

国外 气相色谱分析方法选辑

(参考资料)

山东大学化学系
山东省化学石油研究所

一九七四年三月

說 明

“国外气相色谱分析方法选辑”收集了国外有关期刊上近几年来发表的文章共179篇，按照分析对象归纳成十类，供从事气相色谱分析的工作人员参考。

由于气相色谱技术应用范围日益广泛，每年发表的文章达数千篇之多，要全面收集确有困难，我们选题的主要原则是，分析方法要有一定的代表性；分析条件要尽量结合我国情况。以期使这份参考资料具有一定的实用价值。希望同志们按照毛主席“洋为中用”的教导，有分析地、有批判地应用这些方法。

鉴于编译者水平所限，收集的资料很不完全，且缺乏实践检验，一定存在着许多缺点和错误，欢迎提出批评和意见。

山 东 大 学 化 学 系
山 东 省 化 学 石 油 研 究 所

目 录

一、气体和气态烃

1. 低温下 Porapak Q 柱对 He^+ 中 He^+ 、 Ne 和 H_2 分离的评价	1
2. 气相色谱测定 Ar 、 O_2 和 N_2	2
3. 在室温下用气相色谱测定 H_2 、 N_2 、 O_2 、 CH_4 、 Kr 和 CO_2	2
4. 瓶装饮料气中 Ar 和 O_2 含量的气相色谱分析	3
5. 液化石油气的色谱分析	4
6. 用填充 Al_2O_3 的玻璃毛细管柱定量分析气态烃	5
7. 气相色谱法分析炼厂富氢	7
8. 一根 Porapak 柱能一次分离 C_1-C_4 气态烃	9
9. C_1-C_6 烃类的色谱分析	10
10. 用一种特殊排列的柱子分析某些无机气体和气态烃	11
11. 一种双气路气相色谱技术用于永久性气体和 C_1-C_4 烃混合物的分析	12
12. 双柱气相色谱法用于分析轻质气体	14
13. 某些无机气体和轻质烃的恒温气相色谱分析法	15
14. 稀有气体、惰性气体和气态烃混合物的气相色谱分离	16
15. 并联双柱用于色谱分析	18
16. 简单气体混合物的快速分析	19
17. 气相色谱分析空气中的反应气	19
18. 气相色谱分析 N_2 、 O_2 、 Ar 、 CO 、 CO_2 、 H_2S 、 COS 和 SO_2	23
19. N_2 、 O_2 、 Ar 、 CO 、 CO_2 、 H_2S 和 SO_2 的色谱分析	24
20. 气相色谱法一次进样全分析 N_2 、 N_2O 、 CO_2 、 Ar 和 O_2 的混合物	25
21. 用不饱和——分辨色谱法分析杂质烃混合物	26
22. 甲烷中 $p.p.b.$ 级烃的色谱分析	28
23. 碳分子筛柱用于气相色谱痕量分析	29
24. 用三柱串联测定氮气中痕量氧、一氧化碳、甲烷、二氧化碳、乙烯和乙烷	30
25. $p.p.m.$ 级二氧化碳的气相色谱测定	31
26. 纯 He 中痕量 H_2 的色谱分析	32
27. 气相色谱气体分析例集	33

二、烃类

1. 石脑油中环烷、正烷和异烷烃的气相色谱分析	41
-------------------------	----

2. 原油中烷烃的毛细管色谱测定	43
3. 戊烯异构体的色谱分析	44
4. C_6 不饱和烃混合物的分析	45
5. 工业级苯的色谱分析	46
6. 二乙基苯异构体的气相色谱分离	47
7. 芳烃异构体的快速色谱分析	47
8. 直馏汽油中, 微量芳烃的色谱分析	48
9. C_1-C_{10} 饱和烃中 C_6-C_{10} 芳烃的毛细管色谱分析	49
10. 毛细管柱分析原油中 375—435° F 沸程的芳烃馏份	50
11. 80°—180°C 混合芳烃的毛细管色谱分离	51
12. 萘的同系物的气相色谱分析	52
13. 萘类混合物的分析	54
14. C_{12} 烷基萘和甲基联苯的毛细管色谱测定	54
15. 联苯类的气固色谱分析	56

