

毛细管气相色谱法条件及定量分析

一、实验目的

1. 熟悉色谱分析的原理及色谱工作站的使用方法；
2. 掌握气相色谱仪操作方法与氢火焰离子化检测器的原理；
3. 用保留时间定性；用归一化法定量；用分离度对实验数据进行评价。

二、实验原理

不同组分在同一分离色谱柱上，在相同实验条件下有不同的保留行为，其保留时间的差异可以用来定性分析，每一组分的质量与相应色谱峰的积分面积成正比，因此可以公式计算，用归一化方法测定每一组分的质量百分含量。

$$w_i = \frac{f_{is}^A A_i}{f_{1s}^A A_1 + f_{2s}^A A_2 + \dots + f_{ns}^A A_n} \times 100\%$$

本实验是用气相色谱测定乙酸乙酯、乙酸丁酯及其混合试样，检测器用 FID。用色谱软件进行谱图处理和定量计算，让学生掌握用已知物对照定性、用归一化法测定混合物组分定量的实验。

混和试样的成功分离是气相色谱法定量分析的前提和基础，衡量一对色谱峰分离的程度可用分离度： $R = \frac{t_{R1} - t_{R2}}{\frac{1}{2} \times (W_1 + W_2)}$ ，式中 t_{R1} 、 t_{R2} 和 Y_1 、 Y_2 分别指两组分的保留时间和峰底宽度， $R=1.5$ 时两组分完全分离，实际中 $R=1.0$ (分离度 98%) 即可满足要求。

三、仪器与试剂

仪器：GC7890F 型气相色谱仪、氢火焰离子化检测器 (FID)、氮气钢瓶、空气钢瓶、氢气发生器，微量注射器、 $\Phi 3\text{mm} \times 200\text{cm}$ 的 10% SE-54 不锈钢分离柱。GC5400 型气相色谱仪、空气发生器、氮气发生器、氢气发生器，微量注射器、15m 毛细管分离柱。

试剂：乙酸乙酯、乙酸丁酯标准试样及其未知混合试样。

四、实验内容

1. 按操作说明书使色谱仪正常运行，并调节至如下条件：

柱温：110℃ 检测器温度：120℃ 气化温度：120℃

载气、氢气和空气流量分别为 30、50 和 200mL/min。

2. 分别改变柱温至 90、100、110、120、130℃。每改变一次柱温，注入 0.5μL 混合酯试样，记下保留时间，观察其出峰顺序和分离情况。

3. 根据不同柱温下的分离情况及色谱数据选择合适的柱温。在最佳柱温下分别注入乙酸乙酯、乙酸丁酯及其混合液，记下保留时间，观察其出峰顺序和分离情况，进行定性和定量分析

五、结果处理

1. 通过纯物质对照法确定各组分在色谱图中的位置，并对出峰次序作出简要讨论。

2. 以乙酸乙酯为内标物计算相对校正因子，并用归一化法计算混合试样中乙酸乙酯和乙酸丁酯的含量。

六、注意事项

1. 必须先通载气，再开电源！实验结束时，应先关掉电源，再关载气！

2. 点燃气火焰时，应将氢气流量开大，以保证顺利点燃。判明火焰已点燃，再将氢气流量缓慢地降到规定值。注意氢气使用安全问题。

3. 注射器的正确使用：小心插针/快速注入/匀速拔出/及时归位。

4. 7890F 气相色谱仪在关机时，应当先将高效净化器的氢气和空气的开关阀关闭，以切断 FID 检测器的燃气和助燃气将火焰熄灭，然后降温，在柱箱温度低于 80℃ 以下才能关闭载气及电源开关。防止氢气泄漏造成危险！

七、思考题

1. 简述气相色谱 FID 的检测原理。

2. 作为内标物应符合什么条件？

3. 讨论归一化定量分析法的优点。

附 GC7890F 型气相色谱仪配置氢火焰离子化检测器 (FID) 操作方法:

1. 打开载气钢瓶总阀、分压阀，打开净化器上的载气开关阀。
2. 打开电源开关，根据分析需要设置柱温、进样温度、FID 检测器的温度(FID 检测器的温度应 $>100^{\circ}\text{C}$)。

设置方法为：柱温→设定值→输入；进样→设定值→输入；检测→设定值→输入。

3. 打开空气钢瓶总阀、分压阀及氢气发生器开关，打开净化器上的空气、氢气开关阀。分别调节空气和氢气流量为适当值。
4. 打开电脑，运行气相色谱工作站软件，设置样品名称及相应显示范围值。
5. 按基流键，调节基流补偿旋钮，使数字接近零。待 FID 检测器温度升高到 100°C 以上，按点火键，点燃 FID 检测器的火焰。在检测器温度低于 100°C 时点火，会造成检测器内积水而影响检测器的基线稳定性。
6. 点火后观察基流值，如此时基流显示值大于原来的显示值。说明 FID 的火焰已点燃。
7. 设置 FID 检测器微电流放大器的量程。量程分为 10、9、8、7 四档，量程为 10 时，FID 检测器的灵敏度最高，量程为 9 则灵敏度降低 10 倍，其余依此类推。方法为：量程→设定值→输入。
8. 设置输出信号的衰减值。衰减分 0~8 九档，分别表示输出信号的 20~28 衰减输出。方法为：衰减→设定值→输入。
9. 准备样品，待基线稳定后即可进样开始实验。
10. 实验完毕，7890F 气相色谱仪在关机时，应当先将高效净化器的氢气和空气的开关阀关闭，以切断 FID 检测器的燃气和助燃气将火焰熄灭，然后降温，在柱箱温度低于 80°C 以下才能关闭载气及电源开关。

GC5400 型气相色谱仪操作同上面仪器类似。