



普通高等教育“十二五”规划教材

大学化学实验

上海大学教材建设专项经费资助

仪器分析实验

罗立强 徐引娟 主编



中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

普通高等教育“十二五”规划教材
大学化学实验

仪器分析实验

罗立强 徐引娟 主编

中国石化出版社

内 容 提 要

全书共9章、45个实验,内容包括气相色谱法、高效液相色谱法、电位与电导分析法、极谱和伏安分析法、原子发射光谱法、原子吸收光谱法、可见与紫外分光光度法、红外吸收光谱法和分子荧光光谱法。

本教材为高等院校化学、化工、材料等专业的实验教材,也可供从事化学实验的研究人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析实验 / 罗立强,徐引娟主编. —北京:中国石化出版社,2012.3
普通高等教育“十二五”规划教材
ISBN 978-7-5114-1466-3

I. ①仪… II. ①罗… ②徐… III. ①仪器分析-实验-高等学校-教材 IV. ①0657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 032152 号

未经本社书面授权,本书任何部分不得被复制、抄袭,或者以任何形式或任何方式传播。版权所有,侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址:北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编:100011 电话:(010)84271850

读者服务部电话:(010)84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail:press@sinopec.com

北京科信印刷有限公司印刷

全国各地新华书店经销

*

787×1092 毫米 16 开本 10.5 印张 262 千字

2012 年 3 月第 1 版 2012 年 3 月第 1 次印刷

定价:28.00 元

前 言

仪器分析实验是仪器分析化学课程的重要组成部分，内容主要涉及常用仪器分析方法，如气相色谱法、液相色谱法、电化学分析方法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法、可见-紫外分光光度法、红外吸收光谱法等的基本原理和实验技术。

考虑到实验与课堂教学的进度不同步，本书在每章的开头部分扼要介绍了各类分析方法的基本知识，并在每一个实验中详细阐明有关实验的基本要领和具体细节，以便读者能够通过预习、对实验内容有清晰的了解，以期达到更好的实验效果。为了方便读者查阅相关资料，书后附录部分收录了分析实验室用水的规格和制备、3200型原子吸收分光光度计的使用、测微光度计的使用方法、WFJ 7200型分光光度计的基本操作、ICP-OES仪器操作、红外光谱中常用符号、红外光谱的八个重要区段、主要基团的红外特征吸收峰等内容。

总之，我们希望：(1)通过本课程学习，学生能够巩固和扩大课堂学习中所获的理论知识；(2)通过熟悉实验操作，牢固地掌握必备的仪器分析实验的基本操作技能和方法；(3)通过观察实验中的现象，培养学生独立思考和分析问题的能力；(4)通过对实验结果的严格要求，培养学生认真、实事求是的科学态度。

参加本书编写的老师有：施志坚、何海波(第1章)，王琦(第2章)，罗立强(第3、4章)，陈瑞兰、董俊萍、张沁(第5章)，袁惠娟、丁亚平、曹志源(第6章)，徐引娟(第7、8章)，吕敬慈、李丽(第9章)，全书由罗立强和徐引娟统稿。在本教材的编写过程中，得到了教研室其他同事的大力帮助和支持，在此表示由衷的感谢。本书由方建慧审校，并提出了许多宝贵的意见和修改建议，对此也谨表谢意。

