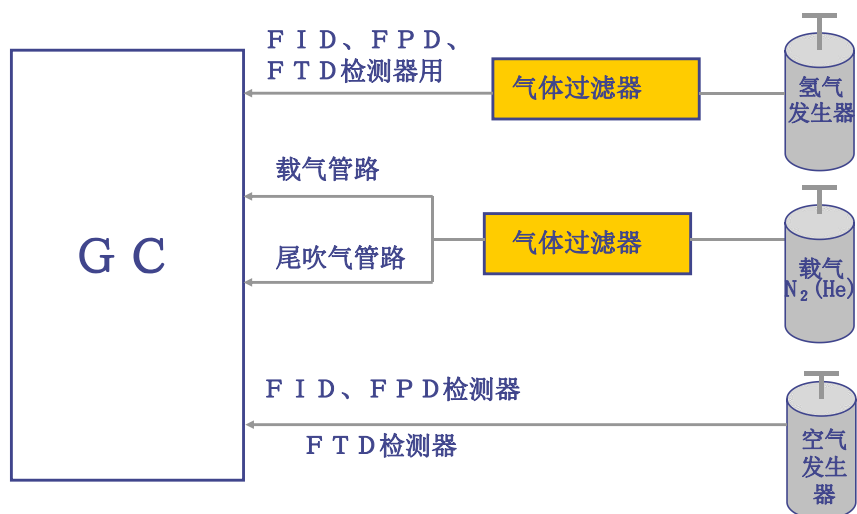
气相色谱分析原理是基于被测组分在两相的分配，这两相色谱柱中涂层是固定相，另一个是载送被测组分前进的流动相气体，由于样品中不同物质在两相中具有不同分配系数，当两相作相对运动时，这些物质随流动相运动，并在两相中进行反复多次的分配，使那些分配系数只有微小差异的物质，在移动速度上产生了很大的差别，从而达到相互分离，然后再定性和定量。



气相色谱仪基本结构



气路系统





气路系统配置依据

检测器种类	载气 (纯度)	燃烧气 (纯度)	助燃气 (纯度)	尾吹气 (纯度)
TCD 一般分析	He N ₂ Ar等 99.995%以上			He N ₂ Ar等 99.995%以上
TCD 高灵敏度分析	He N ₂ Ar等 99.999%以上			He N ₂ Ar等 99.999%以上
FID 一般分析	N ₂ He 等 99.995%以上	H ₂ 99.995%以上	Air 空压机	N ₂ He 等 99.995%以上
FID 高灵敏度分析	N ₂ He 等 99.999%以上	H ₂ 99.999%以上	尽量用Air 空气钢瓶, 空压机也可	N ₂ He 等 99.999%以上
ECD 一般/高灵敏度分析	N ₂ He*等 99.9999%以上			N ₂ 99.9999%以上
FPD 一般/高灵敏度分析	N ₂ He* 等 99.999%以上	H ₂ 99.999%以上	尽量用Air 空气钢瓶, 空压机也可	不使用
FTD 一般/高灵敏度分析	He 等 99.999%以上	H ₂ 等 99.999%以上	带干燥气的 空气钢瓶	N ₂ 等 99.999%以上

7



进样系统



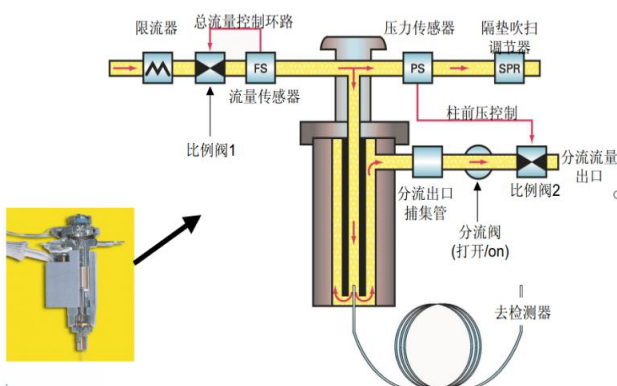
注射进样



六通阀进样



毛细管柱进样口 (SPL)



分流: 把进入注射器中的样品大部分分到仪器外面, 只有小部分流经色谱柱。减小柱负荷, 减小柱污染

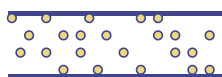
不分流: 当进样时把分流阀关闭, 样品在气化室中蒸发成蒸气, 并被载气送入毛细管柱。

