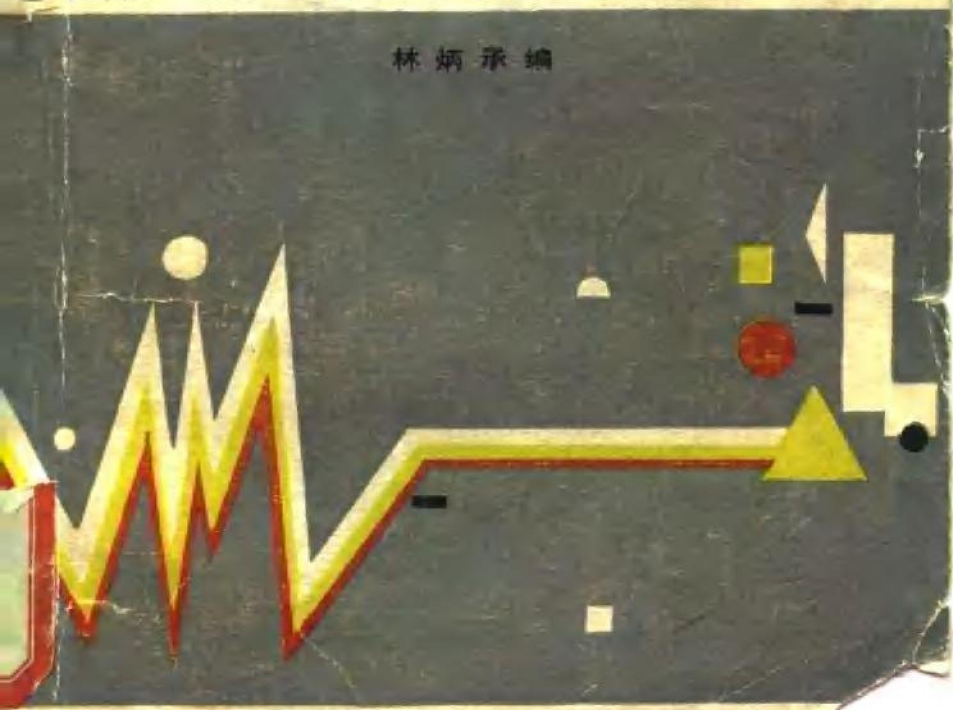


色谱技术问答

SEPUJISHUWENDA

林炳承 编

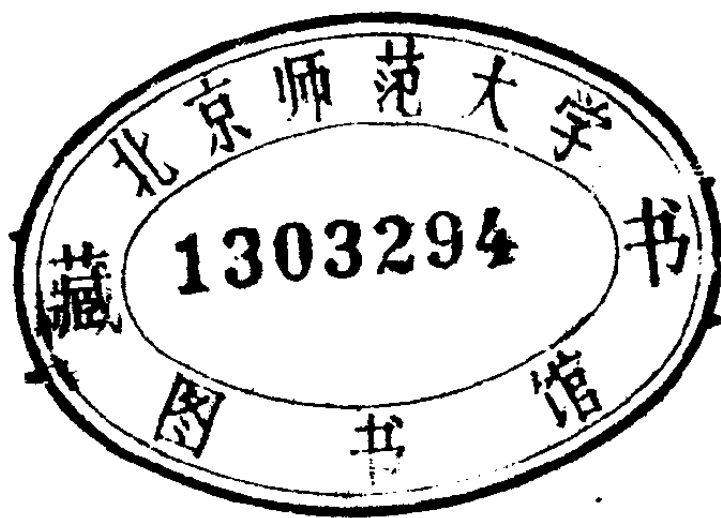


辽宁科学技术出版社

色谱技术问答

林炳承 编

JU11453/17



辽宁科学技术出版社

一九八五年·沈阳

色谱技术问答

Sepu Jishu Wenda

林炳承 编

辽宁科学技术出版社出版 (沈阳市南京街6段1里2号)

辽宁省新华书店发行 朝阳六六七厂印刷

开本: 787×1092 1/32 印张: 7 7/8 字数: 170,000

1985年7月第1版

1985年7月第1次印刷

责任编辑: 周广东

责任校对: 李秀芝

封面设计: 于晨滨

印数: 1—7,500

统一书号: 15288·126 定价: 1.35元

编 者 的 话

近二十年来，色谱学科已发展成为现代分析化学的一个重要组成部分。包括气相色谱、液相色谱、薄层色谱等各种色谱形式在内的色谱技术，已经在化工、石油、轻工、食品、医药卫生和环境保护等部门得到了非常广泛的应用。