由于编者的学识水平所限，书中的缺点和错误在所难免，敬请各位专家和读者批评指正，我们将不胜感激。

编 者
于上海大学

目 录

实验的一般指导	(1)
第 1 章 气相色谱法	(5)
实验 1-1 气相色谱法的基本参数测定	(6)
实验 1-2 色谱填充柱的制备	(9)
实验 1-3 填充色谱柱的柱效测定	(13)
实验 1-4 气相色谱分析中最佳流速测定	(16)
实验 1-5 气相色谱定性分析——保留值定性法	(19)
实验 1-6 定量校正因子的测定	(22)
实验 1-7 一种有机溶剂的气相色谱分析——校正面积归一化法定量	(25)
第 2 章 高效液相色谱法	(28)
实验 2-1 混合维生素 E 的正相 HPLC 分析条件的选择	(30)
实验 2-2 果汁(苹果汁)中有机酸的高效液相色谱分析——外标法定量	(33)
实验 2-3 高效液相色谱法测定饮料中防腐剂苯甲酸	(36)
实验 2-4 流动相极性变化对溶质保留值的影响	(38)
第 3 章 电位与电导分析法	(40)
实验 3-1 氟离子选择性电极测定水中氟离子含量	(41)
实验 3-2 电位法沉淀滴定测定水中氯离子	(44)
实验 3-3 自动电位滴定——NaCl 滴定 AgNO_3	(46)
实验 3-4 HAc 和 HCl 混合酸的电位滴定	(50)
实验 3-5 电导法测定水质纯度	(53)
实验 3-6 电导滴定法测定醋酸的解离常数 K_a	(55)
第 4 章 极谱和伏安法	(57)
实验 4-1 极谱法测定水样中 Zn	(58)
实验 4-2 极谱法测定铅离子的半波电位和电极反应的电子数	(61)
实验 4-3 循环伏安法测定电极反应参数	(64)
实验 4-4 微分脉冲伏安法测定维生素 C 片中抗坏血酸含量	(68)
第 5 章 原子发射光谱法	(70)
实验 5-1 AES 法摄谱试样预处理、摄谱技术与暗室处理	(71)
实验 5-2 原子发射光谱定性分析	(74)
实验 5-3 试样中 Si、Mg、Ca、Na、Zn 等元素的半定量分析——谱线呈现法 ...	(83)

实验 5-4	原子发射光谱定量分析黄铜中 Fe、Al、Sb、Bi 等元素的定量分析	(86)
实验 5-5	ICP-AES 法测定人发中微量铜、铁、锌	(90)
实验 5-6	电感耦合等离子体原子发射光谱法——ICP-AES 法测定锌锭中铅	(92)
实验 5-7	ICP-AES 法测定蜂蜜中钾、磷、铁、钙、锌、铝、钠、镁等元素的含量	(94)
第 6 章	原子吸收光谱法	(97)
实验 6-1	原子吸收测量条件的选择和灵敏度的测定	(98)
实验 6-2	饮用水中钙和镁的测定——标准曲线法	(101)
实验 6-3	原子吸收分光光度法测定黄酒中铜的含量——标准加入法	(103)
实验 6-4	奶粉中钙、铜、铁、锌的测定	(106)
实验 6-5	石墨炉原子吸收法测定水中痕量镉	(108)
第 7 章	可见与紫外分光光度法	(110)
实验 7-1	磺基水杨酸法测定铁	(111)
实验 7-2	邻二氮菲分光光度法测定微量铁的条件试验	(113)
实验 7-3	示差光度法测定六价铬	(116)
实验 7-4	紫外吸收光谱法测定丙酮在不同溶剂中的氢键强度	(118)
实验 7-5	利用紫外吸收光谱检查物质的纯度	(121)
第 8 章	红外吸收光谱法	(123)
实验 8-1	聚乙烯和聚苯乙烯膜的红外吸收光谱的测绘——薄膜法制样	(124)
实验 8-2	苯甲酸红外吸收光谱的测绘——溴化钾晶体压片法制样	(127)
实验 8-3	间、对二甲苯的红外吸收光谱定量分析——液膜法制样	(129)
第 9 章	分子荧光光谱法	(132)
实验 9-1	荧光法测定维生素 B ₂ 片剂中核黄素含量	(133)
实验 9-2	荧光分析法同时测定羟基苯甲酸的邻、间位异构体	(135)
实验 9-3	奎宁的荧光特性和含量测定	(137)
实验 9-4	荧光法测定乙酰水杨酸和水杨酸	(139)
附录 1	分析实验室用水的规格和制备	(141)
附录 2	3200 型原子吸收分光光度计的使用	(144)
附录 3	测微光度计使用方法	(148)
附录 4	WFJ 7200 型分光光度计的基本操作	(150)
附录 5	ICP-AES 仪器操作	(152)
附录 6	红外光谱中常用符号	(153)
附录 7	红外光谱的八个重要区段	(153)
附录 8	主要基团的红外特征吸收峰	(154)
参考文献		(161)

实验的一般指导

一、学生实验须知

实验前，必须认真预习，仔细阅读仪器分析实验内容及仪器使用说明，明确实验目的、原理、方法、步骤，写出预习报告。

实验过程中，应认真观察思考，如实地记录数据和实验现象，并注意遵守实验室的有关规则，养成良好的实验习惯。药品、试剂、电、水、气体等都应节约使用，并要重视实验室安全。实验室中的仪器不要随意拨弄，以防损坏或发生其他事故。

