

中等职业学校 **创新** 教材

● 张 荣 刘筱琴 主编

分析技术与操作(IV)

—— 色谱分析及操作

 化学工业出版社

中等职业学校创新教材

分析技术与操作 (IV)

—— 色谱分析及操作

张 荣 刘筱琴 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是工业分析专业和化学检验专业模块教材《分析技术与操作》的第四分册,包括14个模块、46个学习单元,主要介绍仪器分析中的气相色谱分析和液相色谱分析的分析测定基本原理、仪器操作使用方法和样品分析。在各类分析仪器使用中又介绍了常见的方法,为教学提供了较大的选择余地,为自学者提供了较全面的知识储备。同时,在各个模块中,还安排为数较多的具体分析项目,为培训学员的操作能力奠定了良好而扎实的基础。每个模块后均设有“技能考试内容及评分标准”,供学员检查学习效果使用。

本书既可作为职业学校工业分析与化学检验、环保等专业的教材,又可作为从事分析、环保检测等专业工作的在职初、中、高级技术人员的培训教材,还可作为相关人员自学参考书。

(IV) 分析技术与操作
张荣 主编

张荣 主编

图书在版编目(CIP)数据

分析技术与操作(IV)——色谱分析及操作/张荣,
刘筱琴主编. —北京:化学工业出版社,2008.7

中等职业学校创新教材
ISBN 978-7-122-03156-3

I. 分… II. ①张…②刘… III. ①分析方法-专业学
校-教材②色谱法-化学分析-专业学校-教材 IV. 065

中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第097391号

责任编辑:陈有华
责任校对:宋夏

文字编辑:颜克俭
装帧设计:于兵

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印装:三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张12 1/2 字数307千字 2008年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:23.00元

版权所有 违者必究

编写说明

《分析技术与操作》是根据中华人民共和国劳动和社会保障部颁布的《中华人民共和国职业技能鉴定规范》和原化学工业部 1999 年颁布的、由全国化工技工学校教学指导委员会分析组编制的《全国化工技工学校分析专业教学计划》和《全国化工技工学校分析专业分析技术与操作教学大纲》而编写的。

本教材是一本集当今世界最新教学模式、最新分析技术和手段、最新理论和知识，全部采用法定计量单位的崭新教材，它与传统教材相比有如下特点。

一、先进的教学模式

为适应教育教学改革发展、创新以及经济和科技飞速发展的需要，本教材引进和开发了“模块式技能培训”教学模式。此模式把国际劳工组织（ILO）在 20 世纪末开发并传入中国的《模块式技能培训教学模式》（MES）和中国的国情以及分析专业的实际和特点相结合，以系统论、控制论和信息论为理论基础，坚持以技能培训为中心，理论为实践服务的原则，对原职业学校分析专业的传统教材体系进行了大胆的改革，将《化学分析》、《化学分析实验》、《仪器分析》、《仪器分析试验》、《工业分析》、《工业分析实验》、《有机定量分析》、《有机定量分析实验》、《实验室管理》的全部内容以及《工业化学》、《无机化学》、《有机化学》等课程的部分内容，进行了整合，删除陈旧内容，合并了重复部分，提炼出其中为职业学校学生以及分析技术人员的技能和必需知识，并以此构成了全新的教材体系。

此模式在重庆市化工高级技校进行了五年的试点和对比实验，效果良好。试点班学生的职业技能鉴定合格率远远高于对比班。实验证明，这是一种适应职业教育特点的很好的教学模式。

二、崭新的教材结构

在重庆市化工高级技校试点的基础上，经全国部分化工技工学校分析专业的教师多次的研讨，不断改进，不断完善，最终把分析专业应用型人才所需要的技能和知识科学地划分成 96 个模块（MU）和 391 个学习单元并基本依照分析技术人员对专业技能和知识的认知程序由浅入深，由简单到复杂，由基础到综合进行排列，构成了整个教材的总框架。

关于模块和学习单元的划分原则：每个模块里包含若干学习单元，但其中至少有一个学习单元是技能培训单元，没有技能培训单元，就不能构成模块。每个模块后都有该模块的技能考试内容及评分标准，考试合格，该模块学习任务完成，学员也就获得了一种技能。前一模块考试合格方能进入下一模块学习。

每个模块里包含若干学习单元。每个学习单元都有明确的“学习目标”和与其紧密对应的“进度检查”。“进度检查”题型多样、形式灵活。进度检查合格，本学习单元的学习目标达到。

