

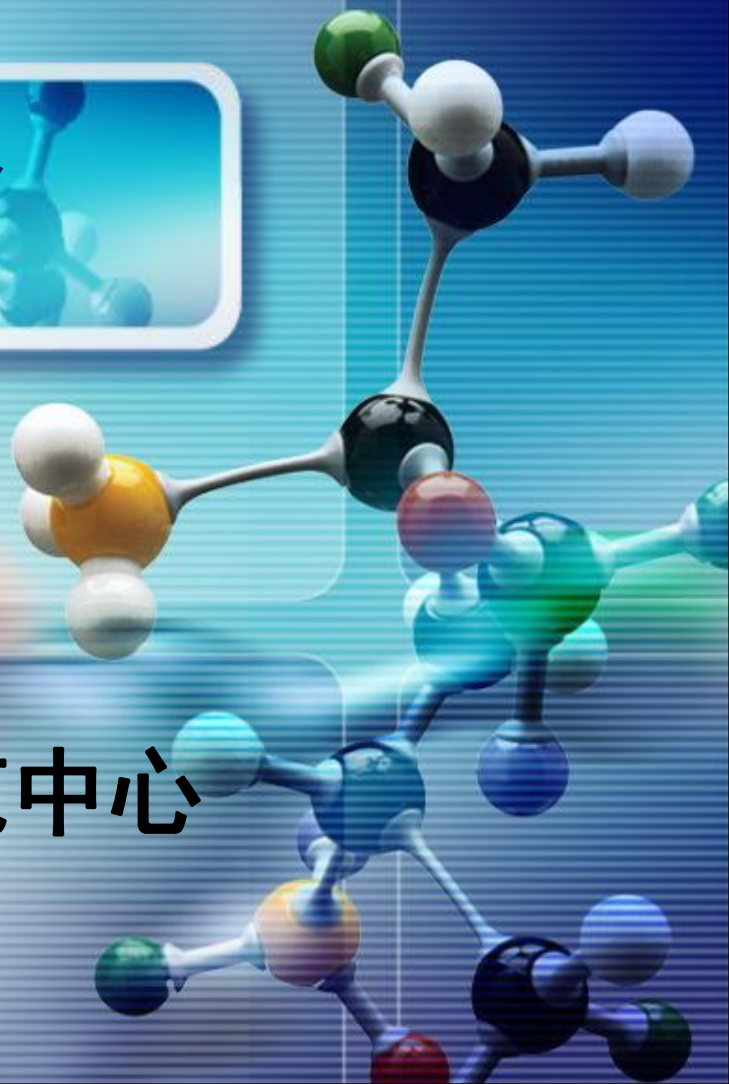


青岛科技大学
Qingdao University of Science & Technology

基础化学实验

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心





分析化学实验

苯系物的气相色谱法分析 (Gas Chromatography, GC)

一 实验目的



掌握GC法的原理、用途及特点。



掌握气相色谱仪的分析流程及构造。



实验原理

1. 色谱分析法概述

- 产生：1906年，由俄国植物学家茨维特创立。

色谱分析法：一种用以**分离**、**分析**多组分**混合物**的分析方法。

先分离，再分析

有两相：固定相和流动相





实验原理

1. 色谱分析法概述

色谱构造 { 色谱柱
固定相
流动相

• 分类

按流动相不同 { 气相色谱 { g-s
g-l
液相色谱 { l-s
l-l





2. 用途


对有机混合物的分离，定性和定量。

※ 沸点 $< 400^{\circ}\text{C}$

※ $M < 500$

※ 易挥发，热稳定性好

3. 特点

- ※ 分离效能高 (①复杂; ②性质极为相似的混合物)
 - ※ 灵敏度高(ppm、ppb级)
 - ※ 快速
 - ※ 应用广泛
 - ※ 缺点：定性能力差，不适合分析沸点高于400℃、热稳定性差的物质
- 