实验完毕后，实验数据应交指导老师审阅，及时写出完整实验报告。报告应包括：

- ① 实验名称、完成日期、姓名、合作者；
- ② 实验目的、简要原理、仪器及主要实验步骤；
- ③ 实验数据及计算结果，实验的讨论。

报告中所列的实验数据和结论，应组织得有条理，合乎逻辑，还应表达得简明正确，并附上应有的图表。

二、误差

在分析测试过程的各个环节中，有很多因素影响所取得实验结果的准确程度，测量值与真实值之间总是存在着一定的差值，即误差。测量的误差愈大，结果愈不可靠；误差愈小，结果的可靠性愈大。很大的测量误差，会使结论毫无科学价值，甚至导致错误结论。因此，对测量结果一定要进行可靠性判断，并设法提高结果的可靠性。

1. 误差分类

实验误差由系统误差与随机误差两部分组成。

2. 误差的来源

由方法、仪器、试剂和个人等比较确定的、经常性的因素引起的系统误差；由偶然的、无法控制的因素引起的随机误差。

3. 减免误差的措施

通过标准方法、标准试样、空白试验、对照试验和仪器校正等途径检出和减免系统误差；通过在一定范围内，增加平行测定的次数，减少随机误差。

4. 准确度和精密度

准确度是指测定值 x 与真值 μ 相符的程度；

精密度是指单次测定值 x_i 与 n 次测定平均值 $\bar{x}$ 的偏差程度；

通常用平均偏差 d 和标准偏差 σ ， S 表示测定的精密度，计算式为：

$$d = \frac{1}{n} \sum |x_i - \bar{x}|$$
$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n} \sum (x_i - \mu)^2} \quad (n \rightarrow \infty)$$

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (x_i - \bar{x})^2} \quad (n \text{ 为有限次数})$$

标准偏差能够比平均偏差更加灵敏地反映测定数据之间的彼此符合程度。

在一般的分析结果报告中, 只需列出 n (测定次数), $\bar{x}$ (测定平均值) 及 S (标准偏差) 三项即可反映出测定数据的集中趋势 (准确度) 和各次测定数据的分散情况 (精密度), 而不必列出全部数据。

三、测量值计算

测量得到的一组数据, 常发现某一个值明显比其他测量值大得多或小得多, 对这一可疑值必须找出原因。由于明确的理由, 如操作过失等引起的, 则可舍去。若不能找到确定的原因, 说明它是由偶然因素引起的, 这就要用统计的方法来决定数据的可靠性, 在判明它出现的合理性之前, 不能轻易舍去。

对于次数少的测量, 如 3 ~ 10 次, 可疑值对平均值的影响较大, 可用下面方法决定取舍, 但只能舍去一个值。

1. 4d 法

- ① 除可疑值外, 求出 $\bar{x}$ 、 d 值;
- ② 当可疑值与 $\bar{x}$ 之间大于 $4d$ 时, 可疑值舍去。

2. Q 检验法

- ① 求出包括可疑值在内的一组测量值极差 R ;
- ② 计算出可疑值与其紧邻值之差;
- ③ 将①去除②, 得商 Q , 即:

$$Q = \frac{|X_{\text{可疑}} - X_{\text{紧邻}}|}{R}$$

④ 查 Q 值表 (表 1), 若计算 Q 值大于表中查得 Q_{0-90} (或 Q_{0-95}) 值, 则可疑值舍去, 其置信度是 90% (或 95%)。

表 1 取舍测量值的 Q 表

测量次数	3	4	5	6	7	8	9	10
Q_{0-90}	0.94	0.76	0.64	0.56	0.51	0.47	0.44	0.41
Q_{0-95}	1.53	1.05	0.86	0.76	0.69	0.64	0.60	0.58

四、实验数据及分析结果的表示方法

1. 列表法

列表法表达数据, 具有直观、简明的特点。实验的原始数据一般均以此方法记录。

列表需标明表名。表名应简明, 但又要完整地表达表中数据的含义。此外, 还应说明获得数据的有关条件。表格的纵列一般为试验号, 而横列为测量因素。记录数据应符合有效数字的规定, 并使数字的小数点对齐, 便于数据的比较分析。