分流比: 分流比 = (柱流量 + 分流流量) / 柱流量



分离系统

❖ 填充柱



柱材: 不锈钢, 玻璃

内径: 2.6--3mm

长度: 0.5--6m

填料: 担体和固定液的种类
固定液的浓度 1-30%
担体有硅藻土、玻璃、石英、塑料担体 (TPA) 等。

❖ 毛细管柱



柱材: 熔融石英、铝

内径: 0.1mm--0.53mm

长度: 10--100m

固定相种类: OV-1, PEG-20M, OV-17等

固定相膜厚: 0.2--5μm



色谱柱选择依据

相似相容原理/同极性相互原理

固定液	组成	极性	类似品牌	应用
SE-30、OV-1、OV-101	二甲基硅氧烷	非极性	DB-1、HP-1、CP-Sil 5CB、SPB-1、007-1、Rtx-1、BP-1.....	烃类、胺类、酚类、农药、PCBs、挥发油、砷化物等
SE-54、SE-52	5%苯基，1%乙氧基甲基硅氧烷	非极性	DB-5、HP-5、CPSil 5CB、SPB-5、Rtx-5、BP-5.....	药物、 芳烃类 、酚、酯、生物碱、 卤代烃
OV-1701	7%氟甲基，7%苯基甲基硅氧烷	中等极性	DB-1701、HP-1701、BP-10、CPSil 19CB、Rtx-1701、SPB-1701.....	药物、农药、除草剂、TMS 糖
OV-17	50%苯基甲基硅氧烷	中等极	DB-17、HP-50、SP2250、CP-Sil 19、Rtx-50、SPB-50.....	药物、农药、甾类
PEG-20M	聚乙二醇 20M	极性	DB-WAX、HP-Wax、Carbowax SUPELCOWAX 10、CPWAX 52CB.....	醇类、酯、醛类、 溶剂 、 单芳 、精油等
FFAP	聚乙二醇 20M 对苯二甲酸的反应产物	极性	DB-FFAP、HP-FFAP、Nukol、SP-1000.....	醇、醇、酯、醛、腈
XE-60、	25%氟乙基甲基硅氧烷	中性		酯、硝基化合物
OV-225	25%氟乙基，25%苯基甲基硅氧烷	中性	DB-225、HP-225、SP-2330、SPB-225、CP-Sil 43CB	脂肪酸酯、PUFA、 Alditol
OV-210	50%三氟丙基硅氧烷	极性	DB210、Rtx200.....	极性化合物、有机氯化物
OV-275	0%三氟丙基硅氧烷	强极性	DB210、SP2401、Rtx200.....	极性化合物、

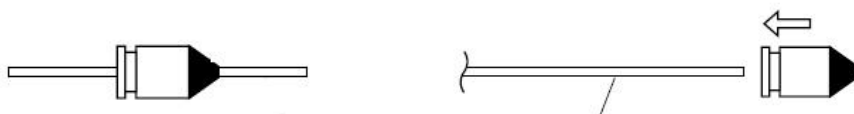
①首先要针对样品**极性**的固定液类型

②再选择恰当的**色谱柱规格型号**(包括柱长、柱内径、液膜厚度等)

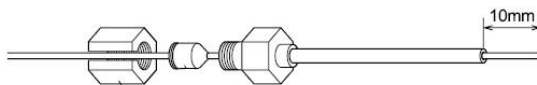
③然后再分析调试操作条件(包括柱流速、柱温等)