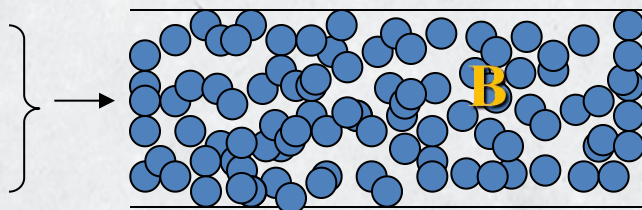


实验原理

4. 分离原理

(1) 混合组分的分离过程

g-s 色谱： 试样A+B
载气

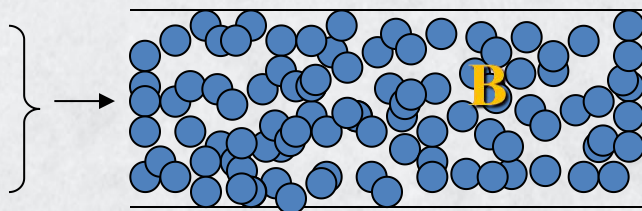


吸附 \rightleftharpoons 脱附

A

A组分与吸附剂(固定相)的作用弱

g-l 色谱： 试样A+B
载气



溶解 \rightleftharpoons 挥发

A

A组分不易溶于固定液

4.分离原理

(2)分配系数 K

①分配过程：

组分在固定相和流动相间发生的吸附、脱附或溶解、挥发过程。

②分配系数

$$K = \frac{\text{组分在固定相中的浓度}}{\text{组分在流动相中的浓度}} = \frac{c_s}{c_l}$$

c 单位： $\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$



4. 分离原理

(2) 分配系数 K

$$K = \frac{\text{组分在固定相中的浓度}}{\text{组分在流动相中的浓度}} = \frac{c_s}{c_l}$$