2. 图解法

图解法可以使测量数据间的关系表达得更为直观。在许多测量仪器中使用记录仪获得测量图形, 利用图形可以直接或间接求得分析结果。

(1) 利用变量间的定量关系图形求未知物含量：

定量分析中的标准曲线法，就是将自变量浓度为横坐标，应变量即各测定方法相应的物理量为纵坐标，绘制标准曲线。对于欲求的未知物浓度，可以由它测得的相应物理量值从标准曲线上查得。

(2) 通过曲线外推法求值：

分析化学测量中常用间接方法求测量值。如对未知试样可以通过连续加入标准溶液，测得相应方法的物理量变化，用外推作图法求得结果。在氟离子选择电极测定饮用水中氟的实验中，使用了格氏图解法求得氟离子含量。

(3) 求函数的极值或转折点：

实验常需要确定变量之间具有的极大、极小、转折等，通过图形表达后，可迅速求得其值。如光谱吸收曲线中，峰值波长及它的摩尔吸光系数的求得；滴定分析中，通过滴定曲线上的转折点求得滴定终点等。

(4) 图解微分法和图解积分法：

例如：电位滴定法中，利用图解微分法来确定电位滴定的终点。在气相色谱法中，利用图解积分法求色谱峰面积。

3. 作图方法

作图的方法和技术将影响图解结果，现将标绘时的要点介绍如下：

(1) 标绘工具及图纸：

绘图工具主要有铅笔、透明直尺、圆规等。

一般情况下，均选用直角坐标纸。如果一个坐标是测量值的对数，则可用单对数坐标纸，如直接电位法中，电位与浓度的曲线绘制；如果两个坐标都是测量值的对数，则要用双对数坐标纸。

(2) 坐标标度的选择：

① 以自变量为横坐标，应变量为纵坐标。

② 选择合适的坐标标绘变量，使测量结果尽可能绘得一条直线，便于绘制和应用。

③ 绘出的直线或近乎直线的曲线，应使它安置在接近坐标的 45° 角。

④ 坐标的标度。第一，应使测量值在坐标上的位置方便易读。如坐标轴上各线间距表示数量1、2、3、4或5是适宜的，但应避免使用3、6、7或9等数字。第二，应能表达全部有效数字，图上读出各物理量的精密度应与测量的精密度一致。第三，坐标的起始点不一定是零。可用低于最低测量值的某一整数作起点，高于最高测量值的某一整数作终点，以充分利用坐标纸。但各测量值的坐标精密度不超过1~2个最小分度。

(3) 图纸的标绘：

① 各坐标轴应标明该轴的变量名称及单位，并在纵轴的左面及横轴的下面，每隔一定距离标明变量的数值，即分度值，但不要将实验数据值写在轴旁。标记分度值的有效数字一般应与测量数据相同。

② 标绘数据时，可用符号代表点，如用“ $\odot$ ”，其中心点代表测得的数据值，圆点的大小应与测量的精密度相当。若在一张图纸上绘几条曲线，则每组数据应选用不同的符号代表，如+、 $\times$ 、 Δ 、 $\otimes$ 等，并在图上简要注明各符号分别代表何种情况。但在一张图纸上不宜标绘过多。

③ 绘线时，如果两个量呈线性关系，按点的分布情况作一直线，所绘的直线应与各点

接近，但不必通过所有点，因为直线表示代表点的平均变动情况。在绘制曲线时，也应按此原则。如果毫无理由地将个别点远离曲线，这样所绘的曲线是不正确的。一般地，曲线上不应有突然弯曲和不连续的地方，但如果这种情况确实超出了测量值的误差范围，则不能忽视。如光谱吸收曲线上的突然弯曲显示了肩峰的存在。

作图时先用铅笔沿各点的变化趋势轻轻描绘，再以曲线板逐段拟合描光滑，并注意各段描线的衔接，使整条曲线连续。在使用曲线板时，不要将曲线板上的曲边与手描线所有重合部分一次描完，每次只描 $1/2 \sim 2/3$ 段为宜。

