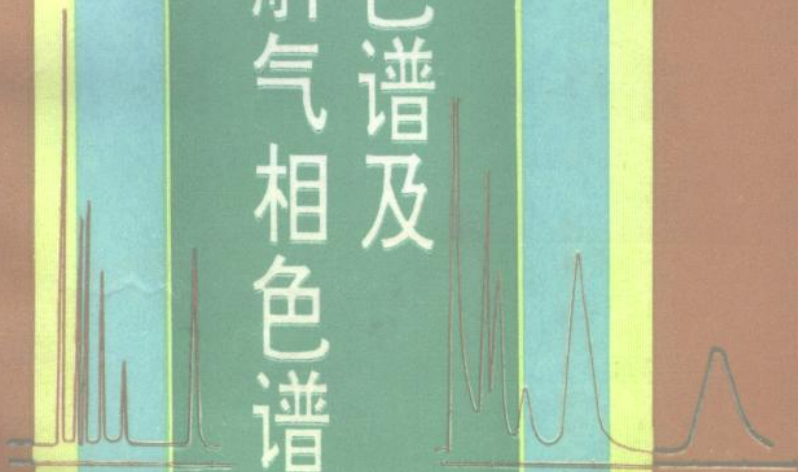


高分辨气相色谱及 高分辨裂解气相色谱



傅若农 刘虎威 编著
北京理工大学出版社

高分辨气相色谱 及高分辨裂解气相色谱

傅若农 刘虎威 编著

北京理工大学出版社

(京)新登字 149 号

内 容 简 介

本书分两大部分。前一部分(第一~五章)为高分辨气相色谱(即毛细管气相色谱),主要包括:毛细管气相色谱的基本知识和仪器,毛细管气相色谱的发展,着重讲述毛细管柱的柱制备工艺、固定相对毛细管柱的评价,并概述毛细管气相色谱在分析硝基化合物和硝酸酯类化合物中的应用。

后一部分(第六~十一章)为高分辨裂解气相色谱,主要包括:裂解气相色谱的发展,裂解器的类型、结构和特点,高分辨裂解气相色谱在高聚物分析和含能材料中的应用。

本书是作者多年教学与科研经验的总结,反映了毛细管气相色谱和高分辨裂解气相色谱近期发展的概况和最引人注目的重点内容。适于有关专业的科技人员和研究生阅读。

高分辨气相色谱及
高分辨裂解气相色谱
傅若农 刘虎威 编著

*

北京理工大学出版社出版发行
各地新华书店经售
北京地质印刷厂印刷

*

850×1168 毫米 32 开本 14.5 印张 375 千字
1992 年 12 月第一版 1992 年 12 月第一次印刷
ISBN 7-81013-639-9/O·94
印数:1—4500 册 定价:9.20 元

前 言

本书分两部分内容,第一章是绪论,第二至五章是高分辨气相色谱即毛细管气相色谱,第六至十一章是高分辨裂解气相色谱,即用毛细管柱作分离柱的裂解气相色谱。本书是作者把多年的教学工作经验和科研工作成果汇集在一起,前五章既包含了气相色谱的主要基础知识,也反映了毛细管气相色谱的最新发展概况,特别是对毛细管气相色谱的核心问题(固定液和毛细管柱制备工艺)以较大的篇幅进行阐述。在对毛细管气相色谱固定液的讨论中反映了作者在这一领域的研究成果,并对国内外有关固定液的新文献作了综合讨论(第四章)。这是本书特点之一,也是不同于最近出版的两本有关毛细管色谱书之处。本书的第二个特点是把毛细管气相色谱和毛细管裂解气相色谱在火炸药中的应用作了较为详细的论述,反映了作者在这一领域的研究成果。后六章是作者之一在攻读硕士和博士学位期间潜心研究和博览有关裂解气相色谱文献的结晶,书中反映了裂解气相色谱的基本原理,各种裂解器的结构、工作原理和优缺点,而且以较大的篇幅讲述裂解气相色谱在各个领域中的应用,特别是在高聚物研究中的应用,这是本书的第三个特点。