随着色谱技术的不断发展和色谱仪器的迅速增加，从事色谱研究和应用工作的同志越来越多。考虑到近年来参加这方面工作的同志的实际需要，编者以手头掌握的国内外资料为基础，结合自己在工作中的体会，用问答形式编写了这本小册子。

全书共编入问答题 207 个，涉及到三种主要的色谱形式和色质联用，同时收集了两个附录，专述气相色谱和液相色谱的故障处理。入选的问题大多是比较基本的，或者是在实际工作中容易遇到的。除了一些必须交待的概念和原理外，一般不作理论方面的详细说明。

编写本书时所用的主要参考材料的目录列于书末。借此机会谨向各位作者表示敬意。

在编写过程中，曾就书中若干问题请教过卢佩章教授、张乐沅副教授和李浩春副教授，并分别与朱道乾、姚荣余、林乐明、朱大模和郁蕴璐等同志就初稿的有关内容进行过多次讨论，得到很大帮助。大连石油七厂研究所施梅芳，大连商品检验局李英章和其他所外同志对本书的第二稿提出了许多

宝贵的意见。大连工学院李秀珍同志在第三稿定稿前曾通读全文，提出不少修改意见。书稿誊写和插图描绘工作概由孙志坤承担。谨对上述所有的关心、帮助和支持表示深切的谢意。

由于水平所限，书中取材不当、叙述不清、挂一漏万以至错误之处恐在所难免，希望广大读者批评指正。

林 炳 承

一九八四年六月于中国科学院
大连化学物理研究所

目 录

一、气相色谱	1
1. 什么叫气相色谱? 在气相色谱中造成组分分离的主要原因是什么?	1
2. 什么是色谱柱的效率?	3
3. 什么是色谱的分离度方程?	4
4. 用什么方法可以确定已涂渍在担体上的液相的实际重量?	5
5. 填充的玻璃柱经短期使用后, 会在柱前出现一段空隙, 怎样防止?	6
6. 玻璃柱在装填时容易被打碎, 填料也可能被真空抽走, 怎样避免?	7
7. 玻璃柱在填充前是否要硅烷化?	7
8. 在老化气相色谱柱的过程中, 应注意哪些问题?	8
9. 为什么玻璃柱在老化过程中容易脱落并破碎? 怎样避免?	8
10. 填充柱在哪些方面仍将保持它对毛细管柱的传统优势?	9
11. 目前常用的毛细管柱的柱型主要有哪几种?	9
12. 几种主要的毛细管柱的柱型各有什么特点?	10
13. 为什么要注意玻璃毛细管柱的对接问题?	11
14. 怎样用实验证明微小死体积对毛细管连接的显著影响?	11

15. 怎样消除由于玻璃毛细管的安装而引起的拖尾现象?13
16. 柱子与反吹阀 (或切换阀) 之间所使用的管子以多粗和多长为宜?14
17. 同一根毛细管柱在两台仪器上做同样操作时, 为什么谱图不一致?14
- ✓ 18. 用同样的填料制备两根相同的柱子分析环己烷, 其中一根给出一个尖锐的双峰, 为什么?14
19. 能否用一简便的方法把单柱气相色谱仪改装成有两根或三根在不同温度下进行操作的等温柱装置?15
20. 什么是双甘油改性柱? 怎样制备? 在什么地方最适用?16
- ✓ 21. 在参照固定液的“最高使用温度”时, 应注意些什么? ...17
22. 如果有适当的安全措施, 毛细管气相色谱宜用氢气作载气, 为什么?18
23. 怎样保证热导池检测器 (TCD) 基线稳定?21
24. 在热导池检测器中, 如何尽可能地减小丝的腐蚀?21
25. 用热导池检测器分析痕量气体时, 为了得到最大的峰高值, 样管体积如何选择?22
26. 怎样确保氢火焰检测器 (FID) 基线的稳定性?23
27. 从哪几个方面确保氢火焰电离检测器定量的准确性?24
28. 采用什么办法可以除去氢火焰电离检测器收集极上的积垢? 如何防止积垢?24
29. 同一个化合物在不同的氢火焰电离检测器上是否有相同的响应因子?25
30. 恒流脉冲调频型电子捕获检测器和以往采用的直流型、脉冲型电子捕获检测器有些什么区别?25
31. 怎样使脉冲型电子捕获检测器的基流值保持在 $10^{-8} \sim 10^{-9}$ 安培这一范围内?27
32. 怎样防止电子捕获检测器的污染?28