(4) 图名和说明：

绘好图后应注上图名、测量的主要条件，最后标写姓名、日期。

第 1 章 气相色谱法

色谱是一种分离技术。将这种分离技术应用到分析化学领域、并与适当的检测手段相结合,就是色谱分析。气相色谱是色谱的一种。

气相色谱法 (Gas Chromatography, GC) 是将少量样品注入到流动的气流中, 这种气流被称为流动相或载气。流动相使样品通过一根用固体颗粒填充的柱子, 因为颗粒固定在柱子中, 因此将它们称为固定相。对气液色谱来说, 它是由高沸点的有机溶剂 (称为固定液) 涂渍在惰性固体 (称为担体) 的表面所构成。另一相是流动相, 一般采用不与被测组分发生化学反应的氢、氮等气体, 称为载气。当载气携带被分析的气态混合物通过色谱柱时, 由于混合物中各组分的性质不同, 与固定相作用的程度也有所不同, 因而组分在两相间具有不同的分配系数, 经过反复多次的分配之后, 使其先后流出色谱柱, 从而得到分离。然后, 根据流出组分的物理或物理化学性质, 可选用合适的检测器, 通过电子线路将信号记录下来, 得到随时间变化的曲线, 称色谱流出曲线, 也称色谱图, 见图 1-1。根据色谱组分峰的出峰时间 (保留值), 可用于色谱定性分析。峰的高度或峰面积的大小与组分的含量有关, 可用于色谱定量分析。

气相色谱法在有机物分析及气体分析方面具有独特的优点。无论是气体、液体或固体试样，只要在色谱温度适用范围内，具有 $0.2 \sim 10\text{mmHg}$ 蒸气压的化学稳定物质，原则上均可采用气相色谱法进行分析。气相色谱法具有操作简单、分析快速、分离效能高、灵敏度高、应用范围广的特点。气相色谱法是一种很好的分离和定量手段，但用这一方法进行定性分析，必须使用已知纯物质进行对照。如没有纯物质，就需要与其他方法配合进行定性分析。

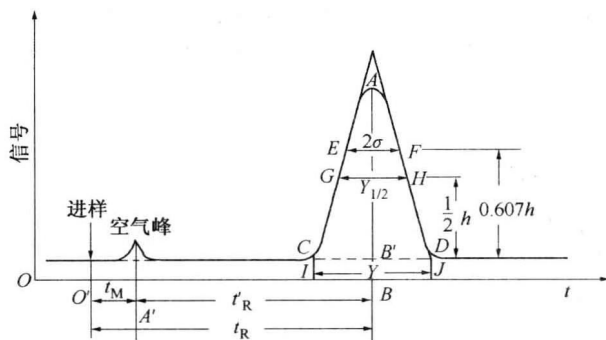


图 1-1 色谱流出曲线

① $1 \text{ mmHg} = 133.322 \text{ Pa}$.

实验 1-1 气相色谱法的基本参数测定

一、目的要求

- (1) 了解掌握气相色谱分析的基本原理;
- (2) 了解气相色谱仪器的性能、测试指标及初步学会使用气相色谱仪;
- (3) 掌握有效塔板数、有效板高和检测器灵敏度的计算方法。

二、基本原理

气相色谱分离是利用试样中各组分在色谱柱中气相和固定相的分配系数不同。当汽化后的试样被载气带入色谱柱中运行时,组分在其中的两相间进行反复多次($10^3 \sim 10^6$)的分离(吸附—脱附或溶解—挥发),由于固定相对各组分的吸附或溶解能力不同(即保留作用不同),因此各组分在色谱柱中运行速度不同,经一定柱长后,彼此分离,顺序离开色谱柱进入检测器,在记录仪上描绘出各组分的色谱峰。其简单色谱流程图见图 1-2。

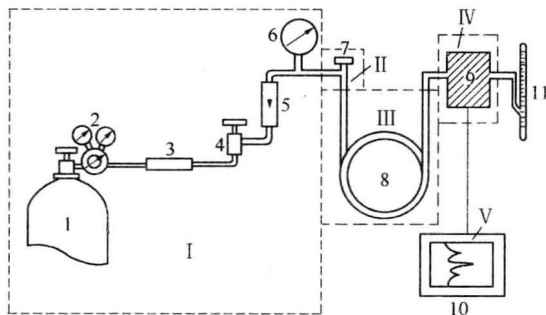


图 1-2 气相色谱流程图

- 1—高压钢瓶; 2—减压阀; 3—载气净化干燥管; 4—针形阀; 5—流量计;
6—压力表; 7—进样汽化器; 8—色谱柱; 9—检测器; 10—记录仪

三、仪器与试剂

- (1) 气相色谱仪(任一型号);
- (2) 1/10 刻度秒表 1 只;
- (3) 1mL 及 1 μ L 注射器各 1 支;
- (4) 钢直尺和游标卡尺各 1 把;
- (5) 皂膜流量计 1 支;
- (6) 苯(分析纯);
- (7) 含 0.05% 苯的二硫化碳溶液。

