

气相色谱分析实例

增图集



北京分析仪器厂

前 言

气相色谱作为分析化学的一个重要分枝，在我国有很大的发展到目前它已普及到国民经济的各个部门。如，石油化工、医药卫生环境保护及科研单位，成为日常分析的一种不可缺少的手段。为使广大色谱分析工作者在实际工作中便于选择色谱分离条件，我们收集、化工、医药、环保等生产，科研部门常见各种化合物的色谱分离实例200多条。汇编成这本“气相色谱分析实例谱图集”。本图集分为气体、开键化合物、脂环族化合物、芳香化合物、环保农药、水份等六大类，每个实例附有相应的操作条件，可供有关单位的实际气相色谱操作者和技术人员参考。

“气相色谱分析实例谱图集”是由北京分析仪器厂研究所杨建和及北京向阳化工厂杨同华主编，同时也得到许多同志的大力协助他们将多年积累的资料贡献出来，并对编辑方法提出不少宝贵意见，在此特向这些同志表示谢意。

由于编辑和整理时间仓促，不够全面，更限于编者水平，难免有错，请批评指正。

北京分析仪器厂研究所

目 录

一、无机气体和有机气体分析

O ₂ 、N ₂ 、CO、H ₂ 和CH ₄ 的分析	(1)
O ₂ 、N ₂ 、CH ₄ 和CO气体的分析	(2)
氨气组成分析	(3)
氯乙烯生产中厂房空气分析(之一)	(4)
居民区大气中CO分析	(5)
合成氨装置一段转化炉出口气	(6)
加氢脱硫酸酸性气	(7)
CH ₄ 、CO ₂ 、C ₂ H ₂ 、C ₂ H ₄ 、C ₂ H ₆ 和SO ₂ 的分析	(8)
氯气中杂质 H ₂ 和 CO ₂ 的分析	(9)
高纯乙烯中H ₂ 的分析	(10)
高纯乙烯中微量CH ₄ 、C ₂ H ₆ 、C ₃ H ₈ 、C ₃ H ₆ 、C ₂ H ₂ (国标)	(11)
纯乙烯、丙烯中微量C ₂ H ₂ 的测定	(12)
纯乙烯、丙烯中微量CO、CO ₂ 的测定	(13)
粗乙烯全分析	(14)
丙烯及其杂质的分析	(15)
精丙烯的分析	(16)
纯丙烯中微量丙二烯、丙炔、丁烯、丁二烯的测定	(17)
巨合级丁二烯纯度分析	(18)
高温蓄热炉裂介气中乙烷、乙烯、乙炔、丙烯的分析	(19)
甲醇气固催化氢氯化制一氯甲烷反应气中杂质分析	(20)
炼厂气的分析	(21)
民用石油液化气组成测定	(22)
催化富气的分析	(23)
催化干气的分析	(24)
炼油厂气体全分析	(25)
裂解气体分析	(26)
C ₁ —C ₄ 各组份的分析(之一)	(27)
C ₁ —C ₄ 各组份的分析(之二)	(28)
C ₁ —C ₅ 烃的分析	(29)
C ₄ 烃的分析(之一)	(30)
C ₄ 烃的分析(之二)	(31)
C ₄ 烃的分析(之三)	(32)

裂解C ₄ 组成分析	(33)
C ₅ 馏份分析	(34)
大连油港环境污染源挥发气的分析	(35)
一甲胺产品分析	(36)
二甲胺分析	(37)
氟化物的分析(氟里昂)	(38)
裂解气 C ₁ —C ₄ C ₅ ⁺ 烃的分析	(39)

二、开链化合物

〈一〉烃及其衍生物

C ₆ —C ₈ 烷烃的分离(庚烷的分析)	(40)
己烷中高沸物的分析	(41)
己烷中苯的分析	(42)
抽余油中己烷含量的分析	(43)
石蜡烃的分析	(44)
裂解石蜡轻同烯碳数分布	(45)
精氯丁二烯单体中微量有害杂质的分析	(46)
异戊二烯单体分析	(47)
丁苯吡胶乳中游离单体测定	(48)
九种常用橡胶裂解指纹谱图	(49)
氯甲烷的分析	(50)
活性炭浓集法测定气体中微量二氯乙烷	(51)
氯化烃的分析	(52)
多孔薄层填充柱测定重整原料油的环烷烃	(53)
环氧乙烷分析	(54)
环氧丙烷微量杂质分析(部标)	(55)
环氧氯丙烷杂质分析	(56)
工业环氧氯丙烷	(57)