本书是专著,因为它反映了作者多年的研究成果和给研究生讲课的经验,它既可以作为刚进入这一领域的研究者作参考资料又可作为研究生的教材。本书第一章的§1-1和第二至五章由傅若农撰写,第一章的§1-2和第六至十一章由刘虎威撰写。

北京大学化学系孙亦梁教授为本书作了详细认真的审阅,并给予很高的评价,同时提出许多宝贵意见,在此表示衷心感谢。

对北京理工大学有关领导和专家支持本书作为专著出版以及

目 录

第一章 绪论

§ 1-1 毛细管气相色谱	(1)
1.1.1 毛细管色谱柱的类型	(3)
1.1.2 毛细管柱与一般填充柱的比较	(4)
1.1.3 毛细管气相色谱的文献	(8)
§ 1-2 高分辨裂解气相色谱	(12)
1.2.1 分析裂解概述	(13)
1.2.2 裂解气相色谱的发展	(15)
参考文献	(18)

第二章 毛细管气相色谱仪

§ 2-1 毛细管气相色谱仪的主要部件	(24)
2.1.1 毛细管气相色谱仪的流程	(24)
2.1.2 毛细管气相色谱仪与填充柱气相色谱仪的区别	(25)
§ 2-2 毛细管气相色谱仪的进样系统	(26)
2.2.1 对进样系统的基本要求	(27)
2.2.2 分流进样	(28)
2.2.3 不分流进样	(32)
2.2.4 柱头进样	(36)
2.2.5 直接进样	(38)
2.2.6 程序升温蒸发进样	(41)
2.2.7 小结	(42)
§ 2-3 毛细管气相色谱仪的柱箱	(42)
2.3.1 柱箱温度的控制	(42)
2.3.2 程序升温	(43)
§ 2-4 毛细管气相色谱仪的检测器	(44)
2.4.1 气相色谱检测器的性能参数	(45)

2.4.2	常用气相色谱检测器的性能	(47)
2.4.3	氢火焰离子化检测器(FID)	(48)
2.4.4	电子捕获检测器(ECD)	(52)
2.4.5	火焰光度检测器(FPD)	(56)
2.4.6	热离子检测器(TID)	(59)
2.4.7	光离子化检测器(PID)	(61)
	参考文献	(64)

第三章 毛细管气相色谱基本原理

§ 3-1	气相色谱分离实质	(67)
3.1.1	毛细管气相色谱分离的实例	(67)
3.1.2	色谱分离的内因	(68)
§ 3-2	毛细管气相色谱中的术语和定义	(68)
3.2.1	色谱图	(68)
3.2.2	区域宽度	(70)
3.2.3	保留值	(71)
3.2.4	分配比或分配容量	(74)
3.2.5	色谱柱的柱效率和分离度	(75)
§ 3-3	用于毛细管色谱的速率理论	(78)
3.3.1	高雷方程	(78)
3.3.2	毛细管色谱柱的柱效	(79)
3.3.3	毛细管色谱柱的最佳适用载气流速	(81)
§ 3-4	色谱理论实际运用	(83)
3.4.1	固定液的选择	(83)
3.4.2	毛细管色谱柱的柱长	(86)
3.4.3	毛细管柱的柱径和膜厚	(87)
3.4.4	载气种类和流速	(88)
	参考文献	(89)

第四章 毛细管气相色谱柱

§ 4-1	概述	(91)
4.1.1	毛细管气相色谱柱的问世	(91)
4.1.2	竞相模仿阶段	(93)
4.1.3	提高毛细管内表面的面积	(93)

