

# 实验9

---

## 气相色谱的保留值法定性 及归一化法定量

复旦大学 化学教学实验中心

张晋芳

---

## 一、实验目的

---

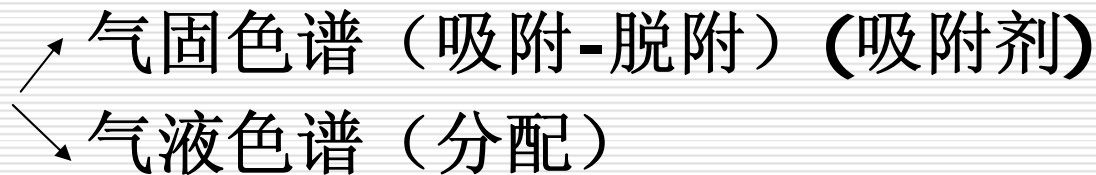
- 1、掌握气相色谱保留值定性及归一法定量的方法和特点；
  - 2、熟悉SC-200型气相色谱仪及N2000化学工作站的使用，掌握微量注射器进样技术。
-

## 二、内容提要

---

\*气相色谱过程：混合物的分离—各组分的测定

气相色谱分为：



\*两相：

固定相	流动相
固定液	担体
（高沸点的有机溶剂）	（惰性固体）
	<b>H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、He</b>

---

---

\* 分离原理：载气携带被分析的气态混合物通过色谱柱时,各组分在气液两相间反复分配，由于各组分的K值不同，先后流出色谱柱得到分离。

\* 检测：各组分的化学性质、热导率、电性能学等性质，用相应的检测器，通过电子线路纪录信号，得到随时间变化的曲线（色谱图）

\* 定性：色谱峰出现的时间与该组分的性质有关，即保留时间定性（经验规律、保留指数、双柱定性、仪器联用）

---

\* 定量：峰高或峰面积大小与组分的含量有关  
(校正因子、归一化法、外标法、内标法)

---

操作条件（色谱柱、温度、流速等）不变，在一定进样量范围内：

$$m_i = f_i' A_i$$

式中： $m_i$ 为*i*组份的量， $A_i$ 为*i*组份的峰面积，

$f_i'$ 为比例常数，又称*i*组份的校正因子。

( $f_i'$ 表示了单位峰面积所代表 *i*组份的量)

---

由于各组分在检测器上的响应不同（等含量的各组分得到的峰面积不同），需引入相对校正因子（一般所说的校正因子）：

---

$$f_i = f_i' / f_s'$$

设  $f_s' = 1$ ，则

$$m_i = f_i A_i \qquad m_i = A_i / S_i$$

$S_i$  为  $i$  组份的响应值，与  $f_i$  互为倒数。

混合物中各组份的百分含量，就能用单一组份峰面积与其校正因子的乘积占各个组份峰面积与相应校正因子乘积的总和之百分比求得，即归一化法。

---

实验测定苯、甲苯、二甲苯的混合物中各组份含量。

\* 配制等体积混合物（苯、甲苯、二甲苯）测量峰面积, 色谱图按苯、甲苯、二甲苯次序全部出峰。

测量响应值或校正因子。选定： $S_{\text{苯}}=1$ ，则

$$S_{\text{甲苯}} = A'_{\text{甲苯}} / A'_{\text{苯}}, \quad S_{\text{二甲苯}} = A'_{\text{二甲苯}} / A'_{\text{苯}}$$

\* 绘制被测混合试样色谱图，归一化法求出组分的体积百分含量：

$$V_i\% = \frac{A_i / S_i}{A_{\text{苯}} + (A_{\text{甲苯}} / S_{\text{甲苯}}) + (A_{\text{二甲苯}} / S_{\text{二甲苯}})} \times 100\%$$