33. 火焰光度检测器 (FPD) 在使用一段时间后灵敏度下降, 原因何在? 怎样判断?	29
34. 采用什么办法可使火焰光度检测器具有最佳的灵敏度?	29
35. 在使用火焰光度检测器检测复杂的有机样品中的痕量硫化物时, 怎样区别色谱图中的硫化物和干扰的烃峰? ...	31
36. 火焰光度检测器响应的线性问题有何特殊情况?	32
37. 火焰光度检测器的暗流偏大是怎样造成的? 如何解决?	32
38. 火焰光度检测器各部件对温度的要求有哪些不同? 怎样满足这些不同的要求?	33
39. 怎样测定火焰光度检测器和热电离检测器的最佳操作条件?	34
40. 热电离检测器的灵敏度迅速降低的原因是什么?	35
41. Hall 电导检测器有什么操作特点?	36
42. 怎样维护和清洗Hall 电导检测器?	36
43. 什么是色谱的保留值定性?	37
44. 什么是选择性检测定性?	39
45. 怎样确定气相色谱分析中的死时间?	39
46. 事先知道检测器的线性范围和化合物在检测器上的定量校正因子, 有什么好处?	42
✓47. 在测定检测器线性时, 对标准物质和色谱条件有哪些基本要求?	43
✓48. 峰高测量和峰面积测量在定量分析中的作用有什么不同?	43
49. 什么叫内标法? 怎样选择内标物?	44
✓50. 在使用内标法定量时, 有哪些因素会影响内标和被测组分的峰高或峰面积的比值?	45
✓51. 在制作内标标准曲线时应注意什么?	46

52. 如何测量未完全分离峰的峰面积?46
53. 一次进样没有出峰, 再进一次却又出来了, 这是为什么?47
54. 注射一种样品溶液, 如果在色谱图上只看到一个峰, 是不是有问题?48
- ✓ 55. 峰拖尾主要是由什么原因造成的? 怎样消除?49
- ✓ 56. 用极性表面减活剂消除峰拖尾现象, 其效果如何?50
- ✓ 57. 为什么会产生“超前峰”(伸舌头峰)? 有办法避免吗?51
58. 防止不稳定化合物在色谱分析过程中分解的途径主要有哪几种?53
- ✓ 59. 能否由色谱峰直接判断某一种样品是否已在柱头分解?54
- ✓ 60. 怎样用测量峰面积的办法来辨认某一种样品是否已在柱头分解?56
- ✓ 61. 经过充分老化的柱子, 为什么在程序升温时仍有基线漂移?57
- ✓ 62. 程序升温时, 发现早期流出的峰分离很好, 但稍后流出的峰通常不再流出或者变得很宽, 这是什么原因?58
- ✓ 63. 在程序升温时, 没有注射样品就看见有峰出现, 这是什么缘故?60
64. 为什么要在有些色谱分析中对样品进行化学衍生?61
65. 常用的衍生方式有哪几种?62
66. 在制备衍生物并做色谱分析时常会遇到什么问题? 怎样解决?62
67. 衍生物的形成对色谱部件有哪些影响? 怎样消除?64
68. 常用的衍生试剂有哪些?65
69. 现在常用哪几种方法除去载气和压缩空气中的烃杂质?65