4.1.4	玻璃毛细管柱的时代	(94)
4.1.5	弹性石英毛细管柱的时代	(95)
4.1.6	毛细管气相色谱柱近年的发展	(95)
§ 4-2	毛细管色谱柱的材料	(96)
4.2.1	普通玻璃、石英玻璃的体相和表相成分及结构	(96)
4.2.2	玻璃表面性能及对色谱的影响	(99)
4.2.3	玻璃表面的湿润性	(101)
§ 4-3	毛细管柱的拉制	(103)
4.3.1	玻璃毛细管柱的拉制	(103)
4.3.2	弹性石英毛细管柱的拉制	(105)
§ 4-4	毛细管柱内壁处理	(106)
4.4.1	毛细管内壁的粗糙化	(106)
4.4.2	玻璃毛细管柱粗糙化的方法	(108)
4.4.3	玻璃毛细管柱的沥取和弹性石英毛细管柱 的水热处理	(112)
4.4.4	毛细管柱的去活	(115)
§ 4-5	毛细管柱用气相色谱固定液	(125)
4.5.1	毛细管柱对固定液的要求	(126)
4.5.2	固定液的极性	(127)
4.5.3	聚硅氧烷固定液	(127)
4.5.4	聚硅氧烷的稳定性	(128)
4.5.5	在聚硅氧烷中的渗透和扩散性	(131)
4.5.6	常用的聚硅氧烷毛细管柱固定液	(132)
4.5.7	聚乙二醇类固定液	(134)
4.5.8	热稳定性好的固定液	(135)
4.5.9	便于交联的固定液	(138)
4.5.10	耐温手性固定液	(141)
4.5.11	环糊精衍生物固定液	(144)
4.5.12	液晶固定液	(149)
4.5.13	冠醚固定液	(161)
§ 4-6	毛细管色谱柱的涂渍	(166)
4.6.1	动态涂渍法	(166)

4.6.2	静态涂渍法	(169)
4.6.3	小内径毛细管柱的涂渍	(171)
§ 4-7	毛细管柱的交联	(172)
4.7.1	交联柱的制备方法	(173)
4.7.2	制备交联柱的引发剂	(174)
§ 4-8	对毛细管色谱柱的评价	(177)
4.8.1	柱分离能力的测量	(179)
4.8.2	柱活性的考查	(181)
4.8.3	柱热稳定性的考查	(184)
§ 4-9	大内径厚液膜毛细管柱	(186)
4.9.1	大内径毛细管柱的特点	(186)
4.9.2	大内径柱的主要柱参数	(187)
	参考文献	(189)

第五章 毛细管气相色谱在火炸药分析中的应用

§ 5-1	用气相色谱分析火炸药	(200)
§ 5-2	毛细管气相色谱在火炸药产品分析中的应用	(200)
5.2.1	一、二硝基甲苯(MNT和DNT)异构体的分离	(201)
5.2.2	三硝基甲苯异构体的分离	(214)
5.2.3	用毛细管色谱柱分析混合炸药	(217)
5.2.4	硝基氨基甲苯的分离	(218)
5.2.5	发射药组分的分离	(220)
5.2.6	叔丁基二茂铁混合物的分离	(222)
§ 5-3	火炸药环境污染物的分析	(222)
5.3.1	海水中DNT异构体的分析	(222)
5.3.2	装药厂废水中硝基化合物的分析	(224)
§ 5-4	法庭分析中用毛细管色谱分析火炸药	(224)
5.4.1	分析pg量级混合炸药	(225)
5.4.2	毛细管柱配合热能检测器(TEA)	(226)
	参考文献	(228)

第六章 裂解气相色谱基本原理

§ 6-1	裂解色谱基本原理	(231)
6.1.1	关于裂解、分解和降解的概念	(231)