三、含氧化合物

1. 稀水溶液中 C_1-C_6 醇类气相色谱测定	57
2. C_1-C_6 醇类的分析	58
3. 环氧化物、二元醇的色谱分离	58
4. 丙二醇中丁二醇 -2,3 的色谱测定	59
5. 乙二醇、二甘醇和甲醇的气液色谱分析	59
6. 甘油及甘油醋酸酯的色谱分析	60
7. 用毛细管柱定量分析低沸点酚类三甲基硅醚衍生物	61
8. 酚类的毛细管色谱分离及鉴定	62
9. 酚类色谱分析校正数据	63
10. 木质素中酚类的气相色谱分析	64
11. 双酚 A 及其杂质的气相色谱分析	66
12. 甲醛的色谱分析	68
13. 异丙醇脱氢粗产物的色谱分析	68
14. 分析低沸点含氧、含氮化合物中的水	69
15. 用球状多孔聚合物分析乙烯、二氧化碳、环氧乙烷和水	69
16. 游离脂肪酸的色谱分析	70
17. 脂肪酸及二氯酚的毛细管色谱分析	71
18. 非挥发性植物酸的甲酯的气相色谱分析	73
19. 苯二甲酸二辛酯中 <i>p.p.m.</i> 级杂质的测定	74
20. 气相色谱测定发射火药组成中的增塑剂	75
21. 甲苯甲酸的气相色谱分析	76

22. 1—6 元苯羧酸的气相色谱分析·····	77
23. 苯酐及其杂质的色谱分析·····	79
24. 苯酐的气液色谱定量分析·····	79
25. 用热解其四甲基铵盐法测定脂肪酸、芳香酸·····	81

四、含氮、鹵、硫化化合物

1. 丁烷气相硝化产物的色谱分析·····	82
2. 胺类的色谱分离·····	83
3. 吡啶碱、胺类的毛细管色谱分析·····	83
4. 吡啶同系物的色谱分离·····	85
5. 二氨基甲苯异构体的色谱分析·····	85
6. 直接气液色谱法分离, 测定二氨基甲苯异构体·····	86
7. 二甲基苯胺异构体的气液色谱分离·····	87
8. 间、-对苯二甲二胺及其三氟乙酰衍生物的气相色谱分析·····	88
9. 三硝基甲苯异构体的气相色谱测定·····	90
10. 甘油硝化衍生物的气相色谱测定·····	91
11. 异氰酸酯的气液色谱分析·····	92
12. 烷基取代脲素的色谱分析·····	93
13. 蒽醌染料及中间体的气液色谱分析·····	94
14. 1,2- 二氯乙烷中氯化烃的色谱分析·····	96
15. 全氟烷在火焰离子化鉴定器上的响应因子·····	97
16. 利用气相色谱法分析氯化苯混合物·····	97
17. 氯苯类的色谱分离·····	98
18. 溴代苯的气相色谱分析·····	99
19. 一氯和二氯苯胺异构体的气相色谱分离·····	101
20. 氯代酚混合物的色谱分析·····	102
21. 低分子量烷基硫醇和硫醚的毛细管色谱分析·····	103
22. 石油试样中含硫化合物的测定·····	104
23. 原油中环状硫化物的鉴定·····	105
24. 气相色谱法测定有机化合物中硫的含量·····	106

五、高分子合成材料

1. 高聚物鉴定用的各种裂解器比较·····	107
2. 聚酰胺树脂的均聚物和共聚物的气相色谱分析·····	111
3. 聚酰胺中环状单体和环状齐聚物的色谱测定·····	113
4. 聚酰胺树脂组成的气相色谱测定·····	115
5. 尼龙 6—66 共聚物的裂解色谱分析·····	117

6. 对苯二甲酸二乙二醇酯予聚物的气相色谱分析	118
7. 分级聚苯乙烯的裂解气相色谱考察	120
8. 分级聚碳酸酯的裂解色谱考察	121
9. 用裂解气相色谱法鉴定和分析氨基甲酸乙酯泡沫塑料	122
10. 聚烯烃的裂解色谱法	123
11. 莱塞裂解气相色谱法用于高聚物的分析	126
12. 用裂解气相色谱法测定丙烯酸塑料中的聚苯乙烯	127
13. 裂解气相色谱法用于分析高冲击强度聚苯乙烯中的聚丁二烯含量	128
14. 蔡塞尔反应——气相色谱法和红外光谱联合应用定量分析丙烯酸高聚物	129
15. 天然橡胶、丁苯橡胶和乙丙三元共聚橡胶混合硫化产品的裂解色谱定量分析	130
16. 苯基聚合物和苯醚的裂解气相色谱分析	131