〈二〉有机金属

叔丁基二茂铁的分析	(58)
-----------------	--------

〈三〉醇

乙醇中杂质的分析	(59)
无水乙醇分析	(60)
水、乙醇、异丙醇、丁酮、苯工艺实验	(61)
正丁醇杂质分析	(62)

2-乙基己醇纯度分析	(63)
丁、辛醇生产工艺控制分析	(64)
丁、辛醇装置1#塔釜油层分离	(65)
C ₃ —C ₆ 醇、醛的分离	(66)
粗己醇分析	(67)
C ₁ —C ₈ 一元醇的分离	(68)
C ₁ —C ₈ 醇类的分离	(69)
叔丁醇组成分析	(70)
聚酯中多元醇的分析	(71)
新戊二醇含量的测定	(72)
醇类异构体分析	(73)
高级脂肪醇分析	(74)
异戊醚异戊醇含量的分析	(75)
丙二醇醚的分析	(76)

<四> 醛和酮

正丁醛杂质分析	(77)
乙醛、丙醛、丙酮、丙烯醛、甲醇、乙醇和苯的分离	(78)
甲醛溶液含量测定	(79)
醛类化合物的分离	(80)
羟基戊醛及其杂质含量测定	(81)
糠醛杂质分析	(82)
三聚甲醛及其杂质分析	(83)
异丁醛及其杂质分析	(84)
醛类的2·4二硝基苯肼衍生物分离	(85)
合成香料甲基庚烯酮分析	(86)
丙酮中微量杂质分析	(87)

<五> 羧酸及其衍生物

异壬酸分析	(88)
植物油脂肪酸的分析	(89)
江浙钓樟	(90)
醋酸氧化液的分析	(91)
大豆油中脂肪酸分析	(92)
脂肪酸C ₅ —C ₉ 的分析	(93)
水溶液中痕量高级脂肪酸的分析	(94)
酱油, 果汁, 果酱中苯甲酸和山梨酸的快速测定	(95)
C ₅ —C ₉ 混合羧酸甲酯分析	(96)

轻油氧化制乙丙酸中塔顶产物分析	(97)
轻油氧化制乙丙酸工艺中塔釜液含氧化合物的分析	(98)
五氟苯基酯	(99)
血液中甲基丙烯酸甲酯的测定	(100)
精制醋酸乙烯杂质分析	(101)
正构 2-烯炔低压羰基合成酯化反应生成物中 正异构脂肪酸酯的分析	(102)

〈六〉脂肪族含氮化合物

水、乙腈、丙烯腈的分析	(103)
“东炼”丁二烯萃取剂(原料)乙腈杂质分析	(104)
水溶液中甲基—己基胺的分离	(105)
亚硝基二甲胺分析	(106)
乙酰甲胺磷分析	(107)

〈七〉有机硅

粗甲基氯硅烷	(108)
甲基环体化合物的分析	(109)

〈八〉碳水化合物

桉树水解糖液分析	(110)
桉树水解糖液分析	(111)

〈九〉氨基酸

β -乳球蛋白酸水解产物分析	(112)
氨基酸的分析	(113)
20个蛋白质氨基酸的N-t氟丁酰正丙酯的分析	(114)

三、脂环族化合物

香需挥发油分析	(115)
我国马尾松松节油分析	(116)
青海高原多种杜鹃挥发油的分析	(117)
山东蒙阴产百里香精油分析	(118)
山东新泰产百里香精油分析	(119)
松醇油分析	(120)