三、广博的内容、现代的技术

为满足不同行业中相关分析工种人员培训的需要，本教材所列 96 个模块，不仅涵

盖了原职业学校分析专业《化学分析》、《化学分析实验》等十余门课程的重要内容，而且还增加了很多新的分析方法、分析设备和仪器以及新标准等内容，为分析专业有关人员及其培训提供了较为全面的知识和技能储备。

其中，仪器分析的多数方法均已涉及；环保分析和综合分析内容也增加很多。虽然内容增加很多，但总体篇幅仍比原传统教材为小。

四、新颖的体例、规范的格式

本教材由于采用MES模式，故没有传统教材章节的划分，只分模块(MU)和学习单元。每个学习单元都有准确的名称、编号、职业领域、工作范围、课时数等固定项目。其具体内容都按学习目标、所需仪器设备、相关学习单元、学习单元内容、进度检查等依序排列。每个图的图题和图注都非常明确。为方便教学，另配有“模块学习单元选择表”和“模块教学流程图”，为使用者的选用以及教师的教学和学生的学习提供了极大的方便。

五、图文并茂、方便自学

为便于学员自学和对教师自身操作技能不足的弥补，本教材绘制了大量的插图，使师生能按图索骥，尽快学会有关操作，降低了教学的难度，节约了教学时间，提高了教学效率，特别适合自学。

六、灵活的使用性

本教材由于内容广博且采用模块结构安排，故具备了使用灵活的特点。根据不同的培训需求，在“模块学习单元选择表”里可将不同的学习单元进行组合以形成不同的模块，再将不同的模块组合形成不同的培训大纲，因此特别适用于石油、化工、医药、环保、建材、冶金、轻工、食品等行业初、中、高级分析技术人员的培训。

而对职业学校分析专业的学历培训，则可根据本校和本地区教学资源（主要指师资和仪器设备）的实际情况，按“模块学习单元选择表”进行选择，其中MU1~MU51为必修模块。而MU52~MU79的仪器分析部分，则可根据培训目标进行选择，如培训目标是中级工，则可选1~2个仪器分析项目所属的相关模块进行教学；如培训目标为高级工，则可选3~4个仪器分析项目所属的相关模块进行教学。MU80~MU96为综合分析和环保检验模块，可做学生综合训练和环保检测专业培训。

七、知识结构的科学性

本教材虽由96个模块组成，结成一体，但从使用和出版的角度考虑，又把它分成了五个分册出版：第一分册《分析室基本知识及基本操作》，包括37个模块；第二分册《化学分析及基本操作》，包括14个模块；第三分册《电化学与光谱分析及操作》，包括14个模块；第四分册《色谱分析及操作》，包括14个模块；第五分册《综合分析及环保检测》，包括17个模块（主要是水和气的分析检测）。

以上把相似内容集中安排，分册出版，大大地方便了使用，降低教学成本。

在本教材的编审过程中，得到了原化学工业部人事教育司、国家石油和化工管理局教育培训中心、化学工业出版社的帮助和指导，得到了重庆市化工高级技校、陕西兴平化工高级技校、南京化工集团公司技校、大连化学集团有限责任公司技校、江西省化工技校、四川省泸州火炬化工厂技校、泸天化集团公司技校、四川省化工技校、四川化工集团公司技校、云南省化工高级技校、陕西省西安医药化工技校、山西省太原工贸学

校、广西南宁石油化工高级技校、广西柳州化工技校、河南省化工高级技校、山东省鲁南化工技校、山东省泰安化工技校等学校的大力支持，在此一并表示感谢。

本教材可作各类职业学校分析专业教材使用，也可作各行业相关分析操作技术人员培训教材使用，还可作为各行业、企事业单位及分析检验和管理工作的有关人员自学或参考。

胥朝褪

前 言

本书是根据中华人民共和国劳动和社会保障部颁布的《中华人民共和国职业技能鉴定规范》，原化学工业部1999年颁布的、由全国化工技工学校教学指导委员会分析组编制的《全国化工技工学校分析专业教学计划》、《全国化工技工学校分析专业分析与操作教学大纲》编写的。本书是分析专业模块教材《分析技术与操作》的第四分册，共14个模块、46个学习单元。

本书主要介绍仪器分析中的气相色谱分析仪器和液相色谱分析仪器的分析测定基本原理、操作使用方法和样品分析。在各类分析仪器使用中又介绍了常见的方法，为教学提供了较大的选择余地，为自学者提供了较全面的知识储备。同时，在各个模块中，还安排为数较多的具体分析项目，为培训学员的操作能力奠定了良好而扎实的基础。每个模块后均设有“技能考试内容及评分标准”。