六、农药

1. γ -666和环二烯类及DDT类混合农药的分析	134
2. 工业666的色谱分析	135
3. 1,2-二溴-3-氯丙烷的色谱分析	139
4. 游离酚农药的色谱分析	140
5. 二硝基烷基酚类农药的分析	141
6. 杀虫剂二嗪农(地亚农, <i>Diazinon</i>)的分析	142
7. 农药在OV-17固定相上的气相色谱分离	144
8. <i>Tephrosia Vogelii</i> 萃取物中鱼藤酮(<i>Rofenone</i>)和鱼藤素(<i>Deguelin</i>)的测定	146
9. 八种氨基甲酸酯(农药)的分析	147
10. 一些农药的残留分析	149
11. 混合氯代杀菌剂的分离鉴定	154
12. 肥料中五氯硝基苯(PCNB 杀菌剂)含量的分析	155
13. 乳化用原液及家畜消毒液中二噁磷(<i>Dioxathion</i>)和 <i>Chlorfenvinphos</i> [2-氯-1-(2,4-二氯苯)乙烯基二乙基磷酸酯]的分析	156
14. 杀菌药物氯代百里酚的分析	158
15. 复合农药中氯苯氧基羧酸及含氯苯甲酸等除草剂的分析	159
16. 用电子俘获鉴定器分析尿素衍生物除草剂	161
17. 气相色谱区分除草剂 <i>Benefin</i> 和 <i>Trifuralin</i>	163
18. 除草剂氯丙兰(CIPC)的分析	164

七、医药

1. 气相色谱法直接测定各种青霉素	165
-------------------	-----

2. 新霉素的分析	168
3. 红霉素及其衍生物的气相色谱测定	169
4. 维生素丙的测定	171
5. 药丸中维生素E或它的乙酸酯及丁二酸单酯的鉴定	172
6. 维生素混合物的气相色谱分析	173
7. 复方感冒药中不稳定组分的分析	174
8. 复方感冒药中解热镇痛药、安眠药及抗组织胺药等的分析	176
9. 乙酰水杨酸(阿司匹林)的测定	178
10. 配方中混合磺胺药物的分析	179
11. 巴比土酸盐(Barbiturate)的分析	180
12. 药物制剂中各种共轭雌激素成分的测定	182
13. Diethyl Stilbestrol (合成雌激素类药物) 中 Diethyl Stilbestrol 二甲醚含量的分析	183
14. 应用双柱直接进样系统分析抗组织胺药物	185
15. 临床中紧急药物分析	186

八、生物化学、医学

1. 气相色谱用于20种氨基酸的快速测定	193
2. 单柱气液色谱法分析20个蛋白质氨基酸	194
3. 蛋白质氨基酸的气液色谱分析	195
4. 三甲基硅烷基(TMS)核甙的气相色谱分析: 胞啶和 脱氧胞啶的 TMS- 甲氧肟衍生物的分析	199
5. 有机碱及磷的组成的气相色谱分析	203
6. 色胺及有关吲哚碱的气相色谱分析、分离和鉴定	204
7. 嘌呤与嘧啶碱的气液色谱分析	206
8. 以气相色谱法定量测定单糖	207
9. 复杂生物试样的裂解气相色谱分析	209
10. 电子俘获鉴定器分析组织中的氯代烃类农药	211
11. 同时测定血液中的低级醇、乙醛及丙酮	214
12. 电子俘获气相色谱法快速分析血液和血浆中毫微克量的铬	215
13. 以气液色谱法对尿的组份的一般筛选	216
14. 尿中芳香酸的气液色谱分析与测定	217
15. 气相色谱分辨怀孕与未怀孕妇女尿中的甾体化合物	219
16. 代谢概况: 用气相色谱法和气相色谱——质谱法研究人体内的代谢物	221
17. 用裂解气相色谱法区别正常及病理细胞	230
18. 羊水的裂解气相色谱——确诊胎儿先天不正的一种预见方法	232

九、大气和水的污染

1. 空气中氧化氮的分子筛富集——气相色谱法测定	234
2. 空气中低浓度 10^{-9} 活性硫化物的色谱分析	236
3. 空气中 <i>p.p.b.</i> 级硫化物的气相色谱测定	237
4. 空气、硫化氢和水的气相色谱分离	238
5. 气相色谱定量测定水中二甲亚砷的含量	240
6. 微克量的酚类的气相色谱分析	241
7. 直接使用水样测定痕量的吡啶和0-苯基苯酚的气相色谱分析	243
8. 水中痕量胺盐的气相色谱分析	244
9. 湖水中氨三乙酸的气相色谱法	245
10. 海水中烃类污染物的色谱鉴定	247
11. 水中汽油的气相色谱测定	248