四、芳香族化合物

苯纯度测定法	(121)
苯中杂质的分析	(122)
C ₆ 苯中轻组份的分析	(123)
C ₈ 芳烃的分离	(124)
C ₈ 芳烃的分析	(125)
C ₆ —C ₉ 芳烃全分析 (一)	(126)
C ₆ —C ₉ 芳烃全分析 (二)	(127)
C ₆ —C ₉ 芳烃和C ₈ —C ₁₀ 正烷烃分析	(128)
回流芳烃	(129)
混合二甲苯的分离	(130)
芳烃和二异丙苯异构体的分析	(131)
抽余油	(132)
用改性玻璃柱的异丙苯氧化液分析	(133)
二甲苯异构反应后的液相产物	(134)
产品苯分析	(135)
乙苯过氧化制备过氧化氢产品分析	(136)
均四甲苯分析	(137)
均三甲苯杂质分析	(138)
轻柴油抽提芳烃的组成分析	(139)
26个纯样品分析	(140)
苯乙烯分析	(141)
氯化苯	(142)
污水中氯苯系化合物的分析	(143)
对硝基氯化苯的原料分析	(144)
粗硝基甲苯	(145)
苯酚精制混合烃的分析	(146)
酮、苯脱蜡的溶剂回收	(147)
二乙烯苯的分析	(148)
二乙烯苯的分析〈部标〉	(149)
苯酚丙酮生产的烃化液分析	(150)
乙苯氧化的分析 (C ₉ 氧化物)	(151)
氧化液的分析	(152)
邻甲苯胺分析	(153)
苯酐氯代产物分析	(154)
N—乙基苯胺中苯胺分析	(155)

降转氨酶药—联苯双酯异构体分析	(156)
高温快速煤焦油	(157)
石蜡裂解烯合成烷基苯之重烷基苯碳数分布	(158)
石蜡裂解烯合成烷基苯之轻烷基苯碳数分布	(159)
电子捕获检测器测定水中微量酚化合物	(160)
苯酚中微量杂质分析	(161)
对甲酚类分析	(162)
对叔丁基邻苯二酚 (4-TBC) 纯度分析	(163)
硫酸催化法叔丁基苯酚分析	(194)
间对甲酚分析	(165)
混合甲酚测定	(166)
苯酚中微量杂质的分析	(167)
混合烃的分析 (苯酚中杂质)	(168)
氯苯酚	(169)
氯代酚混合物的分析	(170)
硝基氯苯污水治理后残液的定性和定量分析	(171)
全合成维生素E中间体法尼基丙酮异构体	(172)
合成维生素E中间体	(173)
尿甾类物的分析 (一)	(174)
尿甾类物的分析 (二)	(175)
食品中抗氧化剂BHA · BHT	(176)
α -氯萘、 β -氯萘和萘的分析	(177)
聚酯中多元酸甲酯化方法的研究	(178)
均苯四酸二酐	(179)
2、4-D丁酯乳油中 2、4 二氯苯氧乙酸正丁酯的分析	(180)

五、环保、农药

空气中久效磷的测定	(181)
空气中巯基镍与巯基铁的测定	(182)
污水中丙酮、苯、乙醇、甲苯、乙酸丁酯等分析	(183)
水中有机磷农药的残留量分析	(184)
有机氯农药废水中氯苯化合物的分析	(185)
九种农药及除草剂的分析	(186)
有机氯杀虫剂六六六、DDE、DDT分离	(187)
游离酚农药的分析	(188)
三氯杀螨醇分析	(189)
水稻白叶防治剂——叶枯净	(190)

有机氯八种异构体分析	(191)
有机氯农药DDT、六六六各异构体分析	(192)
有机氯农药DDT、六六六各异构体, 有机磷 1 6 0 5 分析	(193)
农药伏杀磷分析	(194)
农药杀虫脒分析	(195)
农药速灭威检定	(196)
农药异稻瘟净检定	(197)
伏杀磷检定	(198)
杀虫脒水剂检定	(199)
1 6 0 5 (对硫磷乳油) 检定	(200)
除草醚检定	(201)
有机磷杀虫剂马拉硫磷分析 (部标)	(202)

六、水

有机溶液的水份分析	(203)
环氧丙烷中微量水份分析	(204)
四氢呋喃中水份的分析	(205)
酚醛树脂中甲醛水的分析	(206)
乙醇、己烷、水三元共沸物的测定	(207)

题 目 O_2 、 N_2 、 CO 、 H_2 和 CH_4 的分析

一、试验条件:

仪 器: SP-2305E 检测器: TCD 热导检测器

色谱柱: 5 A分子筛 (40-60目)