由于采用新的教学模式，本书特别适合用作各类中等职业学校分析、环保等专业以及企事业单位在职初、中、高级分析技术人员职前、职后培训的教材，也可作相关人员的参考书。

本书由张荣、刘筱琴主编，胥朝禔主审。其中MU66~MU76（即66~76模块）由张荣负责，MU77~MU79（即77~79模块）由刘筱琴负责，欧蜀云、曾祥燕、杨兵、陈本寿四位教师参与了部分模块的编写。全书由张荣统稿整理。

参加本教材审稿的有胥朝禔、王波、马腾文、蔡增俐、杨海栓、张光伟、宁粉英、刘朝平、潘学军、朱瑛、巫显会、陈辉、黄祖海、郭一民、吴兰。

本书在编写过程中，得到了原化学工业部人事教育司、原国家石油和化学工业局教育培训中心、化学工业出版社的帮助和指导，得到全国各化工技校的支持，在此一并表示感谢。

由于采用新的教材模式，无先例可循，再加之经验和水平有限，书中不足之处在所难免，恳请广大读者及时提出宝贵意见，不胜感谢。

编 者

2008年5月

目 录

MU66 气相色谱气路系统操作	1
FJC-66-01 色谱分析概述	1
FJC-66-02 气相色谱分析的基本知识	4
FJC-66-03 高压气瓶的使用操作	7
FJC-66-04 气相色谱仪的结构	10
FJC-66-05 气相色谱仪气路系统连接及检漏	22
FJC-66-06 气相色谱载气流量的测定和校正	29
气相色谱仪的载气流量的测量与校正技能考试内容及评分标准	31
MU67 气相色谱仪的操作	32
FJC-67-01 气相色谱控温单元的启动与调试操作	32
FJC-67-02 热导池检测器和氢火焰离子化检测器结构	40
FJC-67-03 气相色谱使用热导池检测器开机和停机操作	44
FJC-67-04 气相色谱使用氢火焰离子化检测器开机和停机操作	46
FJC-67-05 N2000 色谱工作站的使用	48
热导池检测器开机和停机操作技能考试内容及评分标准	88
MU68 气相色谱进样操作	89
FJC-68-01 气体进样器和液体进样器	89
FJC-68-02 气相色谱进样操作	91
气相色谱进样操作技能考试内容及评分标准	93
MU69 填充色谱柱的制备	94
FJC-69-01 色谱法的基本理论	94
FJC-69-02 气相色谱固定相	96
FJC-69-03 气相色谱固定相的制备	100
FJC-69-04 色谱柱的填充和老化	101
气相色谱固定相的制备操作技能考试内容及评分标准	103
MU70 气相色谱热导池检测器灵敏度的测定	104
FJC-70-01 气相色谱检测器性能基本知识	104
FJC-70-02 气相色谱热导池检测器灵敏度的测定	106
气相色谱热导池检测器灵敏度的测定技能考试内容及评分标准	107
MU71 气相色谱氢火焰离子化检测器灵敏度的测定	109
FJC-71-01 气相色谱氢火焰离子化检测器灵敏度的测定	109
气相色谱氢火焰离子化检测器灵敏度的测定技能考试内容及评分标准	110
MU72 气相色谱的定性分析	111
FJC-72-01 色谱定性分析知识	111
FJC-72-02 气相色谱参数的测试及计算	112

FJC-72-03	气相色谱保留值定性分析	114
	气相色谱参数的测试及计算技能考试内容及评分标准	116
MU73	气相色谱归一化定量分析	118
FJC-73-01	色谱定量分析基本知识	118
FJC-73-02	峰面积及校正因子的测量	119
FJC-73-03	苯、甲苯、乙苯混合物的分析	123
	苯、甲苯、乙苯混合物的分析技能考试内容及评分标准	124
MU74	气相色谱外标法定量分析	126
FJC-74-01	外标法定量分析	126
FJC-74-02	半水煤气的气相色谱分析	127
FJC-74-03	乙醇中少量水分的测定	130
	乙醇中少量水分的测定技能考试内容及评分标准	131
MU75	气相色谱内标法定量分析	133
FJC-75-01	内标法定量分析	133
FJC-75-02	苯乙烯杂质含量的测定	134
FJC-75-03	异丙醇中杂质含量的测定	136
	异丙醇中杂质含量的测定技能考试内容及评分标准	138
MU76	气相色谱仪的维护和保养	140
FJC-76-01	气相色谱仪的维护和保养	140
FJC-76-02	气相色谱仪常见故障及排除方法	143
GC102AT	气相色谱仪和 GC102AF 气相色谱仪色谱信号判断及故障排除技能考试	
	内容及评分标准	149
MU77	高效液相色谱法分析	150
FJC-77-01	高效液相色谱分析的基本知识	150
FJC-77-02	高效液相色谱仪的结构和工作原理	156
FJC-77-03	高效液相色谱仪的操作	161
FJC-77-04	高效液相色谱仪的维护与保养	163
FJC-77-05	对羟基苯甲酸酯类混合物的分析	165
FJC-77-06	工业用丁二烯中叔丁基邻苯二酚的测定	167
	高效液相色谱仪的操作技能考试内容及评分标准	170
MU78	纸色谱法	171
FJC-78-01	纸色谱法的原理	171
FJC-78-02	纸色谱法的操作	173
FJC-78-03	羧基乙酸比移值的测定	176
	纸色谱法技能考试内容及评分标准	178
MU79	薄层色谱法	179
FJC-79-01	薄层色谱法的原理	179
FJC-79-02	薄层色谱法的操作	183
FJC-79-03	异烟肼中游离肼的检查	187
	薄层色谱法技能考试内容及评分标准	189