十、无机物

1. 三氯化砷和四氯化锡的色谱分析	251
2. III、IV族元素卤化物的色谱分析	251
3. 无机氟化物的气相色谱分析	252
4. 铝、镓、铟混合物溶剂萃取色谱分析	253
5. 金属羰基化合物的气相色谱分析	254
6. 无机阴离子三甲基硅烷衍生物的气相色谱测定	255
7. 固化盐中硫化物、亚硫酸盐和碳酸盐的气相色谱测定	256
8. 汽油中烷基铅和清洗剂 (Scavenger) 卤代烷的同时色谱测定	257
9. 铅抗爆添加剂的色谱分析	258
10. 液体中水份的气相色谱测定	259

一、气体、气态烃

近代气相色谱技术最早应用于气体和气态烃的分析。至今资料报导很多,方法也较成熟。近年来,随着新固定相、新分离技术的不断出现,气体和气态烃的分析又提高到一个新的水平。

本类收集了若干不同类型的气体分析例子,包括永久性气体,气态烃,工业原料气,反应气以及痕量杂质分析等,其中有较成熟的常规分析方法,也有新近发展起来的先进技术。除力求例子具有一定的代表性外,重点是选择不同的流程和独特的技巧,供参考、比较。可以看出,同一个分析项目可以用几种不同的方法解决,方法不同其效果显然也是很不一样的。因此,分析一个样品,除必要的基本理论指导外,选择合理的技术流程也是有效分析的重要因素之一。

1. 低温下 Porapak Q 柱对 He^4 中 He^3 , Ne 和 H_2 分离的评价

G. W. Weems, J. Chromatog. Sci., 1971, 444

介绍一种在低温下用 Porapak Q 柱对 He^4 中 He^3 、 Ne 、 H_2 、 N_2 、 O_2 、 Ar 的色谱分析法。低温是用酒精—干冰和液氮获得的。用 He^4 作载气,分析 He^3 中的痕量杂质,最小检出量为 1 个 p.p.m. 文中对 Porapak Q 柱在不同温度下的性能进行了评价。

1. 实验条件: 热导池鉴定器, 柱长 4.9 米, 内径 0.47 厘米, 装 80/100 目 Porapak Q, 柱温 194°K , He^4 流速 60 ml/分, 桥电流 400 毫安, 进样量 8.3 ml.

2. 分析结果: 在 194°K 温度下分离结果见图 1—1.

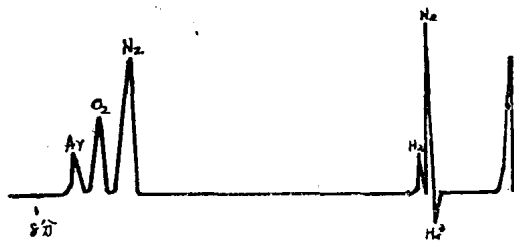


图1—1 He^4 中 He^3 、 Ne 、 H_2 色谱图

2. 气相色谱测定 Ar 、 O_2 和 N_2

E. J. Havlena, J. Gas Chromatog., 1968, 419

本文介绍一种用一根色谱柱，一个鉴定器能同时测定 Ar 、 O_2 和 N_2 的色谱法。色谱柱由两段组成，前一段装 5A 分子筛，后一段装 3/4 *Porapak T* 和 1/4 涂 $PdCl_2$ 的 *Porapak Q*，两段连接好后在 $180^\circ C$ 下通 H_2 还原 $PdCl_2$ ，直到还原完为止。气样首先经过分子筛部分分离为 $Ar + O_2$ 和 N_2 两组，然后继续进入中间装有钯催化剂的固定相， O_2 在 H_2 载带下，在催化剂上反应生成 H_2O ，最后再经过 *Porapak Q* 而进入鉴定器。用本设备可测 O_2 含量为 5×10^{-3} 克分子。一次进样 6 分钟出完。