四、实验条件

- (1) 固定相: 16% 邻苯二甲酸二壬酯(DNP)/6201 担体(60~80 目)
- (2) 流动相: 氮气, 流量 $15\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ (如以氢气为载气, 则流量可为 $40\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$);
- (3) 汽化温度: 100°C ;

- (4) 柱温: 90℃;
- (5) 检测器温度: 100℃;
- (6) 桥电流: 120mA;
- (7) 衰减: 适当;
- (8) 进样量: 0.5μL;
- (9) 记录仪量程: 5mV/25cm, 纸速: 600mm · h⁻¹。

五、实验步骤

- (1) 按正常步骤开机, 调节至可进样状态, 待记录仪上基线平直时, 即可进样。
- (2) 用皂膜流量计正确测定载气柱后流量。
- (3) 用微量注射器吸取适量纯苯(0.5μL), 从进样口快速注入, 同时按下秒表, 记下苯峰流出时间(t_R)。重复操作三次。
- (4) 吸取 0.1 ~ 0.3 mL 空气进样, 记录空气峰流出时间。重复操作三次。按实验步骤 3 注入一定量的苯, 将记录仪的纸速适当加快, 记录苯的流出曲线。重复操作三次。

六、数据处理

- (1) 记录实验条件
 - ① 仪器型号;
 - ② 色谱柱柱长及内径;
 - ③ 色谱柱的固定相及固定液与担体配比;
 - ④ 载气及其流量 u_{opt} ;
 - ⑤ 柱前压力及柱温;
 - ⑥ 检测器温度及汽化室温度;
 - ⑦ 桥电流;
 - ⑧ 进样量;
 - ⑨ 信号衰减;
 - ⑩ 记录仪量程及走纸速度。
- (2) 记录苯的色谱图中的 t_R 及空气色谱图中的死时间 t_M 。
- (3) 测量按实验步骤 4 记录的苯流出曲线的半峰宽 $Y_{1/2}$ 及峰高 h 。
- (4) 按 $t'_R = t_R - t_M$

$$F_c = F'_c \left(\frac{P^0 - P_w}{P^0} \right)$$

$$V_R = t_R \cdot F_c$$

$$V'_R = t'_R \cdot F_c$$

$$n = 5.54 \left(\frac{t_R}{Y_{1/2}} \right)^2$$

$$n_{eff} = 5.54 \left(\frac{t'_R}{Y_{1/2}} \right)^2$$

$$S_g = \frac{A \times u_1 \times u_2 \times F_c}{m_i} \times \text{衰减} (\text{mV} \cdot \text{mL} \cdot \text{mg}^{-1})$$

$$A = 1.065h \times Y_{1/2}$$

$$S_i = \frac{60u_1 \times u_2 A}{m_i} \times \text{衰减} (\text{mV} \cdot \text{s} \cdot \text{g}^{-1})$$

计算各 GC 参数。式中：

t_R ：保留时间； t'_R ：调整保留时间；

V_R ：保留体积； V'_R ：调整保留体积；

F_C ：载气实际柱后流量；

F'_C ：由皂膜流量计测定的表观流量；

n ：理论塔板数；

n_{eff} ：有效理论塔板数；

S_g ：浓度型检测器灵敏度；

S_i ：质量型检测器灵敏度；

u_1 ：记录仪量程， $\text{mV} \cdot \text{cm}^{-1}$ ；

u_2 ：记录仪纸速倒数， $\text{min} \cdot \text{cm}^{-1}$ ；

P_w ：室温下水的饱和蒸气压， mmHg ；

P^0 ：柱后压力为 760mmHg 。

将上述各数据列表表示之。

七、注意事项

如测定质量型检测器(FID)的 S_i 时，应注入一定量的 0.05% 苯的二硫化碳溶液后，测定其流出曲线的 h 和 $Y_{1/2}$ ，且勿注入纯苯。因为 FID 的灵敏度比 TCD 的灵敏度要高出 4~5 个数量级。