❖ 色谱柱安装



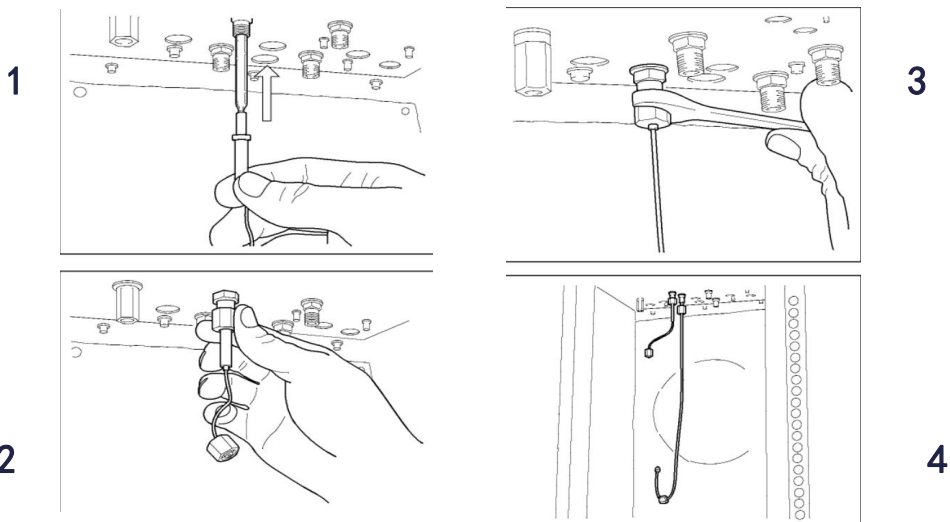
取出新石墨垫，套在色谱柱上



用螺母和标尺工具紧固石墨垫，并测量长度



❖ 色谱柱安装



❖ 检测系统

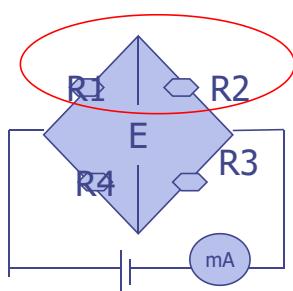


GC-2014C 检测系统



TCD检测器

原理: 根据不同的物质具有不同的热导系数原理制成的。



工作原理: 当只有载气通过敏感元件时, 保持热平衡状态, 桥路平衡; 载气携带样品进入检测室, 热导率发生变化, 热平衡被破坏, 电桥不平衡, 有信号输出, 信号经放大器放大后由数据处理记录。

敏感元件: 铼钨丝

检测: 无机气体如 N_2 、 CO 、 CO_2 等

$$R1=R2=R3=R4= 32\Omega$$

$$R1 \cdot R3=R2 \cdot R4$$



FID检测器

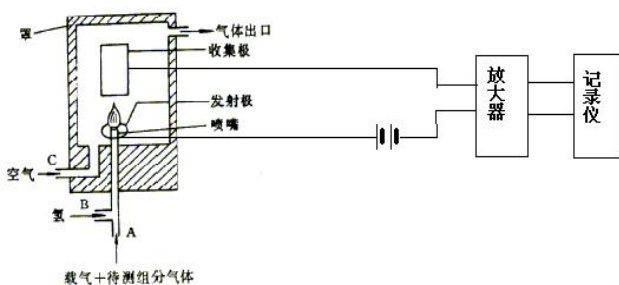
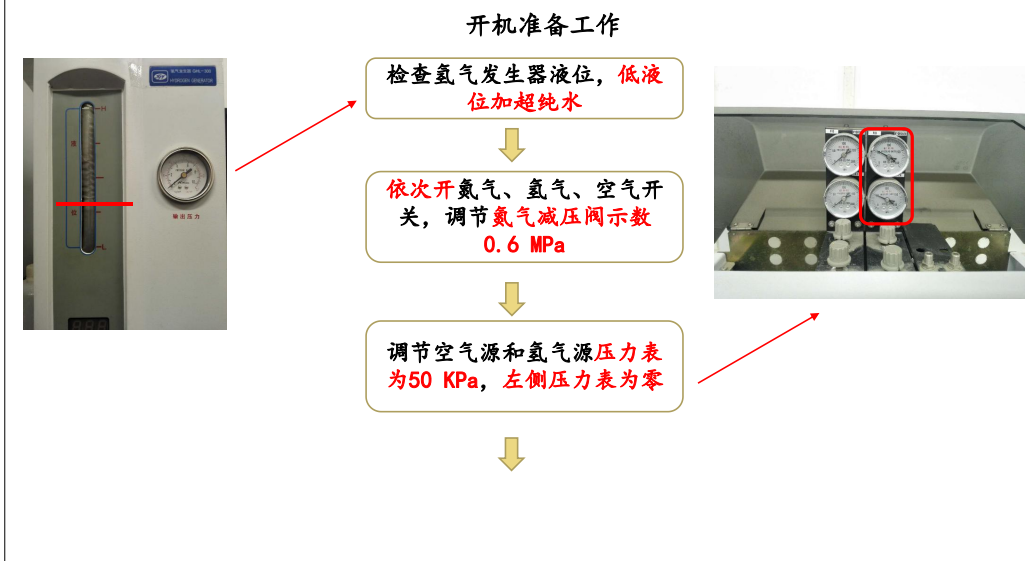