1. 实验条件：热导池鉴定器，桥电流 200 毫安，色谱柱第一段长 9 呎，1/4 吋铜管、装 30—40 目 5A 分子筛， $350^\circ C$ 活化 1 小时。第二段长 4 呎，1/4 吋铜管，其中 3 呎装 80—100 目 *Porapak T*，1 呎装 80—100 目涂 $PdCl_2$ 的 *Porapak Q*。 H_2 流速 95 毫升/分。柱温 $110^\circ C$ ，进样量 0.5 毫升。

2. 分析结果：用上述方法得到的色谱图见图 1—2。

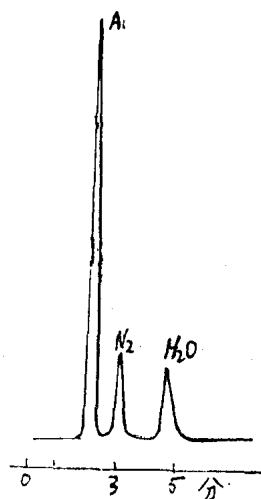


图 1—2 Ar 、 O_2 、 N_2 分离色谱图

3. 在室温下用气相色谱测定 H_2 、 N_2 、 O_2 、 CH_4 、 Kr 和 CO_2

G. C. Carle, J. Chromatog. Sci., 1970, 550

测定 H_2 、 N_2 、 O_2 、 CH_4 、 CO_2 和 Kr ，一般都用双柱，用单柱则必需采用程序升温。本文介绍一种方法，用单柱室温下就能分开上述组分，其特点主要是固定相 *Porapak Q* 经过磷酸处理。

1. 实验条件：热敏电阻鉴定器，柱长 23 呎，管径 0.0625×0.010 吋不锈钢，固定相 100—120 目 *Porapak Q* 涂 0.01% 磷酸，柱温 $20^\circ C$ ，桥电流 11 毫安， He

流速 15 毫升/分。

2. 分析结果：用上述实验条件获得下面色谱图。

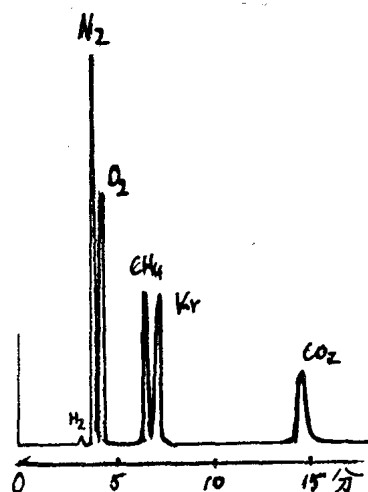


图 1—3 H_2 , N_2 , O_2 , CH_4 ,
 Kr 和 CO_2 分离色谱
图

4. 瓶装饮料气中 Ar 和 O_2 含量的气相色谱分析

A. M. Jamieson, J. Chromatog. Sci., 1971, 750

啤酒的香味和物理稳定性的考察是经常对其中 O_2 的含量进行分析。 Ar 是惰性气体但干扰 O_2 值的测定。有人认为， Ar 虽惰性，但当瓶中空气为啤酒吸收而剩下的 Ar 的浓度就相应增高。以前分析啤酒气有两个缺点，一个是容易漏气取样不准，另一个是热导池易损坏。本文介绍用超声波检定器和橡皮垫的进样方法，样品从 2 毫升减到 0.2 毫升，使响应值增加 100 倍，灵敏度增加了 1000 倍，并且重复性和可靠性也提高了，10 分钟可进行一次实验。

1. 仪器：改进的气相色谱仪、Micro-Tek U-70 超声波检定器，1 毫伏记录器。

2. 实验条件：6 呎 $\times$ 1/8 吋不锈钢柱，60—80 目 5A 分子筛，300°C He 气流下予处理 24 小时，低温浴用丙酮加干冰，高温用室温下丙酮， He 流速 60 毫升/分。

3. 分析步骤：取样气贮于汞容器中，把色谱柱浸在低温浴中，搅拌使温度平衡，调节记录器和积分仪，先用最高灵敏度挡， Ar 出完后测 O_2 时灵敏度衰减， O_2 出完测 N_2 时，灵敏度再衰减。