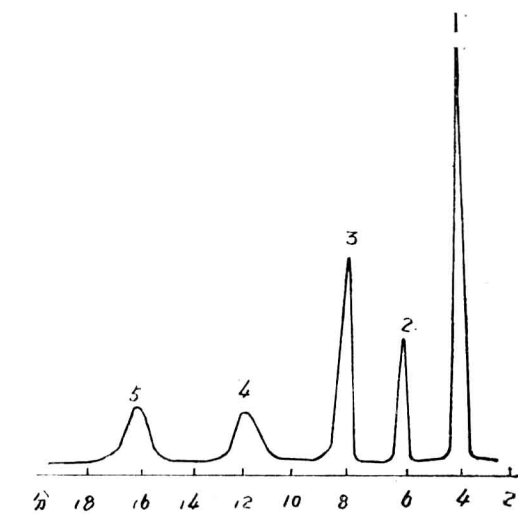
材 质: 不锈钢 $\phi 4 \text{ mm} \times L 5 \text{ M}$

温 度: COL 60°C DET 100°C INJ 100°C

载 气: Ar左4格右16格

进样量: 4 ml

二、色谱图:



三、定 性:

1. H_2 4'36";
2. O_2 6'30";
3. N_2 8'33";
4. CH_4 12';
5. CO 16'40".

四、定量:

面积归一法。

五、参考文献(资料来源): 北京向阳化工厂实验室分析方法(1975)

题目 O_2 、 N_2 、 CH_4 和 CO 气体分析

一、试验条件

仪器：SP-2305E 检测器：TCD

色谱柱：5 A 分子筛、钙A型（80-100目）

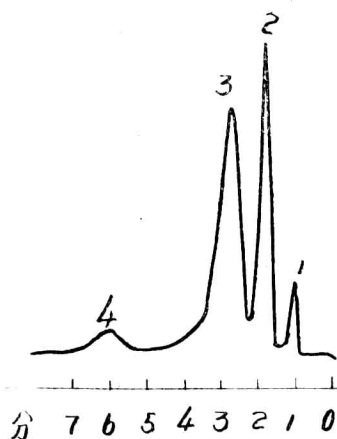
材质：不锈钢 $\phi 4\text{mm} \times L 2\text{M}$

温度：COL 45°C DET 55°C INJ 室温

载气： H_2 50ml/min

纸速：300mm/小时 进样量：0.2ml

二、色谱图：



三、定性：

1. O_2 1'; 2. N_2 1'40"

3. CH_4 2'45"; 4. CO 6'05".

四、参考文献(资料来源)：白文敏、纪淑芬、清华大学分析中心

题 目 氨气组成分析

一、试验条件:

仪 器: SP-2305E 检测器: TCD

色谱柱: 10% 聚乙二醇-20000; 担体: 聚四氟乙烯 (60-80目)

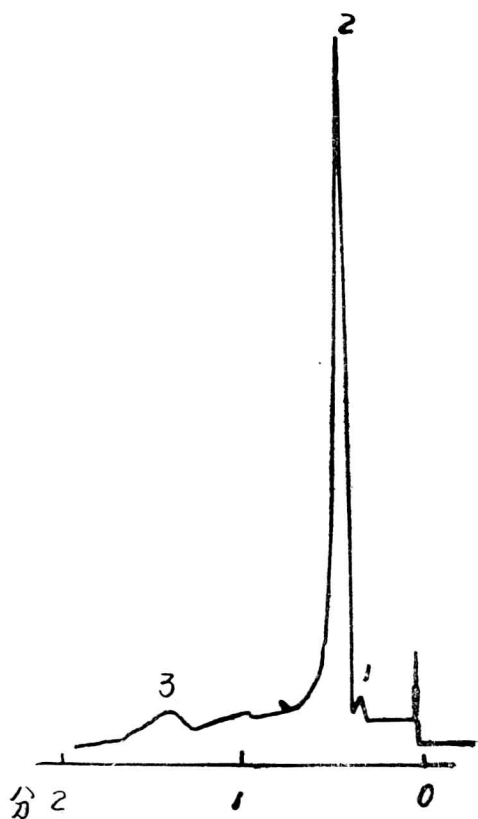
材质: 不锈钢 $\phi 4\text{mm} \times \text{L}2\text{M}$

