

# 气相色谱条件实验及对卤代烃的定性分析

## 一、实验目的

- 1、熟悉理论塔板数及理论塔板高度的概念及计算方法；
- 2、理解柱温的改变对组分保留行为的影响；
- 3、掌握气相色谱仪操作方法与热导检测器的原理；
- 4、熟悉气相色谱定性分析方法。

## 二、实验原理

气相色谱方法是利用试样中各组份在气相和固定液相间的分配系数不同将混合物分离、测定的仪器分析方法，特别适用于分析含量少的气体和易挥发的液体。当汽化后的试样被载气带入色谱柱中运行时，组份就在其中的两相间进行反复多次分配，由于固定相对各组份的吸附或溶解能力不同，因此各组份在色谱柱中的运行速度就不同，经过一定的柱长后，便彼此分离，按流出顺序离开色谱柱进入检测器被检测，在记录器上绘制出各组份的色谱峰——流出曲线。

根据塔板理论，则有：

$$\text{理论塔板数: } n = 5.54 \left( \frac{t_R}{W_{1/2}} \right)^2 = 16 \left( \frac{t_R}{W_b} \right)^2$$

理论塔板高度：

$$H = \frac{L}{n} = \frac{l}{16 \left( \frac{t_R}{W} \right)^2} = \frac{LW^2}{16t_R^2}$$

（其中  $H$ —理论塔板高度； $n$ —理论塔板数； $t_R$ —保留时间； $W$ —峰底宽度； $l$ —柱长）采用已知试样测得保留时间就可算出理论塔板高度。理论塔板数越大或塔板高度越小，说明柱效率越好。但柱效率只反应了色谱对某一组分的柱效能，不能反映相邻组分的分离度，因此，还需计算最难分离物质对的分离度。

分离度是指色谱柱对样品中相邻两组分的分离程度，对一个混合试样成功的分离，是气相色谱法完成定性及定量分析的前提和基础。分离度  $R$  的计算方法是：

$$R = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{W_{b1} + W_{b2}} \quad \text{或} \quad R = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{W_{1/2(1)} + W_{1/2(2)}}$$

分离度数值越大，两组分分开程度越大，当 R 值达到 1.5 时，可以认为两组分完全分开。

气相色谱仪由气路系统、进样系统、分离系统、温度控制系统、检测系统和信号记录系统等部分组成。

### 三、仪器与试剂

仪器：GC7890T 型气相色谱仪、热导池检测器（TCD）、氮气钢瓶、空气压缩机、微量注射器、Φ3mm x 200cm 的 5-10% OV101 不锈钢分离柱。

试剂：二氯甲烷，三氯甲烷和四氯化碳及其混合试液。

### 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：80℃      检测器温度：120℃      气化温度：120℃

热导池电流：100mA      载气柱前压力：0.2 MPa

2. 分别改变柱温至 50、60、70、80、90℃。每改变一次柱温，注入 1.5μL 卤代烃混合样，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。在最佳柱温下对卤代烃混合物进行定性分析，即分别注入卤代烃纯样品并记录保留时间。

### 五、结果处理

1. 分别写出混合液中各组分出峰次序，并对次序作出简要讨论。

2. 分别计算二氯甲烷和三氯甲烷，三氯甲烷和四氯化碳的分离度，并解释分离原因。

### 六、注意事项

1. 必须先通载气，再开电源！

2. 实验结束时，应先关掉电源，再关载气！

3. 7890T 气相色谱仪的 TCD 检测器在结束分析工作后,应当先将检测器的电流设置为零,再将柱箱、进样器和检测器温度降低到 80 ℃ 以下才能关闭载气及电源开关。

## 七. 思考题

1. 适于气相色谱分析的试样应必须具备什么基本特征?
2. 本实验中,进样量是否需要非常准确?为什么?
3. 实验中要注意哪些操作?

### 附 GC7890T 型气相色谱仪(TCD)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. 调节两路载气的稳流阀到适当值,并使两路载气的流量相等。
3. 打开电源开关,根据分析需要设置柱温、进样器温度、TCD 检测器温度。
4. 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。
5. 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。
6. 确认载气流入 TCD 检测器的前提下,设置 TCD 检测电流。TCD 电流设置范围为 50mA~250mA,增量为 10 mA。方法为:量程→设定值→输入。
7. 准备样品,待基线稳定后即可进样开始实验。
8. 实验完毕,进行降温,在色谱柱箱温度低于 80 ℃ 以下才能关闭载气及电源开关。