---

归一化法优点：简便、与进样量无关，  
操作条件变化对结果影响小

归一化法缺点：全部组分全部都流出并测出，包括校正因子。

---



## □ 三、仪器

---

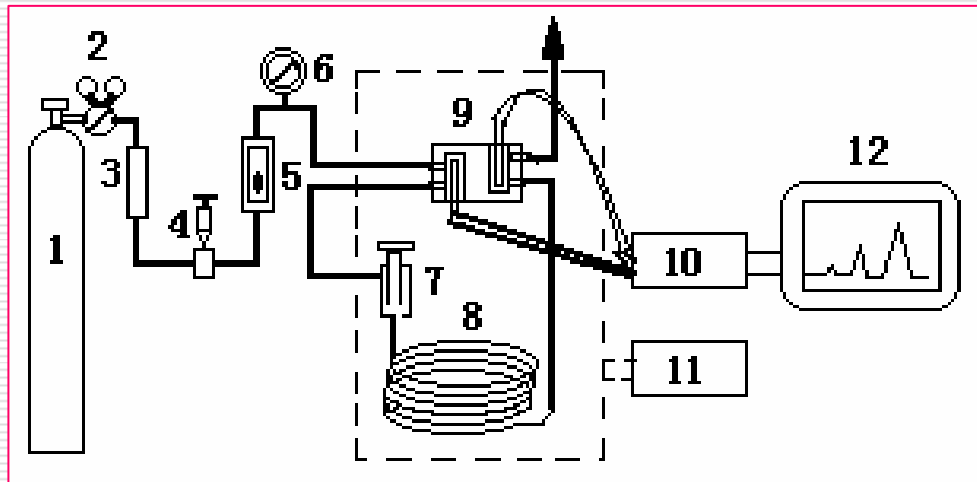
### 气相色谱仪

□ 气路系统、进样系统、柱分离系统、温控系统、各类检测器

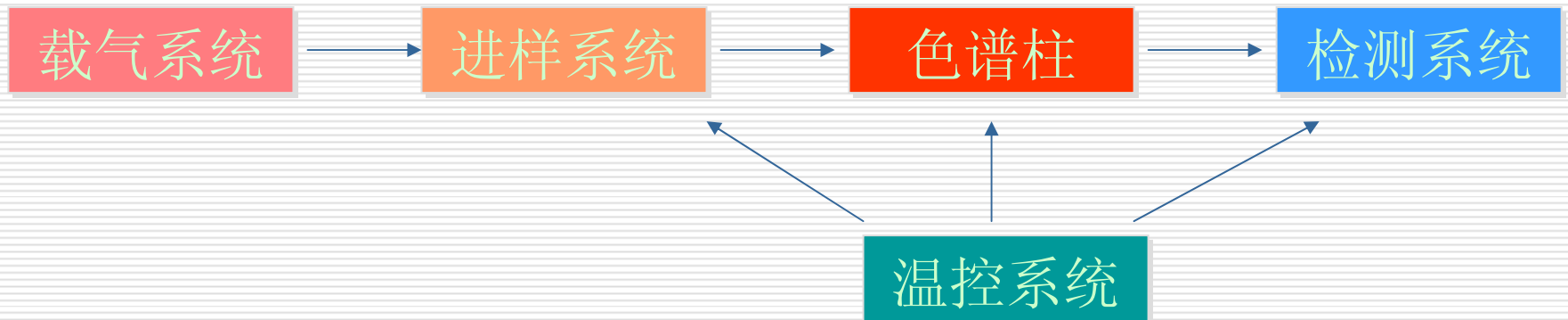
---

# 气相色谱结构流程

## chromatograph



- 1-载气钢瓶； 2-减压阀；
- 3-净化干燥管； 4-针形阀；
- 5-流量计； 6-压力表；
- 7-进样器； 8-色谱柱；
- 9-热导检测器； 10-放大器
- 11-温度控制器； 12-记录仪；