温度: COL 120°C DET 125°C INJ 80°C

载气: H_2 80ml/min

纸速: 1200mm/小时 进样量: 0.5ml

二、色谱图:



三、定 性:

1. 空气 21"; 2. 氨气 27"; 3. 氟 1'27"。

四、定量:

五、参考文献(资料来源): 广东茂名石油工业公司质量检查科陈华兴

目 录 氯乙烯生产中厂房空气分析(之一)

一、试验条件:

仪器: SP-2308 检测器: FID
色谱柱: 10%FFAP Chromosorb. W AW. DMCS (60-80目)
材质: 不锈钢 ϕ 4mm \times L₂M
温度: COL75°C DET150°C INJ150°C
载气: N₂35 ml/min 燃烧气: H₂35ml/min 助燃气: Air350ml/min
纸速: 8mm/分 进样量: 1ml 气样

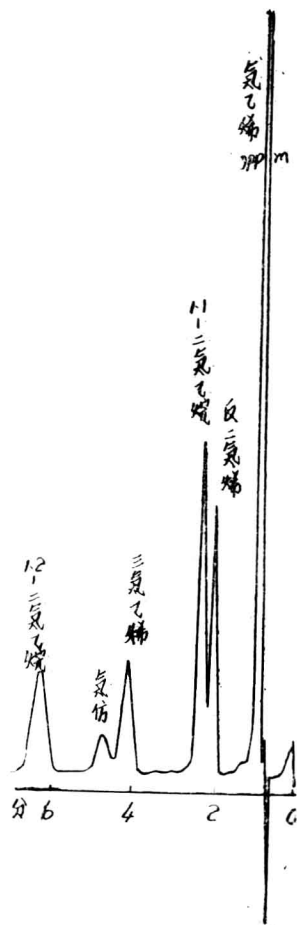
二色谱图:

三、定性:

1,2-二氯乙烯保留时间 6'14"

1,1-二氯乙烯保留时间 2'19"

四、参考文献(资料来源): 北京医学院王洪玮



题 目 居民区大气中CO分析

一、试验条件:

仪器: SP-2307 检测器: FID

色谱柱: 5A分子筛(60-80目)

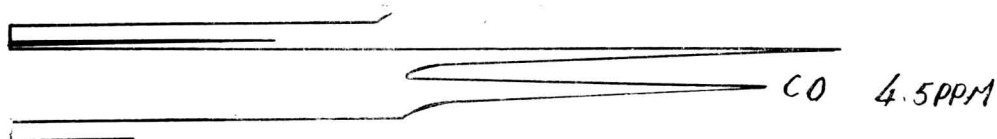
材质: 不锈钢 $\phi 3\text{mm} \times L1.5\text{M}$

温度: COL 80°C DET 130°C 转化 360°C

载气: 30-40ml/min

纸速: 300mm/小时 进样量: 1ml

二、色普图:



三、参考文献(资料来源): 北京市卫生防疫站王维、沈松

题目 合成氨装置一段转化炉出口气分析

一、试验条件:

仪器: SP-2305E 检测器: TCD

色谱柱: 6% 环丁砜、担体: 活性碳

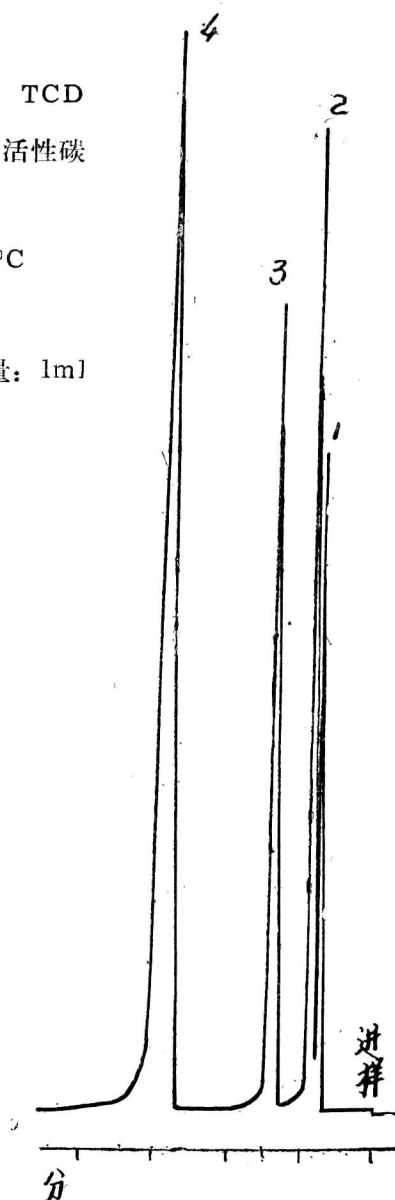
材质: 不锈钢 ϕ 4mm \times L4M

温度: COL80°C DET100°C

载气: H₂80ml/min

纸速: 600mm/小时 进样量: 1ml

二、色谱图:



三、定性:

1. 氮45.2"; 2. 一氧化碳1'20.3"; 3. 甲烷1'49"; 4. 二氧化碳2'47"。

四、定量: 归一化法

五、参考文献(资料来源): 广洲石油化工厂魏大陸、李宗南

题 目 加氢脱硫酸性气分析

一、试验条件：

仪 器：SP-2305E 检测器：TCD

色谱柱：401有机担体（60-80目）

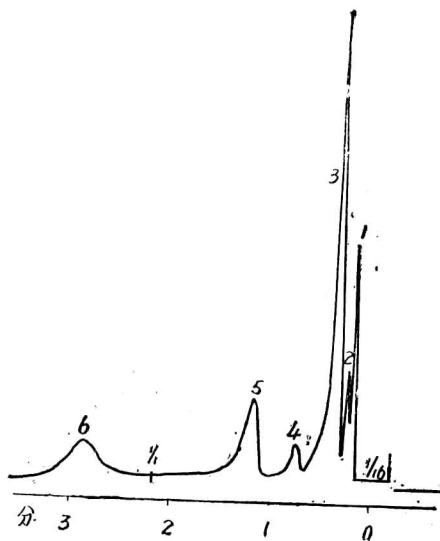
材 质：不锈钢 ϕ 4mm \times L1M

温 度：COL60 $^{\circ}$ C DET100 $^{\circ}$ C INJ110 $^{\circ}$ C

载 气：H₂50ml/min

纸 速：1200mm/小时 进样量：1.5ml

二、色谱图：



三、定性：

1. 空气 21" 2. 甲烷 25" 3. CO₂ 31"

4. 乙烷 54" 5. H₂S 1'16" 6. 丙烷2'51"

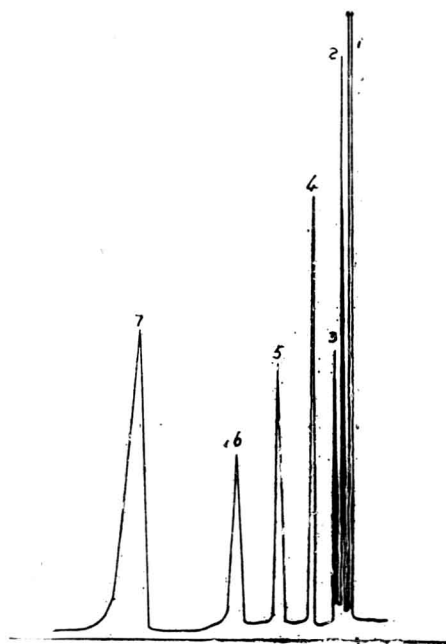
四、参考文献（资料来源）：广东省茂名石油工业公司检查科陈华兴

题 目 CH_4 、 CO_2 、 C_2H_2 、 C_2H_4 、 C_2H_6 和 SO_2 的分析

一、试验条件:

仪 器: SP2302 检测器: TCD
色谱柱: 碳分子筛 TDX-01(60-70目)
材 质: 聚四氟乙烯 $\phi 3\text{mm} \times 1\text{M}$
温 度: COL185°C DET185°C
载 气: H_2 75ml/min
纸 速: 300mm/小时 进样量: 1ml

二、色谱图



三、定 性:

1. 空气 18"; 2. CH_4 35"; 3. CO_2 55"; 4. C_2H_2 1'58";
5. C_2H_4 3'27"; 6. C_2H_6 5'28"; 7. SO_2 9'58".

四、定量: 归一化法

五、参考文献(资料来源): 中国科学院化学所常理文