附录.....	190
附录 1 GC102AT 气体流量计与气路系统图	190
附录 2 GC102AF 气体流量计与气路系统图	191
参考文献.....	192

MU66 气相色谱气路系统操作

学 习 单 元		编号	FJC-66-01
名 称:	色谱分析概述	课时	2
职业领域:	化工、石油、环保、医药、冶金、建材、轻工	日期	
工作范围:	分析		

学习目标

完成本单元的学习之后，能够了解色谱法的分类和气相色谱分析的特点，掌握色谱分析的分选过程。

学习单元内容

色谱法又称色层法或层析法，是一种物理化学分离方法。当色谱分离技术应用于分析化学领域，并与适当的检测手段相结合，就构成了色谱分析技术。

1906年，俄国植物学家茨维特在研究植物叶的色素成分时，将植物叶色素的石油醚提取液倾入一根装有颗粒碳酸钙吸附剂的竖直玻璃柱管中，并不断地以纯净石油醚来冲洗柱子，使其冲洗液自由流下。经过一段时间以后，发现在玻璃管柱内形成间隔明晰、不同颜色的谱带（图 66-01-01），然后按谱带的颜色对混合物进行鉴定分析。当时，茨维特就把这种分离方法命名为色谱法，而把这根玻璃柱管称作色谱柱。

用于化学分离法（如蒸馏、升华、结晶、溶剂萃取）和化学沉淀法所不能分离的那些物理常数相近、化学性质相类似的同系物和异构体等复杂组分的分离，采用色谱分析法都能达到较好的分离效果。在近几十年中，色谱分析法已得到了极其广泛的应用，特别是气相色谱和高效液相色谱的迅速发展，色谱法已成为石油、化工、食品、生物化学、环境保护等各个领域不可缺少的一种分离、分析手段。

一、色谱法的分类

1. 按两相所处状态分类

用液体作流动相的色谱法称为液相色谱法；用气体作流动相的色谱法称为气相色谱法。由于固定相物态的不同，液相色谱法又分为液固色谱法和液液色谱法；气相色谱法又分为气固色谱法和气液色

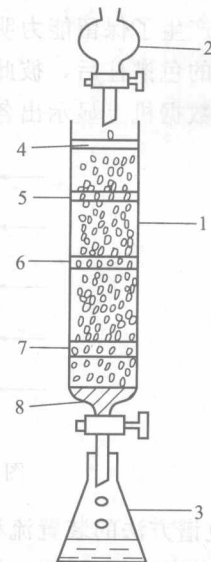


图 66-01-01 色谱分离示意

- 1—装有 CaCO_3 的色谱柱；2—装有石油醚的分液漏斗；3—接收洗脱液的锥形瓶；
- 4—色谱柱顶端石油醚层；5—绿色叶绿素；6—黄色叶黄素；7—黄色胡萝卜素；8—色谱柱出口填充的棉花

谱法。

2. 按固定相使用形式分类

(1) 柱色谱法 将固定相装在柱中, 试样沿一个方向移动而进行分离的色谱法, 称为柱色谱法。柱色谱法又可分为两类, 一类称为填充柱色谱法, 即将固定相填充于玻璃管或金属管内; 另一类称为毛细管色谱法, 即将固定相附在一根细长空心管子的内壁上, 也可把固定相装在玻璃管内, 再拉成毛细管柱, 此柱称为填充毛细管柱。

(2) 纸色谱法 利用滤纸作为固定相, 把试样点在滤纸上, 然后用溶剂展开, 各组分在滤纸上的不同位置以斑点形式显现, 从而达到分离的目的, 这种方法称为纸色谱法。根据滤纸上斑点的位置和大小, 可进行定性分析和定量分析。