4. 分析结果：用上述流程获得的色谱图见图 1—4。

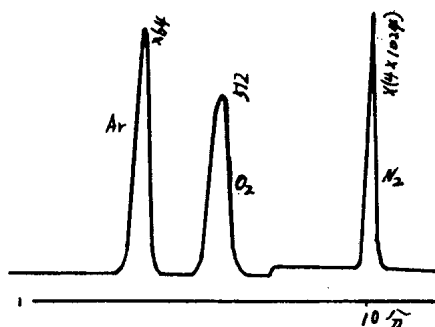


图1—4 Ar 、 O_2 、 N_2
分离色谱图

Ar 2.03%

O_2 20.0%

N_2 78.0%

5. 定量：定量进样，校正曲线法定量。

5. 液化石油气的色谱分析

J. Inst. Petro., 1969, 48

此法是作为标准方法提出的， C_2-C_4 烷，烯烃都可完全分离，但甲烷， C_5 烃及乙炔不能测定， H_2S 会使固定相 $AgNO_3$ 寿命降低，应除去。

1. 实验条件：热导池鉴定器，柱长 12 米 $\times$ 5 毫米内径不锈钢，固定相 60—85 目酸洗、水洗耐火砖，涂 20% 癸二酸二辛酯，用于装前 6 米柱，同样耐火砖涂 7.5% $AgNO_3$ + 5% 三甘醇，用于装后 6 米，柱温 $40^\circ C$ ， He 流速 55—65 毫升/分。

2. 分析结果：用上述实验条件分析石油气获得下面色谱图。

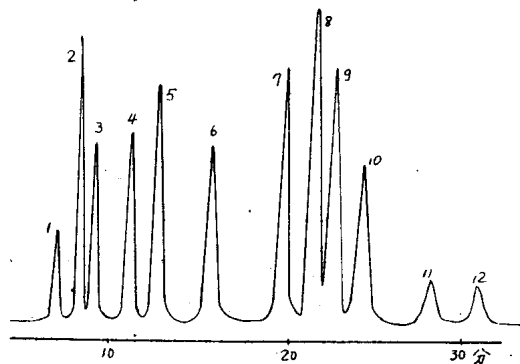


图1—5 液化石油气
色谱图
峰号见下表

3. 定性定量：石油气各组分相对保留和校正因子见下表：

组 分	相对保留	校正因子	组 分	相对保留	校正因子
1. 空气 + 甲烷	0	—	7. 正 丁 烷	1.00	1.00
2. 乙 烷	0.10	1.67	8. 异 丁 烯	1.12	1.04
3. 乙 烯	0.15	1.79	9. 正 丁 烯	1.20	1.05
4. 丙 烷	0.31	1.32	10. 反丁烯-2	1.37	1.00
5. 丙 烯	0.42	1.35	11. 顺丁烯-2	1.65	0.98
6. 异 丁 烷	0.67	1.04	12. 丁二烯-1,3	1.75	1.06

定量计算用归一化法乘校正因子，面积计算用峰高 $\times$ 半宽法。

6. 用填充 Al_2O_3 的玻璃毛细管柱定量分析气态烃

N. G. McTaggart, J. Inst. Petro., 1968, 265

用填充活性 Al_2O_3 的玻璃毛细管柱定量分析 C_1-C_5 气态烃。为了降低 Al_2O_3 活性，使柱子保持在高分离效率和性能稳定，在气路中装一个放有 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 的饱和器，对填充好的 Al_2O_3 进行改性。用这种柱子和一般填充柱对 C_1-C_5 烃的分析进行对比，结果认为填充毛细管柱具有下列优点：①只需用一台仪器一根柱子，②分析时间快一倍，③柱稳定性好，寿命长。缺点是：①柱子较脆易坏，②较难制备，③气样中如有无机气体需用另外仪器进行分析。

1. 实验条件：氢焰离子化鉴定器。色谱柱：长 40 呎，内径 0.012 吋(0.5mm) 玻璃毛细管。固定相：100—150 目 γ -活性 Al_2O_3 ，400°C 活化 9 小时。柱温 80°C。饱和器内装 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ，30°C。载气 H_2 。分流比 1:500。