八、思考题

(1) n 值和 n_{eff} 值在衡量色谱柱柱效上有何区别？

(2) S_i 和 S_g 在表征检测器灵敏度上有何区别？

实验 1-2 色谱填充柱的制备

一、目的要求

- (1) 学习固定液的涂渍方法；
- (2) 学习填装色谱柱的操作及色谱柱的老化处理方法。

二、基本原理

色谱柱是色谱仪的关键部件之一。一般而言，市售色谱仪不可能配置各类色谱柱，必须学会色谱柱的制备。制备气液色谱的色谱柱，一般应考虑以下几方面：

1. 担体的选择与预处理

根据被测组分的极性大小选择极性不同的担体，并通过酸洗、碱洗或硅烷化、釉化等方法进行预处理，以改进担体孔径结构和屏蔽活性中心，从而提高柱效(有些市售担体已经过酸洗、碱洗或硅烷化处理)。担体的颗粒度常用 60~80 目。常用的担体及其性能和用途参见表 1-1。

表 1-1 常用的气液色谱担体

	担体名称	国内生产厂	特 点	用 途	国外相应商品名称
红色硅藻土	6201 担体	大连红光化工厂	具有一般红色担体的特点	分析非极性和弱极性物质	C-22 保温砖
	201 担体	上海试剂厂	具有一般红色担体的特点	分析非极性和弱极性物质	Chromosorb P
	釉化担体	大连红光化工厂	性能介于红色担体和白色担体之间	分析中等极性的物质	Gas chrom R
	301 担体	上海试剂厂	性能介于红色担体和白色担体之间	分析中等极性的物质	Chezasorb
白色硅藻土	101 白色担体	上海试剂厂	一般白色担体	宜于配合极性固定液， 分析极性或碱性物质	Celite 545
	102 白色担体	上海试剂厂	一般白色担体		Gas Chrom(A. Cl. P. Q. S. Z)
	101 硅烷化白色担体	上海试剂厂	经硅烷化处理	分析高沸点和氢键型 物质	Chromosorb(A. G. W)
	102 硅烷化白色担体	上海试剂厂	经硅烷化处理		Anakrom(V. P)
非硅藻土类担体	玻璃微球	上海试剂厂	比表面积 $\sigma/0.02\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	分析高沸点和易分解物 质，固定液含量 $< 1\%$	Teflon-6(聚四氟乙烯) 和 Daiflon(聚散氟乙烯)
	硅烷化玻璃微球	上海试剂厂	经硅烷化处理		
	氟担体	上海试剂厂	比表面积 $\sigma/10.5\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	分析强极性物质和腐蚀 性气体	
	GDX 型高分子多 孔微球(01~04 型)	北京试剂厂和天 津试剂厂	随聚合的原料不同，极 性有所变化	分析气相和液相中 H_2O 、 CO 、 CO_2 、 CH_4 、 C_2^+ 、 C_3^+ 、 C_2^0 低级醇及 H_2S 、 SO_2 、 NH_3 、 NO_2 等	
	有 机 担 体 401、 402 型	上海试剂厂	随聚合的原料不同，极 性有所变化	同上	

2. 固定液的选择

根据“相似相溶”的原理和被测组分的极性，选择合适的固定液。

3. 确定固定液和担体的配比

一般固担比为(5:100)~(25:100),配比的比值直接影响担体表面固定液液膜的厚度,因而影响色谱柱的柱效。

4. 柱管的选择与清洗

一般填充柱的柱长常用1~5m,色谱柱的内径为3~6mm。柱管材质有不锈钢、玻璃、铜等供选择(以不锈钢较为常用)。然后用酸、碱反复清洗。

5. 色谱柱的填装和老化

固定相在管柱内填装得是否均匀、紧密,并在填装过程中不被破碎,对色谱柱的柱效影响甚大。固定相在填装后还必须进行老化处理,以除去残留的溶剂和低沸点杂质,并使固定液液膜牢固、均匀地涂布在担体表面。

三、仪器与试剂

- (1) 气相色谱仪(任一型号);
- (2) 红外线干燥箱 250W;
- (3) 筛子: 60~80 目;
- (4) 真空泵和水泵;
- (5) 干燥塔(玻璃);
- (6) 漏斗;
- (7) 蒸发皿;
- (8) 玻璃三通活塞;
- (9) 不锈钢色谱柱管: 长 2m, 内径 3mm;
- (10) 固定相: 邻苯二甲酸二壬酯(DNP), 色谱纯;
- (11) 担体: 6201 红色硅藻土, 60~80 目;
- (12) 乙醚、盐酸、氢氧化钠等(均为分析纯)。

