组成

载气系统、进样系统、色谱柱、检测器、记录系统、温度控制系统

六通阀进样: 进样量准确, 注射器不与载气系统接触

固定相

气固: 高分子多孔微球, 用于永久气体和低沸点烃类

气液: 担体+固定液。担体比表面积大, 惰性, 大小均匀。固定液: 高沸点难挥发, 惰性, 有一定的溶

解性

检测器

大致分为浓度型(热导),质量性(FID)

热导

特点:通用、浓度、不破坏样品、灵敏度较低

载气选H2而不是N2,因为导热系数与待测物差异大

氢火焰离子化检测器 FID

要用三种气体: H2 (燃气), N2(携带试样成分), 空气 (助燃气)

原理:有机化合物燃烧时产生化学电离,产生离子

特点:质量型、灵敏度高、破坏样品,要可燃

电子捕获

高选择性检测器, β 放射源,载气电离,形成电流;电负性物质捕获电子,形成中性化合物,使电流降低。

仅对含有卤素、磷、硫、氰等电负性物质的化合物有很高的灵敏度,检测下限10-14 g/mL,对大多数 经类没有响应。

较多应用于农副产品、食品及环境中农药残留量的测定,大气水质污染监测。

灵敏度计算

质量型:斜率分母是 delta_m,浓度型是c

色谱工作条件的选择

固定液配比 (涂量)

配比越低, 膜越薄, 传质阻力越小, 柱效高, 速度快, 但负载量低

程序升温

载气种类和流速

载气流速较小时,B/u主要作用,采用较大摩尔质量的载气可抑制试样的纵向扩散,提高柱效。 载气流速较大时,Cu项起主要作用,采用较小摩尔质量的载气(如H2),可减小传质阻力,提高柱效。 效。

热导检测器需要使用热导系数较大的氢气有利于提高检测灵敏度。在氢焰检测器中,氮气仍是首选目标。

色谱定量分析方法

相对校正因子

$$f_{i}^{'}=rac{m_{i}/A_{i}}{m_{s}/A_{s}}$$

归一化法

$$c_{i}\% = \frac{m_{i}}{m_{1} + m_{2} + \dots + m_{n}} \times 100 = \frac{f'_{i} \cdot A_{i}}{\sum_{i=1}^{n} (f'_{i} \cdot A_{i})} \times 100$$

特点及要求:

- 归一化法简便、准确;
- 进样量的准确性和操作条件的变动对测定结果影响不大:
- 仅适用于试样中所有组分全出峰的情况。

内标法

- (1) 内标法的准确性较高,操作条件和进样量的稍许 变动对定量结果的影响不大。
- (2) 每个试样的分析,都要进行两次称量,不适合大 批量试样的快速分析。

内标法定量通式: 内标法 一般方法

$$\frac{S_i}{S_{\text{phi}}} = k_i C_i \qquad S_i = k_i C_i$$

内标物要求: 试样中不含,与被测物性质接近,不与试样反应