2. 分析结果：用上述实验条件获得下面色谱图。

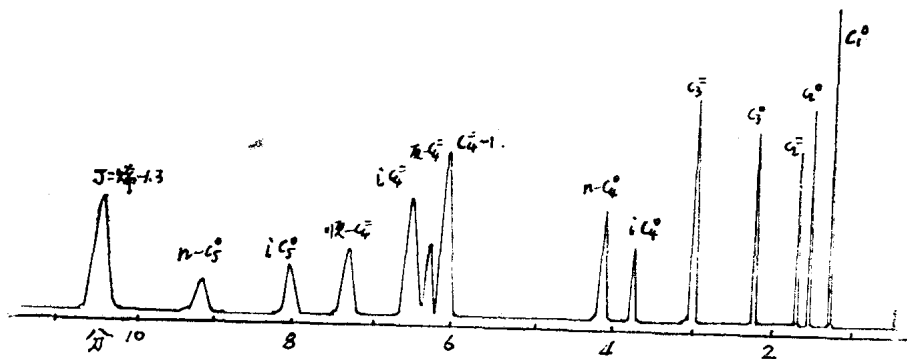


图 1—6 C_1-C_5 烃分离色谱图

3. 定性定量：各组分相对保留和校正因子见下表。

校正因子（正丁烷 = 1.00）（氢火焰）

组 分	实验值	理论值	相对保留
甲 烷	1.10	1.11	0.00
乙 烷	1.06	1.03	0.10
乙 烯	0.99	0.97	0.16
丙 烷	1.02	1.01	0.35
丙 烯	1.00	0.97	0.61
异 丁 烷	1.05	1.00	0.88
正 丁 烷	1.00	1.00	1.00
丁 烯 - 1	0.92	0.97	1.68
反 丁 烯 - 2	0.92	0.97	1.75
异 丁 烯	0.92	0.97	1.82
顺 丁 烯 - 2	0.95	0.97	2.09
丁二烯 - 1,3	0.91	0.93	3.14
异 戊 烷	0.95	0.99	2.33
正 戊 烷	0.88	0.99	2.72
戊 烯 - 1	0.86	0.97	4.52

理论值计算举例

甲烷分子量 16.04，一个碳原子 = 12.01， $\frac{\text{分子量}}{\text{碳原子量}} = 1.34$ 。

正丁烷分子量 58.12，4 个碳原子 = 48.04， $\frac{\text{分子量}}{\text{碳原子量}} = 1.21$ ，

$\frac{1.34}{1.21} = 1.11$ （甲烷的理论校正因子）

定量讨论：

作者从实验中测出的校正因子与按公式计算的校正因子相差较大，认为校正因子不能简单搬用，每台仪器要自己做。以 $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$ 为 1，定量误差在 10% 以内， C_s 比较低。

7. 气相色谱法分析炼厂富氢

Preprints, Vol 12. No. 2, 1967, B-31

炼厂富氢气中除含有大量 H_2 外, 还含有少量 N_2 , CO_2 , NH_3 , H_2S , C_1-C_5 烷烃和 H_2O , O_2 一般是不存在的, 但由于易漏进空气, 所以在分析时, 实际上常含有 O_2 , 对上述组分的分析, 一般需用二台或三台色谱才能完成。本文介绍的是一种双柱连接两个四通活塞的变温色谱, 用这种设备, 一次进样, 30 分钟以内就可对上述样品进行全分析, 经过对 22 种不同炼厂气的考察, 结果表明, 此设备的适用性很广, 可用于常规分析。

1. 实验条件: 热导池鉴定器, 柱 I 长 4 呎, 外径 1/4 吋不锈钢, 装 80—100 目 Porapak Q, 柱 II 长 6 呎, 外径 1/4 吋不锈钢, 装 50—80 目 Porapak Q, 混合载气流速, 参考臂和测定臂均为 100 毫升/分, 混合气比例 H_2 8.5%, He 91.5%, 实验流程见图 1—7—1。

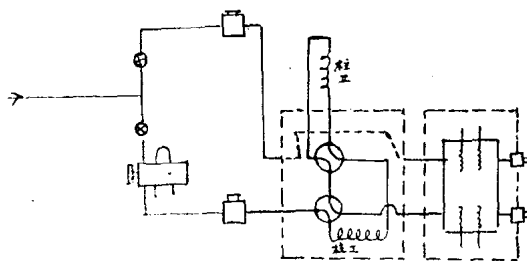


图 1—7—1 色谱流程图

2. 分析步骤:

- ①进样前两柱串联, 活塞位置为 1, 两柱均为室温。
- ②进样后 1 分钟, H_2 已出完, O_2 、 N_2 、 CH_4 和 CO_2 已由柱 I 进入柱 II, 此时关柱 II, 活塞位置如 2。
- ③柱 I 由室温程序升温到 $125^\circ C$, 柱 II 由室温放到盛干冰的保温瓶内, 柱 I 的 CO_2 、 NH_3 、 H_2O 、 H_2S 和 C_2-C_4 相继出峰, 在正丁烷出完后, 反冲柱 I 加快赶出 C_5 , 此时活塞位置如 3。
- ④柱 I 全部出完后, 打开柱 II, 此时活塞位置 4 和 1 相同, 在 N_2 、 O_2 和 CO 出完后, 反冲柱 II, 加快赶出 CH_4 , 此时活塞位置如 5, 详见图 1—7—2, 1—7—3, 1—7—4。

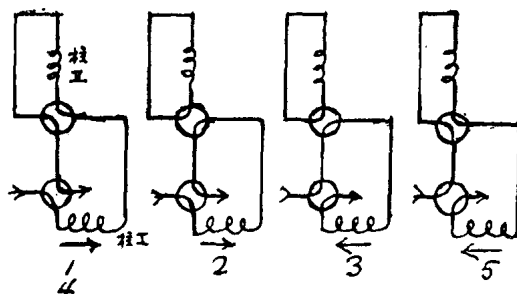


图 1—7—2 活塞位置流程图

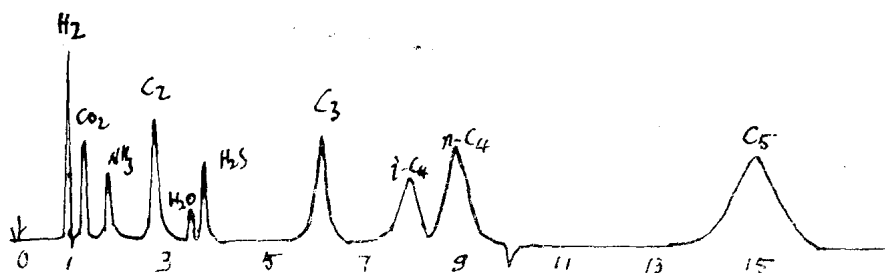


图 1—7—3 组分分组示意图

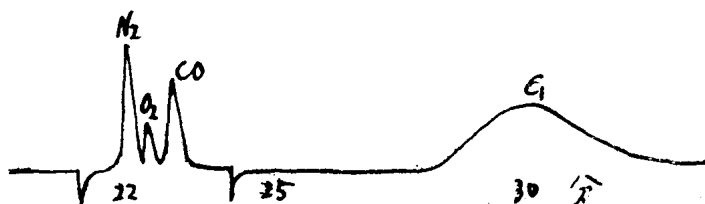


图 1—7—4 炼厂气色谱图

3. 定量：采用校正曲线法定量，根据所测得的各组分的相对响应值，以 CH_4 为 1，换算为一定的 K 值，计算时把测量的峰面积乘上该 K 值，即为某组分的含量。峰面积是采用峰高 $\times$ 半宽法计算的，用此法和质谱对某一炼厂气作了分析比较，结果见表 1。

表1 色谱和质谱分析结果比较

组 分	G	M	G	M	G	M	G	M
H_2	81.6	83.4	71.6	68.15	62.3	61.35	89.6	86.5
N_2	痕	0.68	0.3		20.7	18.59	0.1	2.3
O_2								
CO			11.2	13.62	1.8	3.38		
CO_2			8.2	9.98	14.4	16.28	痕	0.1
H_2S								
C_1	5.2	4.47	7.9	8.14	0.1	0.31	3.5	4.4
C_2	4.9	4.00	0.8	0.08	0.7	0.04	3.2	3.4
C_3	4.8	4.22	痕		痕		3.4	3.1
$i-C_4$	0.9	1.47	痕	0.03	痕	0.05	0.1	0.2
$n-C_4$	1.1	0.74	痕		痕		0.1	
C_5	1.15	1.00					痕	0.01
H_2O	0.4							

8. 一根 Porapak 柱能一次分离 C_1-C_4 气态烃

Marijan Papic, J. Gas Chromatog., 1968, 493

C_1-C_4 气态烃的分析, 前人做了很多工作。这里介绍的是采用 Porapak 为固定相, 一个柱子, 一次进样, 60分钟分析了 C_1-C_4 气态烃。

1. 实验条件: 热导池鉴定器, 柱长 3.15 米, 内径 4 毫米铜管, 固定相 80—100 目 Porapak Q, 柱温 $76^\circ C$, 定量进样 0.2 毫升, He 流速 100毫升/分,

2. 分析结果: 在上述实验条件下获得下面色谱图。