6.1.2	裂解色谱分析原理	(232)
6.1.3	高分辨 PGC 的特点	(233)
6.1.4	裂解色谱的作用	(236)
§ 6-2	聚合物的裂解机理	(237)
6.2.1	高分子裂解反应的类型	(237)
6.2.2	自由基链反应理论	(239)
6.2.3	常见聚合物的裂解机理	(242)
§ 6-3	谱图解析与数据处理	(242)
6.3.1	裂解产物的鉴定	(243)
6.3.2	裂解产物的定量分析	(247)
6.3.3	数据处理简介	(250)
	参考文献	(253)

第七章 裂解装置

§ 7-1	PGC 用裂解器的特点	(259)
7.1.1	裂解反应的控制	(259)
7.1.2	PGC 用裂解器的技术要求	(260)
7.1.3	裂解器的分类	(263)
§ 7-2	间歇式裂解器	(264)
7.2.1	热丝(带)裂解器	(264)
7.2.2	居里点裂解器	(271)
7.2.3	激光裂解器	(277)
§ 7-3	连续式裂解器	(279)
7.3.1	管式炉裂解器	(279)
7.3.2	微型炉裂解器	(281)
§ 7-4	其它裂解器	(282)
7.4.1	用于挥发性样品的裂解器	(282)
7.4.2	其它裂解器简介	(285)
§ 7-5	裂解器的比较和选择	(286)
7.5.1	几种主要裂解器的比较	(286)
7.5.2	裂解器的选择和安装	(288)
	参考文献	(289)

第八章 高分辨 PGC 的实验条件和方方法

§ 8-1 影响 PGC 实验重现性的因素	(293)
§ 8-2 实验条件的选择	(295)
8.2.1 样品的处理	(295)
8.2.2 裂解条件	(297)
8.2.3 色谱条件	(302)
§ 8-3 仪器的连接	(307)
§ 8-4 其它高分辨 PGC 实验方法	(311)
8.4.1 浓缩方法	(311)
8.4.2 闪蒸技术	(313)
8.4.3 程序裂解	(315)
8.4.4 多阶裂解	(317)
8.4.5 反应技术	(318)
8.4.6 多维 PGC	(322)
8.4.7 结语	(324)
参考文献	(324)

第九章 高分辨 PGC 在聚合物分析中的应用

§ 9-1 概述	(329)
§ 9-2 聚合物定性鉴定	(330)
§ 9-3 聚合物组成分析	(336)
§ 9-4 聚合物结构表征	(346)
9.4.1 支化结构	(346)
9.4.2 立体规整性	(349)
9.4.3 分子量和端基	(353)
9.4.4 头-头键接结构	(355)
9.4.5 双烯聚合物的结构	(358)
9.4.6 交联结构	(360)
9.4.7 共聚物与共混物的区别	(361)
9.4.8 共聚物的序列结构	(364)
9.4.9 其它结构表征	(374)
§ 9-5 聚合物降解研究	(375)
9.5.1 概述	(375)
9.5.2 举例	(377)

参考文献	386
第十章 裂解色谱在含能材料研究中的应用	
§ 10-1 含能材料的定性鉴定	394
§ 10-2 含能材料的定量分析	397
10.2.1 混合炸药定量分析	397
10.2.2 添加剂定量分析	400
§ 10-3 含能材料的热分解研究	402
10.3.1 炸药的热分解	402
10.3.2 发射药的热分解	408
§ 10-4 聚氨酯缓蚀添加剂的缓蚀机理研究	410
§ 10-5 结论	412
参考文献	412
第十一章 高分辨 PGC 在其他方面的应用	
§ 11-1 生物大分子及医药分析	414
11.1.1 氨基酸	414
11.1.2 肽	420
11.1.3 蛋白质	423
11.1.4 碳水化合物	425
11.1.5 微生物	428
11.1.6 医药分析	431
§ 11-2 司法检验	433
11.2.1 概述	433
11.2.2 涂料验证	434
11.2.3 纤维验证	435
11.2.4 其他痕量取证	435
§ 11-3 能源及地球化学	436
§ 11-4 其他方面的应用	439
参考文献	442