图 15-16 离子室结构示意图

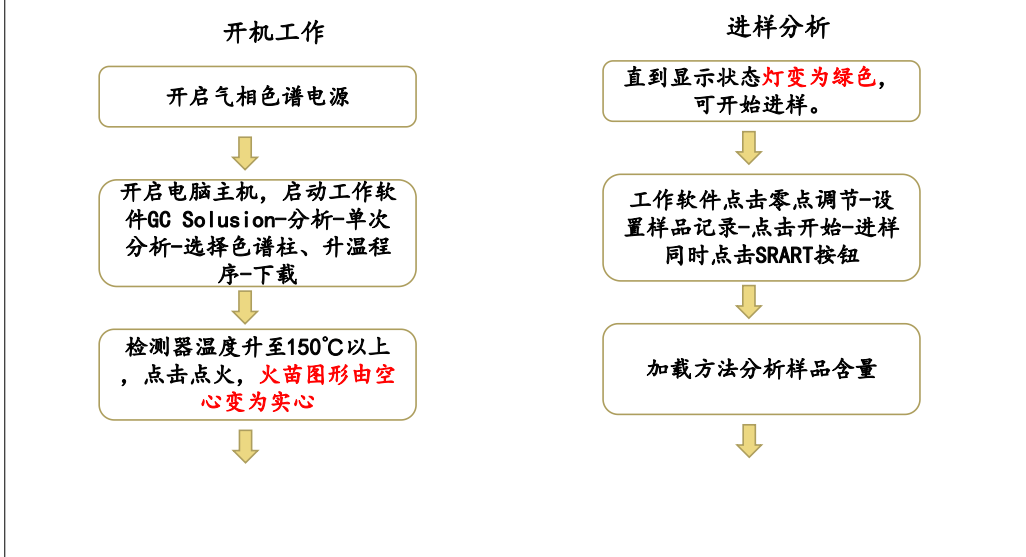
以氢气和空气燃烧的火焰作为能源, 利用含碳有机物在火焰中燃烧产生离子, 在外加的电场作用下, 使离子形成离子流, 根据离子流产生的电信号强度, 检测被色谱柱分离出的组分。其主要缺点是不能检测永久性气体、水、一氧化碳、二氧化碳、氮的氧化物、硫化氢等物质。



GC操作流程



GC操作流程

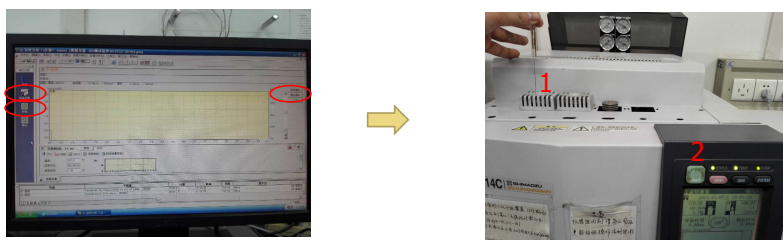




GC操作流程-开机图示



GC操作流程-进样分析图示



关机操作

单击“关系系统”，至检测器温度降至100度以下。

关闭气相色谱电源

依次关闭氦气、空气、氮气开关或阀门

关闭软件关闭电脑



GC操作流程-注意事项

- ❖ 供气系统
 - ❖ 检查发生器干燥剂必要时更换。氢气发生器注意水位及时补水
 - ❖ 空气发生器关闭之后记得**排空空气发生器内的余气**。
- ❖ 进样系统
 - ❖ **进样垫每进样100次左右进行更换**，防止进样垫漏气。一般开机前更换
 - ❖ 进样垫更换保证清洁干净
- ❖ 分离系统
 - ❖ 色谱柱更换时**分清进口和出口**并且动作轻柔，防止断裂。
 - ❖ 色谱柱更换一定与在分析软件中选用相应的色谱柱。
 - ❖ 样品分析**使用合适的色谱柱**，以免造成色谱柱永久性损坏。
- ❖ 分析过程
 - ❖ 基线不平尝试进空针洗色谱柱，色谱柱污染尝试老化色谱柱修复。
 - ❖ 分析操作。

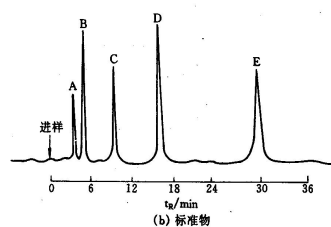
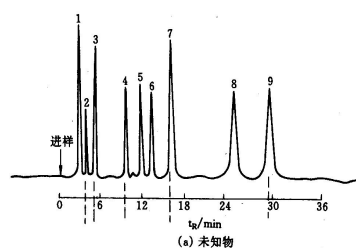