70. 用氧化银反应器法除去气体中的烃类痕量杂质的要点是什么? 效果如何?70
71. 氧化银反应器的寿命如何? 怎样估计? 怎样把银再生为氧化银?72
72. 在对环境污染样品做气相色谱分析时, 通常会提出些什么特殊要求?73
73. Tenax GC是什么? 怎样用它来浓缩有机物?74
74. XAD-2 树脂为什么能富集水溶液中的微量有机物?74
75. XAD-2 树脂使用的要点是什么?75
76. 在采集气体或液体样品时, 应遵循哪些准则?76
77. 用聚四氟乙烯袋采集空气和烃的混合样品, 怎样证明其中烃的浓度随时间发生变化?77
- √ 78. 使用注射器进样有哪些技术要求?77
79. 气体进样和液体进样的基本区别是什么?79
80. “溶剂冲洗注射技术”和通常的微量注射技术有什么区别? 它主要应用在哪些方面?79
- √ 81. 在使用溶剂冲洗法注射样品时, 所带进去的空气会不会对固定相造成危害?80
82. 在气相色谱中, 一个垫可供注射多少次?81
83. 垫的质量能否影响定量结果?82
84. 在等温气相色谱中, 怎样测定垫流失的程度?83
85. 换垫或换柱子的时候, 偶然有玻璃毛和某些填料从柱中冲出, 为什么? 怎样防止?84
86. 除了泡沫以外, 还有什么办法能找出气相色谱仪气路系统的渗漏之处?85
87. 进样时, 转子流量计的转子会下降几格, 然后又返回正常位置, 这是什么原因?86
88. 转子流量计的转子位置不正常, 说明什么问题?86
89. 稳压阀有些什么特征? 使用时要注意哪些问题?87

90. 在什么情况下使用稳流阀控制流量?	88
91. 反吹阀有什么作用? 怎样用法?	89
92. 把重有机物从色谱柱反吹出来, 有时要发生分离, 为什么?	89
93. 用玻璃柱或镍柱分析不稳定化合物时, 入口和样品传送管道是不是也要用玻璃(或者镍)制作?	90
94. 几台气相色谱仪共用一个气源时, 应当注意哪些问题?	90
95. 对于装在电噪声源附近的色谱装置和积分系统来说, 除去交流噪声的最佳办法是什么?	91
96. 把衰减旋钮调低一档, 工作中的积分仪所指示的峰面积值不成倍变化, 这是什么原因?	91
97. 记录器的调节主要有哪几种? 应注意哪些问题?	92
98. 怎样用试验测定气相色谱注射器入口装置的好坏?	92
99. 裂解气相色谱和一般气相色谱有什么区别?	93
100. 比较理想的裂解装置应具备哪些主要性能?	94
101. 用裂解气相色谱测量共聚物中每一个聚合物的相对量时要考虑哪些因素?	95
102. 裂解气相色谱怎样处理不溶性样品?	96
103. 在裂解气相色谱中, 如何选择合适的最终温度和其它裂解参数?	96
104. 为什么升温时间(TRT)不同的两个裂解器所得的色谱图会截然不同? 能避免这种情况吗?	97
105. 进样量在50到250微克这一范围内变化时, 聚合物的裂解产物分布为什么会发生改变?	98
106. 裂解间隔是怎样改变裂解产物分布的?	98
107. 在对一般的无机化合物做气相色谱分析时会遇到什么困难? 怎么克服?	99
108. 用气相色谱法分析无机化合物时, 在色谱技术上有些	

什么要求?	99
109. 能不能用一台热导池检测器只经一次分析就同时检测 出气样中的氢气和二氧化碳?	100
110. 怎样用气相色谱法测定化合物的冰点?	102
111. 测定有机物质中的低浓度水以采用哪一种色谱柱为 宜?	103
112. 毫微克级 (10^{-9} 克) 的硫醇和硫化氢, 一般总被柱子 吸附, 这样的分析怎么进行?	103
113. 怎样才能检测在水溶液中浓度为 ppb(10^{-9}) 级的低分 子量含氮化合物?	104
114. 如何用氢火焰检测器来测定苯中的痕量噻吩?	104
115. 能不能提供一份查找气相色谱仪故障用的“线路 图”?	106
116. 能不能对“气相色谱快速故障隔离法”中采用的两个 检查回路略作介绍?	106
二、液相色谱	109
117. 什么叫液相色谱? 高效液相色谱为什么越来越受到重 视?	109
118. 什么是正相色谱和反相色谱?	110
119. 根据分析对象选用液相色谱分离方式的一般原则是什 么?	110
120. 为什么说化学键合反相色谱已成为液相色谱中应用相 当广泛的一种技术?	112
121. 怎样估算键合相表面的覆盖率?	113
122. 键合固定相和液相色谱中的涂渍担体相比有哪些优 点?	114
123. 多孔层珠和多孔微粒有什么区别?	115
124. 怎样清洗液相色谱空柱?	116