(3) 薄层色谱法 将适当粒度的吸附剂作为固定相涂布成薄层, 然后与纸色谱法类似的方法操作, 即可达到分离分析的目的, 这种方法称为薄层色谱法。

3. 按样品组分在两相间分离机理分类

利用组分在流动相和固定相之间的分离原理不同而命名的分类方法, 包括吸附色谱法、分配色谱法、离子交换色谱法、离子色谱法和超临界流体色谱法等方法。

二、色谱分析法的分离过程及流程

1. 色谱法的分离过程

混合组分的样品在色谱柱中分离的依据是: 同一时刻进入色谱柱中的各组分, 由于在流动相和固定相之间溶解、吸附、渗透或离子交换等作用的不同, 随流动相在色谱柱中运行时, 在两相间进行反复多次 ($10^3 \sim 10^6$ 次) 的分配过程, 使得原来分配系数具有微小差别的各组分产生了保留能力明显差异的效果, 进而各组分在色谱柱中的移动速度就不同, 经过一定长度的色谱柱后, 彼此分离开来, 最后按顺序流出色谱柱而进入信号检测器, 在记录仪上或色谱数据机上显示出各组分的色谱行为和谱峰数值 (图 66-01-02)。

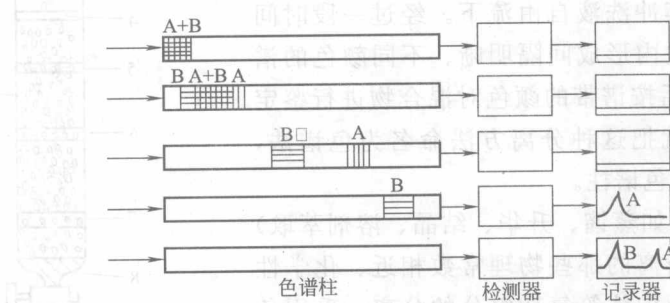


图 66-01-02 样品各组分在色谱柱中分离过程示意

2. 色谱方法的装置流程 (图 66-01-03)

由图 66-01-03 可知, 气相色谱仪一般由载气系统、进样系统、分离系统、检测系统和记录系统 5 部分组成。

3. 样品色谱分析示例

(1) 有机氯农药的分析 (图 66-01-04) 目前有机农药主要为有机磷和有机氯两大类。有机磷农药的急性毒性大, 但易分解; 有机氯农药急性毒性较小, 性质稳定, 不易被破坏。使用选择性监测器, 可直接对有机氯农药进行痕量分析。