## (2) 检测原理

平衡电桥，右图。

不同的气体有不同的热导系数。

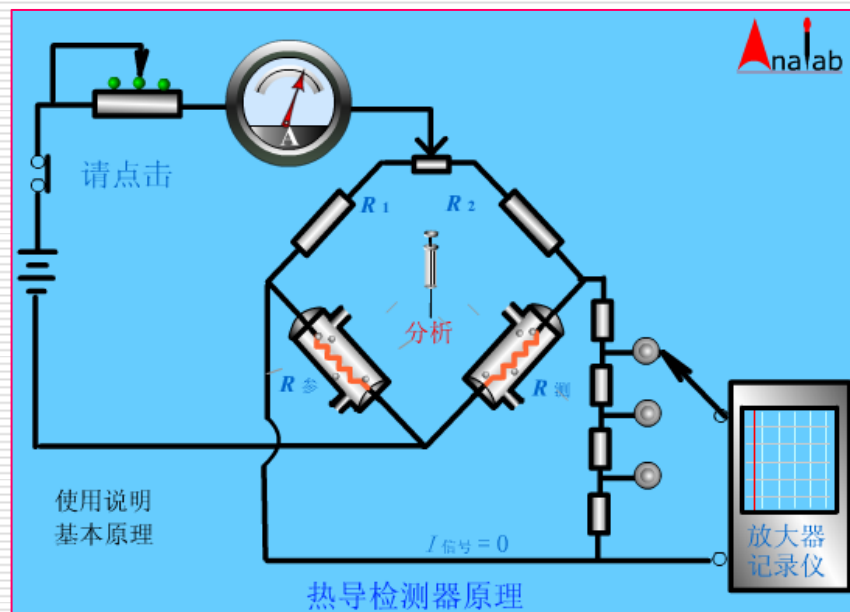
钨丝通电，加热与散热达到平衡后，两臂电阻值：

$$R_{\text{参}} = R_{\text{测}} ; R_1 = R_2$$

则： $R_{\text{参}} \cdot R_2 = R_{\text{测}} \cdot R_1$

无电压信号输出；

记录仪走直线（基线）。

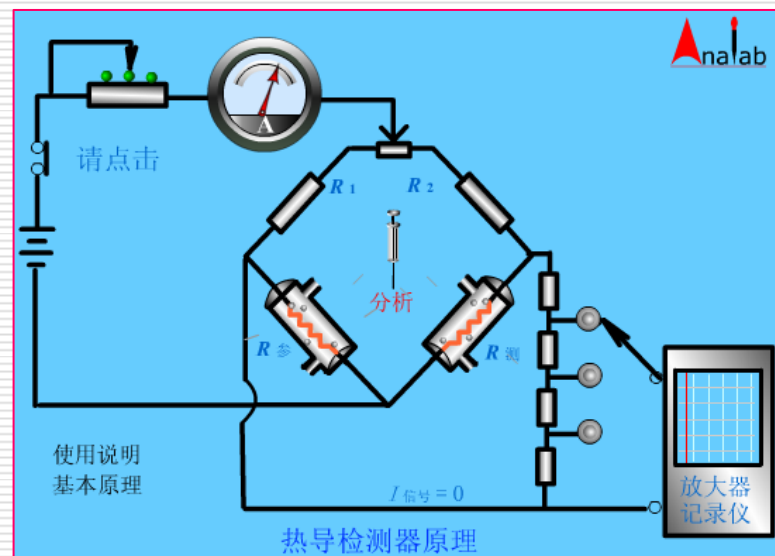


进样后:

载气携带试样组分流过测量臂而这时参考臂流过的仍是纯载气，使测量臂的温度改变，引起电阻的变化，测量臂和参考臂的电阻值不等，产生电阻差， $R_{参} \neq R_{测}$

则： $R_{参} \cdot R_2 \neq R_{测} \cdot R_1$

这时电桥失去平衡， $a$ 、 $b$  两端存在着电位差，有电压信号输出。信号与组分浓度相关。记录仪记录下组分浓度随时间变化的峰状图形。



## 5. 温度控制系统

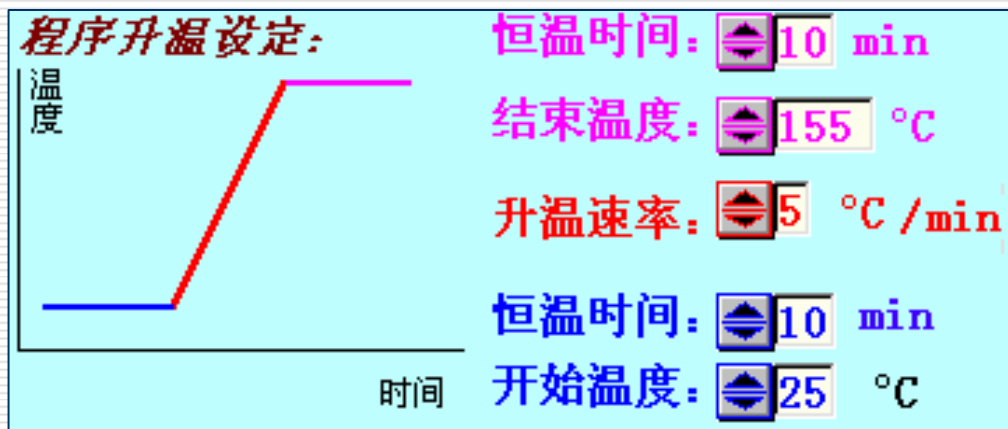
温度是色谱分离条件的重要选择参数；

气化室、分离室、检测器三部分在色谱仪操作时均需控制温度；

气化室：保证液体试样瞬间气化；

检测器：保证被分离后的组分通过时不在此冷凝；

分离室：准确控制分离需要的温度。当试样复杂时，分离室温度需要按一定程序控制温度变化，各组分在最佳温度下分离；



□ 本实验采用： SC200型气相色谱仪

~~□ 热导地检测器~~

□ 色谱柱：长2m，上试102白色担体60~80目，涂渍邻苯二甲酸二壬酯为固定液，液担比为15 : 100

□ (是属于气固、还是气液色谱?)

□ 是填充柱、还是毛细管柱? 是极性柱还是非极性柱? )

□ 载气：N<sub>2</sub>

---

## 四、实验内容

---

- a、配制正戊烷、正己烷、正庚烷、正辛烷混合液，取 $1\ \mu\text{L}$ ，测谱图，三次。
  - b、配制环己烷、苯混合液，取 $1\ \mu\text{L}$ ，测谱图，三次。
  - c、测定性未知样谱图，三次。
  - d、配制苯、甲苯、间二甲苯标准混合液（各取 $100\ \mu\text{L}$ ）取 $1\ \mu\text{L}$ ，测谱图，三次。
  - e、测定量未知样谱图，三次。
-

## 五、数据处理

---

- 1、记录色谱操作条件
  - 2、记录a、b两组各已知组分的保留值，确定未知样组分
  - 3、用归一化法求得苯、甲苯、间二甲苯试样中各组分的体积百分含量
-