第一章 绪 论

§ 1-1 毛细管气相色谱

气相色谱以其无与伦比的分离能力、相当短暂的分析时间、所需样品极少等特点而成为现代仪器分析方法中应用最广的一种方法。自从 1952 年 James 和 Martin 把气-液色谱用于复杂混合物的分离和测定以后,^[1]气相色谱得到了飞速的发展。1955 年第一台商品色谱仪问世,由美国的 Perkin Elmer 公司生产,用热导池做检测器^[2]。1956 年指导色谱实践的速率理论出现,^[3]为气相色谱的发展提供了理论依据;此后 Giddings 又进一步完善了这一理论,成为今天气相色谱的理论基础^[4~6]。1958 年 Golay^[7]从理论上考查了填充柱色谱的分离过程,提出了壁涂毛细管柱色谱,当时被称之为开管柱(Open Tubular Column),这种色谱柱比经典的填充柱柱效高几十倍到 100 多倍,从此开创了一个气相色谱的新纪元。由于填充柱内的填充物使气流造成很大的阻力,所以柱长不宜超过 5m,因而其总柱效不可能超过 10000。因而对一些含有几十种组分的混合物是难以分离的,可是毛细管柱的柱效可高达几十万块理论塔板,而且固定液在常规毛细管壁上形成的液膜较薄(如 0.1~1 μm),传质速度快,使分析速度加快。所以毛细管色谱一问世就引起人们很大兴趣。60 年代主要用金属(如不锈钢)毛细管涂渍固定液,到 70 年代就完全用玻璃材料制做毛细管柱了^[8]。由于用玻璃制成的毛细管柱柱效高、活性小,满足了当时的石油、石油化工、环境科学、生物医学等方面较为复杂混合物和痕量物质的分离和分

析^[9]。这些成就促使毛细管气相色谱由研究室转入工厂实验室。特别是1979年Dandeneau等^[10]制做了熔融石英毛细管色谱柱(国内习惯叫做弹性石英柱)后,开创了毛细管色谱的新纪元。石英毛细管柱由于它的惰性好、机械强度高、柔韧性好易于操作,形成逐步取代玻璃毛细管柱的趋势。1983年10月HP公司推出大内径厚液膜弹性石英毛细管柱(Megabore fused silica column),用以取代填充柱^[11],此后许多国外的公司都制作出售内径为0.53mm和0.32mm、液膜厚度为1~5 μm 的大内径厚液膜弹性石英毛细管柱。这样的发展势头很自然地促成用毛细管柱逐步代替填充柱成为必然的趋势。

多年来人们不敢大胆地把毛细管气相色谱用于例行定量分析,这是由于毛细管柱的分流系统会导致沸程较宽混合组分的非线性分流(歧视)^[12],因此多年来为解决这一问题,研究了多种进样技术^[13]。如Grob的不分流进样技术^[14],冷柱头进样^[15],程序升温汽化(PTV)进样^[16]等。利用这些进样技术可大大减小由于分流带来的歧视问题。同时,利用大内径厚液膜弹性石英毛细管柱可完全代替填充柱,当然也不存在分流的问题,因而使定量分析结果的精度大大提高^[17],因此为进一步推广毛细管色谱在工业分析中的应用奠定了坚实的基础。

由于毛细管柱的柱效很高,因而大部分的分析任务可用三支毛细管柱(OV-1;PEG;OV-210)完成^[18]。但是还有相当一部分难分离的混合物,如位置异构体、顺反异构体、对映异构体就需选择性强的固定液,如涂渍手性固定相的毛细管柱^[19]、液晶和高分子液晶毛细管色谱柱^[20,21]、冠醚及高分子冠醚毛细管色谱柱^[22~24],以及最近出现的环糊精衍生物毛细管色谱柱^[25]。由于毛细管制柱工艺的发展^[26]和多种新型毛细管色谱固定液的进展^[27],使毛细管色谱日臻完善,成为一种可以广泛使用的、无论在研究室还是在工厂实验室均可使用的分离分析技术。