K 的大小取决于分子间力

色散力、诱导力、取向力

氢键

分离的先决条件：

不同组分在流动相和固定相之间的的 K 不同！

5. 气相色谱分析流程

(1) 气相色谱仪的基本构造：5大部分

①载气系统 { 气源（惰性： H_2 ， N_2 ，He）
气体的净化、干燥
气体的流速控制和测量

②进样系统 { 进样器
气化室

③色谱柱*

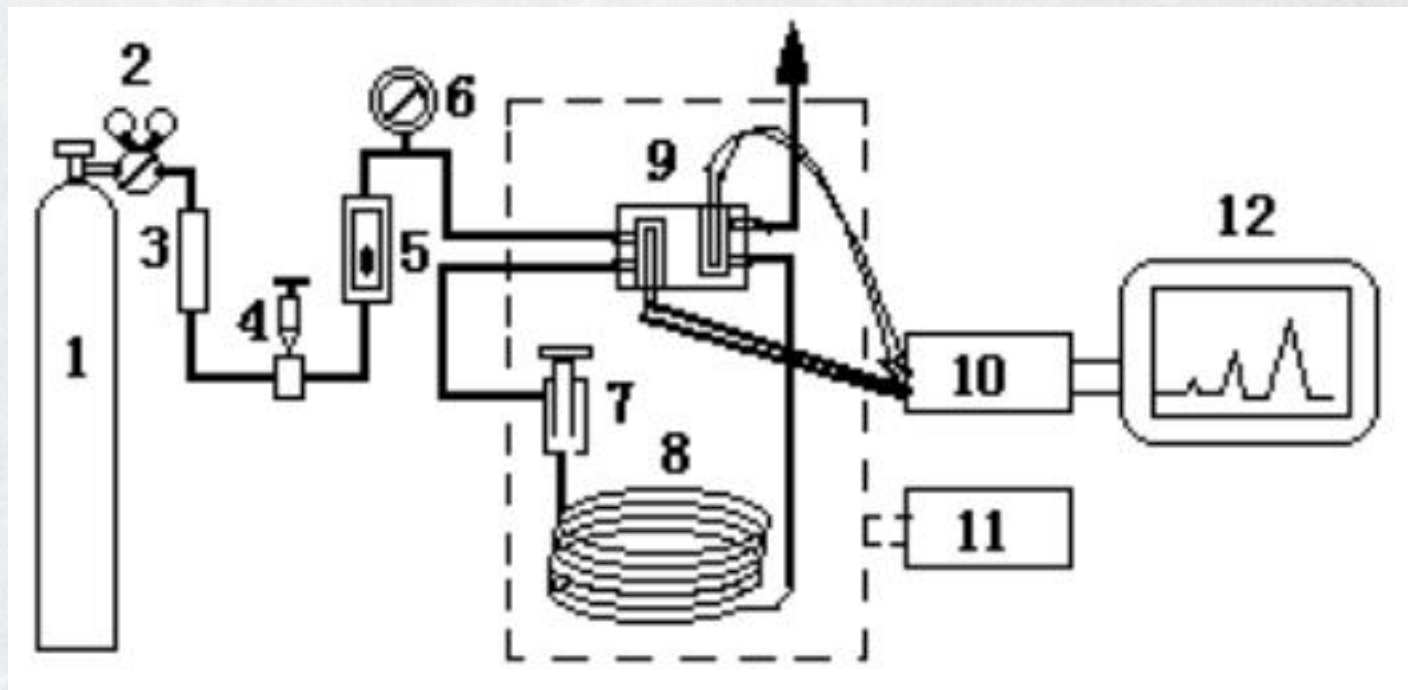
④检测器*

⑤记录系统 { 放大器
记录仪

实验原理

5. 气相色谱分析流程

(2) 分析流程



载气系统

进样系统

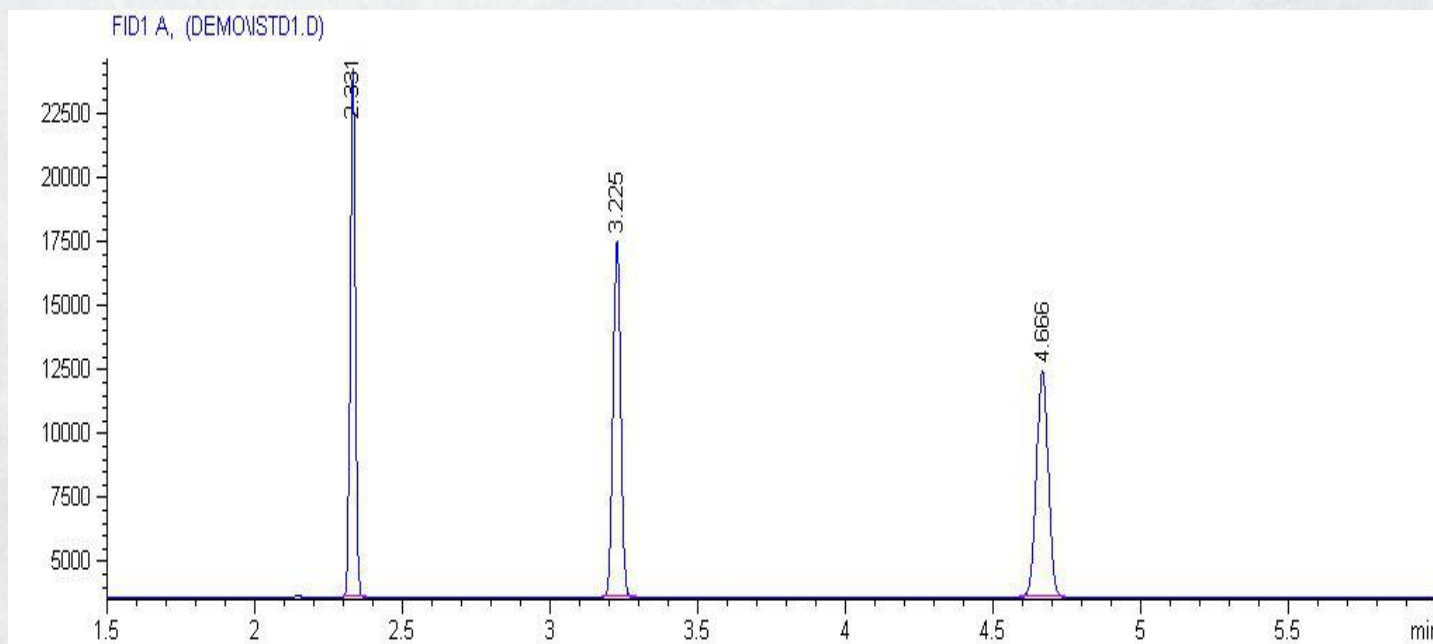
色谱柱

检测系统

记录系统

温控系统

6. 气相色谱流出曲线及相关术语



分析条件：Agilent气相色谱仪6890

色谱柱：HP-1毛细管柱，（固定液：100%聚二甲基硅氧烷；柱长30m，柱径：0.25mm，固定液膜厚：0.25 μ m）载气：N₂（纯度：99.999%），流量：1.0mL/min，辅助气：Air：H₂=450：40mL/min（纯度：99.999%），进样量：1 μ L