GC使用实例

1、材料定性分析

定性分析结果在**一定固定相和一定操作条件下**，每种物质都有各自确定的保留值或确定的色谱数据，并且不受其它组分的影响。也就是说**保留值具有特征性**。

通常称“四大谱”的**质谱法、红外光谱法、紫外光谱法和核磁共振波谱法**对于单一组分（纯物质）的有机化合物具有很强的定性能力。将色谱分析与这些仪器联用，能很好地解决组成复杂的混合物的定性分析问题。



利用已知标准物质直接对照定性

已知标准物：A—甲醇；B—乙醇；
C—正丙醇；D—正丁醇；E—正戊醇

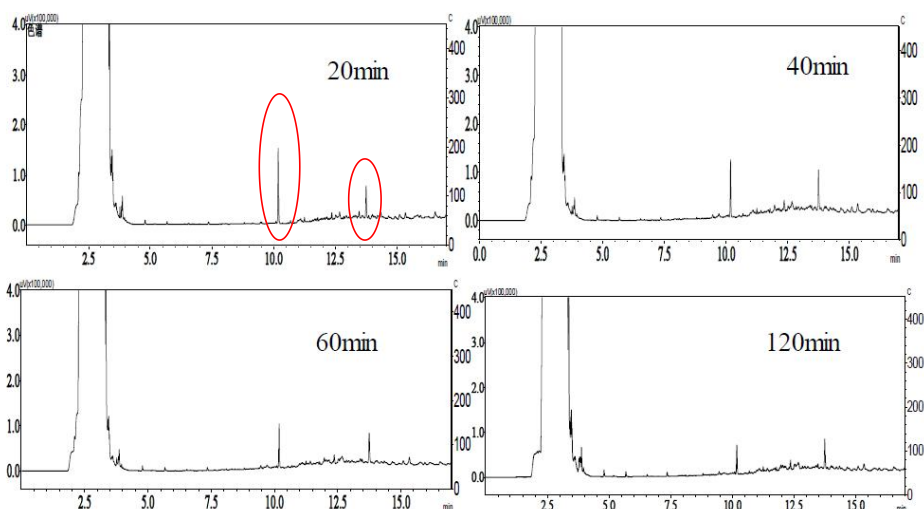


图 氧化DBT 反应在不同时刻的GC色谱图



GC使用实例

1、材料定量分析

□气相色谱法是根据仪器检测器的响应值与被测组分的量，在某些条件限定下成正比的关系来进行定量分析的。

□在色谱分析中，在某些条件限定下，**色谱峰的峰高或峰面积（检测器的响应值）与所测组分的数量（或浓度）成正比**，即：

$$m_i = f_i A_i \quad c_i = f_i h_i$$

m_i 为组分的质量； c_i 为组分的浓度； f_i 为组分的校正因子； A_i 为组分i的峰面积； h_i 为组分i的峰高。

一般来说，对浓度型检测器，常用峰高定量；对质量型检测器，常用峰面积定量。



GC定量实例

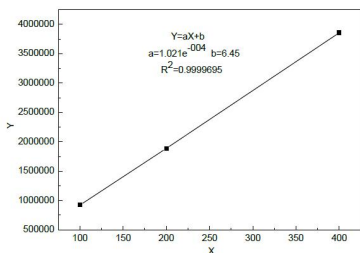


图 3-3 DBT 的标准曲线(以 DBT 的质量分数计算)

Fig.3-3 The standard curve of hexanal(calculated as the mass fraction of DBT)

外标法：准确称取色谱纯（或已知准确含量）的被测组分和基准物质，配制成已知准确浓度的样品，在已定的色谱实验条件下，取一定体积的样品进样，测定标准曲线。通过标准曲线对未知浓度样品定量。

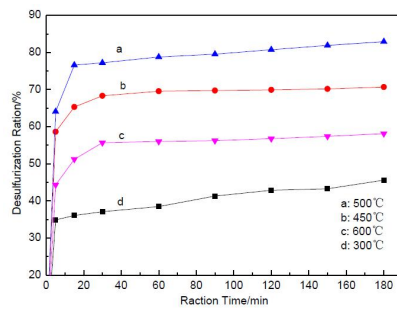


图 3-7 不同煅烧温度对 CeY 催化氧化 DBT 的影响

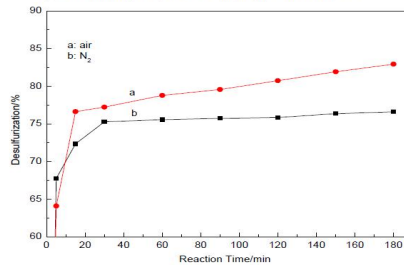


图 3-8 不同煅烧气氛对 CeY 催化氧化 DBT 的影响