(2) 水溶剂中常见有机溶剂的分析 (图 66-01-05) 气相色谱法在环境监测中的应用也十分广泛, 如用于有关气体、水质和土壤的污染情况的分析。

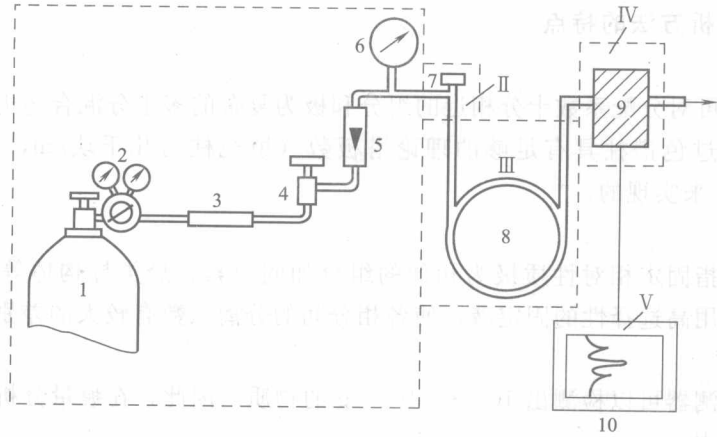


图 66-01-03 气相色谱流程示意

1—高压钢瓶；2—减压阀；3—净化干燥管；4—针形阀；5—流量计；
6—压力表；7—进样器和汽化室；8—色谱柱；9—检测器；10—记录仪

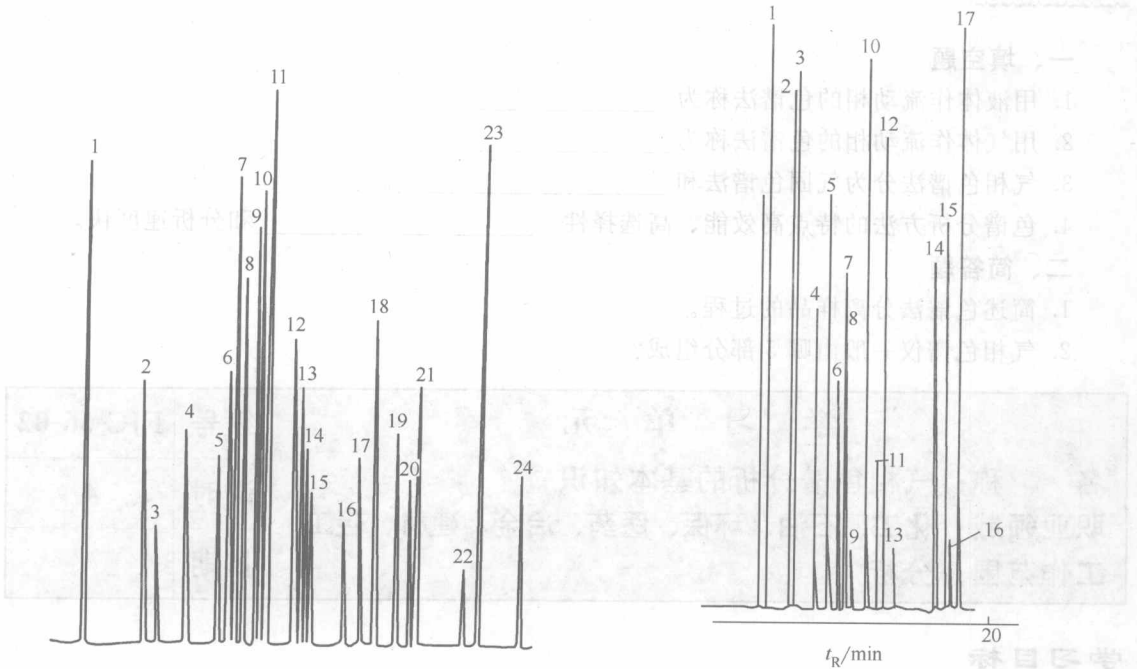


图 66-01-04 有机氯农药的分离分析色谱

色谱峰：1—氯丹；2—七氯；3—艾氏剂；4—碳氯灵；
5—氧化氯丹；6—光七氯；7—光六氯；8—七氯
环氧化物；9—反氯丹；10—反九氯；11—顺
氯丹；12—狄氏剂；13—异狄氏剂；14—二氢灭
蚊灵；15—*p, p'*-DDE；16—氢代灭蚊灵；17—
开蓬；18—光艾氏剂；19—*p, p'*-DDT；20—灭
蚊灵；21—异狄氏剂醛；22—异狄氏剂酮；23—
甲氧 DDT；24—光狄氏剂

色谱柱：OV-101, 20m×0.24mm

柱温：80℃→250℃, 4℃/min

检测器：ECD

图 66-01-05 水溶剂中的分离分析色谱

色谱峰：1—乙腈；2—甲基乙基酮；3—仲丁醇；
4—1,2-二氯乙烷；5—苯；6—1,1-二氯丙烷；
7—1,2-二氯丙烷；8—2,3-二氯丙烷；
9—氯甲代氧丙环；10—甲基异丁基酮；
11—反式-1,3-二氯丙烷；12—甲苯；13—
未定；14—对二甲苯；15—1,2,3-三氯丙
烷；16—2,3-二氯取代的醇；17—乙基戊
基酮

色谱柱：CP-Sil 5CB, 25m×0.32mm

柱温：35℃ (3min) —220℃, 10℃/min

载气：H₂

检测器：FID

三、色谱分析方法的特点

1. 高效能

色谱分析法可对分配系数十分相近的组分和极为复杂的多组分混合物进行分析, 这种高效能作用主要通过色谱柱具有足够的理论塔板数(填充柱为几千块/m, 毛细管柱可达到 $10^5 \sim 10^6$ 块/m)来实现的。

2. 高选择性

高选择性是指固定相对性质极为相似的组分如同位素、烃类异构体等有较强的分离能力。主要通过选用高选择性的固定液, 使各相分间的分离系数有较大的差别而实现分离。

3. 高灵敏度

高灵敏度检测器可以检测出 $10^{-11} \sim 10^{-13}$ g 的物质。因此, 在痕量分析中可大显功效。

4. 分析速度快

一般较为复杂的样品可在几分钟到几十分钟内完成, 快速分析可以在1s内分析6~7个组分。目前电子计算机控制的色谱分析, 使色谱操作及数据处理完全自动化, 速度很快。

进度检查

一、填空题

1. 用液体作流动相的色谱法称为_____。
2. 用气体作流动相的色谱法称为_____。
3. 气相色谱法分为气固色谱法和_____。
4. 色谱分析方法的特点高效能、高选择性、_____和分析速度快。

二、简答题

1. 简述色谱法分离样品的过程。
2. 气相色谱仪一般由哪5部分组成?