四、实验步骤

1. 担体的预处理

称取 100g 60~80 目的 6201 红色硅藻土担体,置于 400mL 烧杯中,加入 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸溶液,浸泡 20~30min,然后用水清洗至中性,抽滤后转移至蒸发皿中,于 105℃ 烘箱内烘 4~6h,冷却后再用 60~80 目筛子过筛,并保存于干燥器内备用。若为已经预处理的市售商品担体,则本步骤可省略,过筛后便可使用。但在涂渍前,为除去担体吸附的水分,需在 105℃ 烘箱内烘 4~6h。

2. 固定液的涂渍

称取固定液邻苯二甲酸二壬酯 7.5g 于 150mL 烧杯中,加入适量乙醚溶解。乙醚的加入量应能浸没担体并保持有 3~5mm 的液层。然后加入 50g 6201 担体,置于通风橱内使乙醚自然挥发,并且不时加以轻缓搅拌,待乙醚挥发完毕后,移至红外线干燥箱内,烘干 20~30min 即可准备填充。本实验选用的固定液和担体的配比为 15:100。

3. 色谱柱的填装

取一根长 2m、内径 3mm 的不锈钢或玻璃的螺旋状柱管,柱管一端和水泵相连,另一端接漏斗,倒入 50mL $1\sim 2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的盐酸溶液,浸泡 5~6min,然后用水抽洗至中性,再用

50mL $1 \sim 2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的氢氧化钠溶液浸泡抽洗，再用水抽洗之，如此反复抽洗 2~3 次，最后再用水抽洗至中性，烘干备用。

本实验采用真空泵抽吸填装色谱柱。将清洗烘干备用的不锈钢或玻璃管柱按图 1-3 连接，启动真空泵 6，在漏斗 1 中倒入涂有邻苯二甲酸二壬酯的固定相填料，待系统抽到一定真空度时，打开弹簧夹 2。此时，固定相填料被迅速抽入管柱 3，用小木棒轻轻敲打管柱的各个部分，使固定相填料均匀而紧密地填装到填装管柱内，直到固定相填料不再继续进入管柱为止。旋转玻璃三通活塞 4 切换与大气相通，然后切断真空泵电源，取下色谱柱 3，并在色谱柱两端塞垫一层干净的玻璃棉，按上螺帽，同时在进气端标上进气方向字样或箭头，填充完毕。

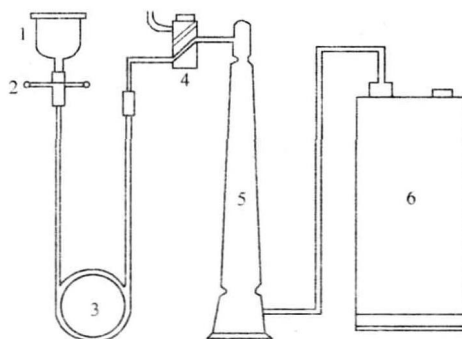


图 1-3 色谱柱装填装置图

1—小漏斗；2—螺旋夹；3—色谱柱管；

4—三通活塞；5—干燥塔；6—真空泵

4. 色谱柱的老化处理

(1) 把填充好的色谱柱进气口与色谱仪上载气口相连接，色谱柱的出气口直接通大气。不要接检测器，以免检测器受杂质污染。

(2) 开启载气，使其流量为 $5 \sim 10 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ，并用毛笔或棉花团蘸些洗衣粉或洗涤精水溶液，抹于各个气路连接处，如发现有气泡，表明气路连接处漏气，应重新连接，直至不出现气泡为止。

(3) 开启色谱仪上总电源和柱室温度控制器开关，调节柱室温度于 110°C 。进行老化处理 4~8h，然后接上检测器，开启记录仪电源，若记录基线平直，说明老化处理完毕，即可用于测定。

五、注意事项

1. 涂渍时的注意事项

(1) 若使用的溶剂不是低沸点、易挥发的，则应在低于溶剂沸点约 20°C 的水浴上，徐徐蒸去溶剂。

(2) 在溶剂挥发过程中，搅动应轻而缓慢，不可剧烈搅拌和摩擦蒸发皿，以免把担体搅碎。

(3) 开始时不能使用红外线干燥箱来蒸发溶剂，否则溶剂蒸发太快，使固定液涂渍不均匀。

(4) 选择的溶剂应能完全溶解固定液，不可出现悬浮或分层等现象，同时溶剂应能完全浸润担体。