1.1.1 毛细管色谱柱的类型

1. 名称

毛细管色谱柱, Golay 称之为“开管柱”, 因为他所使用的色谱柱是中空的, 而且这种色谱柱的特点是在于它的“空心性”, 而不是它的“细小性”, 所以 Golay 把它称为“开管柱”。后来一些色谱学家(如 Ettre)曾多次强调这种色谱柱应正确地称作“开管柱”^[28]。但是人们的习惯不易改变, 多数人仍然把这种色谱柱称为毛细管色谱柱。我们也尊重人们这一习惯叫法, 称之为毛细管柱。

2. 毛细管柱的类型

毛细管柱的内径一般小于 1mm, 又可分为开管型和填充型两大类。

(1) 填充型毛细管柱 这又可分为两类:

填充型毛细管柱 这种填充柱是先在校粗的厚壁玻璃管中装入松散的载体, 或固体吸附剂, 然后再拉成毛细管柱, 如装入的是载体, 可涂渍固定液成为气液填充型毛细管柱。如装入的是吸附剂, 即成为气固填充毛细管柱。这种类型的色谱柱近年很少使用了。

微填充柱 这种色谱柱与一般填充柱一样, 只是它的内径较细(约为 1mm), 载体颗粒的直径为几十到几百 μm 。但是这种色谱柱仍具有填充柱的缺点, 应用不多。

(2) 开管型毛细管柱 这又可分为三类:

常规毛细管柱 这类毛细管柱的内径为 0.1~0.3mm, 一般为 0.25mm 左右, 可以是玻璃毛细管柱, 也可以是弹性石英毛细管柱。这类色谱柱常常按内壁的状态又可分为: ①壁涂毛细管柱 (Wall Coated Open Tubular Column), 简称 WCOT。这种毛细管柱是把固定液涂在毛细管内壁上, 毛细管是中空的。现在绝大部分毛细管柱是这种类型的。②多孔层毛细管柱 (Porous-Layer Open Tubular Column), 简称 PLOT。它是先在毛细管内壁上附着一层多孔固体,

然后再在多孔固体上涂以固定液。在这一类毛细管柱中使用较多的是“载体涂层开管柱”(Support Coated Open Tubular Column),简称 SCOT。这种色谱柱是先在毛细管内壁上粘附一层载体,如硅藻土载体,在此载体上再涂以固定液。SCOT 必然是 PLOT,但 PLOT 不一定是 SCOT。^[28]

小内径毛细管柱(Microborecolumn) 这类毛细管柱是指内径小于 100 μm ,一般为 50 μm 的弹性石英毛细管。在气相色谱中用这种色谱柱进行快速分析^[29]。在毛细管超临界流体色谱中多用这类色谱柱^[30]。

大内径毛细管柱(Megabore Column) 这类毛细管柱的内径一般为 0.32mm、0.53mm,是弹性石英柱,其固定液液膜可以是不到 1 μm ,或高达 5 μm 的厚液膜。大内径厚液膜毛细管柱用以代替填充柱。也有 0.75mm 内径的玻璃毛细管柱,这样粗直径的毛细管柱只能用玻璃材料,不能用弹性石英材料制作。

1.1.2 毛细管柱与一般填充柱的比较

毛细管柱与填充柱相比在柱长、柱径、固定液液膜厚度、容量以及其分离能力上都有较大的差别(见表 1-1)。所以毛细管柱具有柱效高、分析速度快、吸附催化性低和应用范围广的特点。从毛细管柱的本质讲有下列特点:

表 1-1 毛细管柱与一般填充柱的比较^[31]

色谱柱种类	WCOT	SCOT	填充柱
长度(m)	10~100	10~50	1~5
内径(mm)	0.1~0.8	0.5~0.8	2~4
液膜厚度(μm)	0.1~1	0.8~2	10
每个峰的容量(ng)	<100	50~300	10000
分离能力	高	中等	低