学 习 单 元		编号	FJC-66-02
名 称: 气相色谱分析的基本知识		课时	4
职业领域: 化工、石油、环保、医药、冶金、建材、轻工		日期	
工作范围: 分析			

学习目标

完成本单元的学习之后, 能够了解气相色谱仪的操作流程, 掌握色谱分析术语。

相关学习单元

——色谱分析概述

FJC-66-01

学习单元内容

一、色谱分析一般术语

(1) 固定相 色谱柱内、薄层板、薄层棒或纸上(包括纸本身)不移动的, 起分离作用的物质。

- (2) 固定液 固定相的组成部分、指涂渍在载体表面起分离作用的物质。
- (3) 吸附剂 具有吸附活性并用于色谱分离的固体物质。
- (4) 载体 负载固定液的惰性固体物质。
- (5) 流动相 在色谱柱中用以携带试样以及展开或洗脱组分的流体。
- (6) 载气 用作流动相的气体。
- (7) 辅助气体 在色谱分析过程中除通过色谱柱的载气以外的任何气体。
- (8) 色谱图 色谱柱流出物通过检测器系统时所产生的响应信号对时间或流动相流出体积的曲线图，或者通过适当方法观察到的纸色谱或薄层色谱斑点、谱带分布图。
- (9) 色谱柱 内有固定相用以分离混合物组分的柱管。
- (10) 色谱峰 色谱柱流出组分通过检测器系统时所产生的响应信号的微分曲线。

二、色谱参数

- (1) 死时间 (t_M) 不被固定相滞流的组分，从进样到出现峰最大值所需要的时间 (图 66-02-01)。
- (2) 保留时间 (t_R) 组分从进样到出现峰最大值所需的时间 (图 66-02-01)。