实验原理

6. 气相色谱流出曲线及相关术语

(1) 流出曲线 (色谱图)

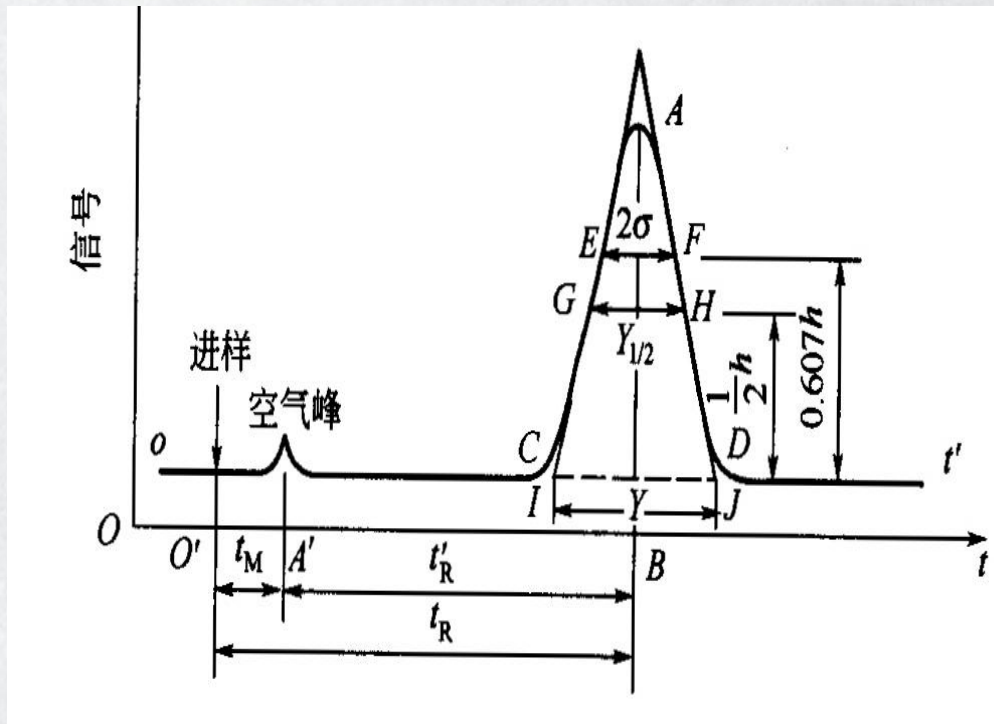
(2) 色谱术语

① 基线：只有载气通过检测器 (t_0)

② 保留值：待测组分在柱内停留时间

表示方法 { 时间
载气的体积

定性参数





6. 气相色谱流出曲线及相关术语

(3) 色谱图的作用

- 峰的位置——定性
- S、h——定量
- 由峰宽衡量柱效率
- 据 t_R 、 $Y_{1/2}$ 及色谱分离情况，评价色谱分离效果

实验条件

- 仪器：GC-920气相色谱仪
- FID检测器，
- 色谱柱：OV-101（固定液：100%聚二甲基硅氧烷，非极性固定相），弹性石英毛细管柱（ $60\text{m}\times 0.32\text{mm}\times 0.50\mu\text{m}$ ）；
- 载气 N_2 ，柱前压 0.12MPa ，
- 柱温： $110\text{ }^\circ\text{C}$ ；
- 气化室： $200\text{ }^\circ\text{C}$ ；
- 检测器： $200\text{ }^\circ\text{C}$ ；
- 进样方式：分流（分流比 1:100）；
- 进样量： $0.1\ \mu\text{L}$

四 实验步骤

1. **开机**：参考氢火焰离子化检测器操作方法，开动仪器。（由教师准备）
2. **样品分析**：基线平直后进样，打印色谱图。

五 数据记录与处理

1. 各组分的保留值及含量如下：

表1 苯系物的气相色谱分析结果

测定值 \ 组分	苯	甲苯	对二甲苯	对二甲苯	对二甲苯
保留时间 t_R					
峰面积A					
百分含量 (面积归一化法)					

2. 色谱图

谢谢观看!