1. 毛细管柱的比渗透率(B_0)大

(1)比渗透率 B_0 。当气体通过一支色谱柱时,柱中填料(填充柱)或细细的通道(毛细管柱),对气体的流通有一定的阻力,描述这种阻力的参数叫比渗透率(Specific Permeability)。 B_0 可用下式表示

$$B_0 = \frac{L\eta\bar{u}}{\Delta P J'} \quad (1-1)$$

式中 L ——色谱柱柱长;

η ——柱温下载气的粘度;

\bar{u} ——平均载气流速(线速度);

ΔP ——柱出口和进口间的压力降;

J' ——压力校正因子。

对填充柱, B_0 可用下式进行估算

$$B_0 = \left(\frac{d_p^2}{180} \right) \left(\frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2} \right) \quad (1-2)$$

式中 d_p ——载体平均直径;

ε ——载体的孔隙率。

填充柱的孔隙率 ε 经有人测定为 0.4, 所以

$$B_0 \approx \frac{d_p^2}{1012} \quad (1-3)$$

对毛细管柱, B_0 可用其柱管直径来计算,即

$$B_0 = \frac{d^2}{32} = \frac{r^2}{8} \quad (1-4)$$

式中, d 和 r 分别为毛细管的直径和半径。

(2)填充柱和毛细管柱 B_0 的比较 用公式(1-3)和(1-4)估算填充柱和毛细管柱的 B_0 。见表 1-2。从表中数据可知,毛细管柱的比渗透率比填充柱大 100 倍。从式(1-1)可知 B_0 大时 L 就可以增大。例如 2.4m 长的填充柱,柱压降大约为 $2.5 \times 10^5 \text{Pa}$ (2.5kg/cm^2)。如使用相同的柱压降,则 WCOT 可用长达 192m(内径 0.27mm)的色谱柱,而 SCOT 可长达 250m(内径 0.5mm)。

表 1-2 填充柱和毛细管柱的 B_0

色谱柱种类	柱内径(mm)	$B_0(10^{-7}\text{cm}^2)$
填充柱	2.2	2~3
壁涂毛细管柱(WCOT)	0.25	200
	0.27	230
	0.50	780
载体涂层毛细管柱(SCOT)	0.50	250~350

2. 毛细管柱柱效高、分析速度快

为了说明毛细管柱的高效、高速,下面用一实例比较三种色谱柱分离油酸甲酯和硬脂酸甲酯的效果。

(1)实用载气流速 不同的色谱柱从实践中都有一个较好的实用载气流速,它高于最佳载气流速,但同时柱效影响又不太大。用氮为载气时,填充柱的实用载气流速一般为 8cm/s ; SCOT 为 20cm/s ; WCOT 为 16cm/s 。

(2)三种色谱柱的参数 其基本条件为

固定液:丁二酸二乙二醇聚酯(DEGS)

柱温: 180°C

样品:油酸甲酯和硬脂酸甲酯

填充柱: $2.4\text{m} \times 2.2\text{mm}$ (I. D.)

载体:Chromosorb W, 80~100 目

固定液:8%DEGS

$\beta=10; k=58.6; \bar{u}=6.8\text{cm/s}; h_{\min}=0.71\text{mm}$

WCOT: $100\text{m} \times 0.27\text{mm}$ (I. D.)玻璃毛细管柱

$d_f=0.3\mu\text{m}; \beta=225; k=2.7; \bar{u}=9\text{cm/s}; h_{\min}=0.26\text{mm}$

SCOT: $15\text{m} \times 0.5\text{mm}$ (I. D.)

$\beta=54; k=11.2; \bar{u}=13.5\text{cm/s}; h_{\min}=0.55\text{mm}$

(3)用三种色谱柱分离油酸甲酯和硬脂酸甲酯的比较 用上