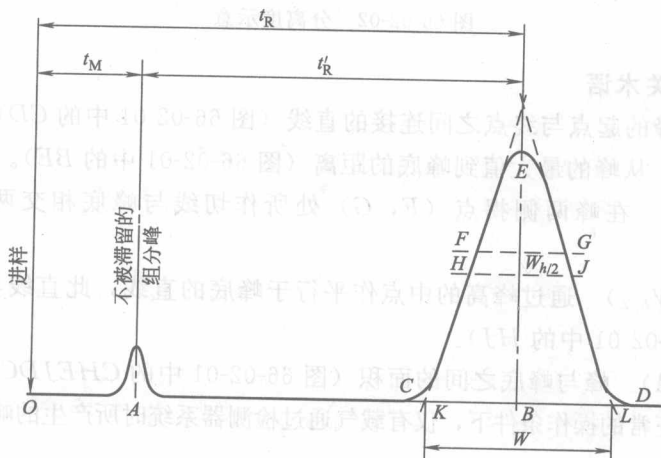


图 66-02-01 色谱流出曲线

- (3) 调整保留时间 (t'_R) 减去死时间的保留时间 (图 66-02-01)。

$$t'_R = t_R - t_M$$

- (4) 死体积 (V_M) 不被固定相滞留的组分，从进样到出现峰最大值所需的载气体积。

$$V_M = t_M F_C$$

式中， F_C 为载气流速，mL/min。

- (5) 保留体积 (V_R) 组分从进样到出现峰最大值所通过的载气体积。

$$V_R = t_R F_C$$

- (6) 调整保留体积 (V'_R) 减去死体积的保留体积。

$$V'_R = V_R - V_M$$

- (7) 相对保留值 ($r_{i,s}$) 在相同的操作条件下，组分与参比组分的调整保留值之比。

$$r_{i,s} = \frac{t'_{R(i)}}{t'_{R(s)}} = \frac{V'_{R(i)}}{V'_{R(s)}}$$

- (8) 分配系数 (K) 在平衡状态时，组分在固定液与流动相中的浓度之比。

$$K = \frac{C_L}{C_G}$$

(9) 分离度 (R) 两个相邻色谱峰的分度程度, 以两个组分保留值之差与其平均峰宽之比表示 (图 66-02-02)。

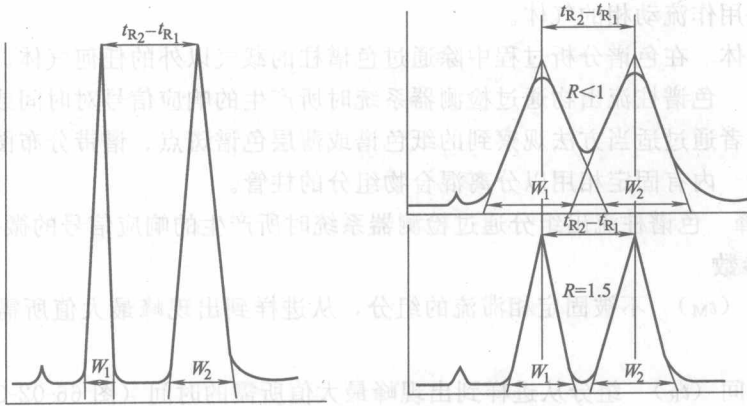


图 66-02-02 分离度示意

三、色谱图相关术语

(1) 峰底 从峰的起点与终点之间连接的直线 (图 66-02-01 中的 CD)。

(2) 峰高 (h) 从峰的最大值到峰底的距离 (图 66-02-01 中的 BE)。

(3) 峰宽 (W) 在峰两侧拐点 (F, G) 处所作切线与峰底相交两点间的距离 (图 66-02-01 中的 KL)。

(4) 半峰宽 ($W_{h/2}$) 通过峰高的中点作平行于峰底的直线, 此直线与峰两侧相交两点之间的距离 (图 66-02-01 中的 HJ)。

(5) 峰面积 (A) 峰与峰底之间的面积 (图 66-02-01 中的 $CHEJDC$)。

(6) 基线 在正常的操作条件下, 仅有载气通过检测器系统时所产生的响应信号的曲线。

进度检查

一、填空题

某色谱图 66-02-03 中的死时间为 $O'A'$, 保留时间为 _____, 调整保留时间为 _____, 峰高为 _____, 半峰宽为 _____。

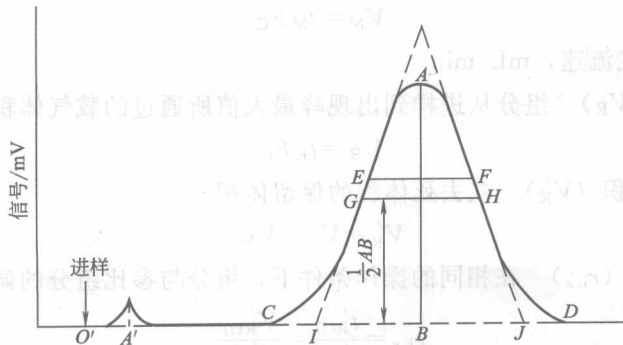


图 66-02-03 某色谱图

二、判断题（正确的在括号内划“√”、错误的划“×”）

1. 色谱柱内不移动的，起分离作用的物质称为固定相。 ()
2. 涂渍在载体表面起分离作用的物质称为固定液。 ()
3. 负载固定液的惰性固体物质称为载体。 ()
4. 色谱图 66-02-03 中的 CD 段称为峰底。 ()

三、选择题

1. 通常把色谱柱内不移动的、起分离作用的固体物质为 ()。
 - A. 担体
 - B. 载体
 - C. 固定相
 - D. 固定液
2. 具有吸附活性并用于色谱分离的固体物质为 ()。
 - A. 吸附剂
 - B. 载体
 - C. 载气
 - D. 辅助气体
3. 在平衡状态时，组分在固定液与流动相中的浓度之比为 ()。
 - A. 调整分离时间
 - B. 分离度
 - C. 分配系数
 - D. 相对保留值
4. 组分从进样到出现峰最大值所需的时间为 ()。
 - A. 死体积
 - B. 调整保留时间
 - C. 保留时间
 - D. 死时间

学 习 单 元		编号	FJC-66-03
名 称：高压气瓶的使用操作		课时	2
职业领域：化工、石油、环保、医药、冶金、建材、轻工		日期	
工作范围：分析			

学习目标

完成了本单元的学习之后，能够依据气瓶颜色确认瓶内气体名称，掌握高压气瓶的操作使用方法。

所需仪器、药品和设备

序号	名称及说明	数量
1	H ₂ 高压气瓶和 N ₂ 高压气瓶	各 1 个
2	扳手	1 个
3	H ₂ 减压阀和 O ₂ 减压阀	各 1 个

学习单元内容

一、气瓶的结构及标记

高压气瓶是高压容器，内装各种压缩气体或液化气体，它是用无缝合金钢管或碳素钢管制成的圆柱形容器，其壁厚为 5~8cm，容量为 12~55L，底部呈圆形，顶部装有启闭气门（即气瓶开关阀），气门侧面（支管）接头上的连接螺纹，用于可燃气体的为左旋（反向），用于非可燃气体的为右旋（正向）（图 66-03-01）。