125. 怎样用干法装柱?	116
126. 在什么情况下应采用湿法装柱? 怎样装法?	117
127. 怎样避免液相色谱柱受到污染?	118
128. 怎样清洗反相色谱柱?	120
129. 怎样对液相色谱柱进行日常维护?	121
130. 若按安装位置分类, 液相色谱的预柱可分哪几种? 各有什么特点?	122
131. 怎样用干法填充保护柱?	123
132. 柱头空隙是怎样产生的?	124
133. 柱头出现孔隙怎么办?	125
134. 怎样用热再生法使柱子复原?	125
135. 蛋白质在柱内的沉淀或键合会引起柱子减活, 怎么防止?	126
136. 怎样测定高效液相色谱中的死时间 t_0 ?	127
137. 水中的有机杂质有哪几个来源? 怎样检查? 怎样避免?	129
138. 在使用液相色谱溶剂贮器时要注意哪些问题?	130
139. 用于吸附色谱的流动相, 除保证分离外还应满足哪些要求?	131
140. 在吸附色谱中, 造成峰拖尾和保留值重复性差的主要原因是什么?	132
141. 样品组分不能在等强度洗脱中较快流出, 怎么办?	133
142. 在等强度洗脱中, 保留时间或 k' 值重复性欠佳的主要原因是什么?	134
143. 怎样避免反相梯度洗脱中重复性差的问题?	135
144. 在梯度洗脱中, 溶剂选择和程序设计的重要性如何? ...	136
145. 在液相色谱中, 怎样配制固体样品?	138
146. 在用反相柱做梯度洗脱时, 为什么常出现假峰? 怎么办?	138

147. 在反相柱上做梯度操作时, 为什么有时反压会随梯度的变化而变化?	139
✓ 148. 在使用混合流动相做液相色谱分离时, 要注意什么问题?	140
149. 为什么在使用示差折光检测器时可能出现负峰? 紫外检测器有这种情况吗?	141
150. 检测器内的气泡是怎样产生的? 用什么办法防止?	141
151. 怎样消除检测器池内的气泡?	142
152. 在使用光学偏转型示差折光检测器时, 灵敏度降低的原因是什么? 怎样处置?	143
153. 示差折光检测器为什么很难用于梯度操作?	143
154. 恒压泵好还是恒流泵好?	144
155. 怎样维护液相色谱上的泵?	145
156. 为什么监视压力的指针有时会升高?	147
157. 什么是再循环技术?	147
✓ 158. 在液相色谱中, 温度和温度控制的重要性如何?	148
159. 液相色谱进样前应注意考虑哪几个问题?	149
160. 液相色谱的进样方式主要有哪几种?	149
161. 在吸附色谱中, 防止空气进入填料的简单办法是什么?	150
162. 怎样处理液相色谱柱接头的渗漏问题?	152
163. 用液相色谱研究亚硝酸, 数据很难取得且不易重复, 为什么?	153
164. 以磷酸二氢钾(KH_2PO_4)作缓冲剂, 用梯度分离核武酸时, 为什么基线漂移? 怎么办?	154
165. 对离子交换色谱的分离来说, 哪几个参数是比较重要的?	156
166. 怎样把分析型液相色谱按比例扩大为制备或半制备型?	157

167. 目前采用的制备柱大体有几种类型?	158
168. 怎样确定制备液相色谱柱的直径?	159
169. 制备液相色谱常用哪几种进样方式?	160
170. 制备液相色谱对检测器有什么特殊要求?	161
171. 在使用液相色谱溶剂的过程中, 要注意哪些安全问题?	161
172. 能不能提供一份供查找液相色谱故障用的“路线图”?	163

三、薄层色谱 165

173. 什么是薄层色谱法和它的比移值?	165
174. 薄层色谱主要有哪些优点?	165
175. 薄层色谱主要有哪几种类型?	167
176. 吸附薄层和分配薄层各有哪些特点?	168
177. 在薄层色谱中, “活性吸附剂”和“吸附剂的活化”这两个概念各有什么含意?	168
178. 用涂布法制板有哪些要点?	169
179. 是自己涂布薄层板好, 还是买已涂布好的预涂板好? ...	170
180. 在制备或出售薄板时所标明的“250 γ (微米, 即 10^{-6} 米) 厚”指的是干板厚度? 还是湿板厚度厚度是不是要如此准确?	171
181. 在制备硅胶板时, 怎样使淤浆牢固地粘在玻璃板上? ...	171
182. 薄层色谱点样应注意哪些问题?	172
183. 薄层色谱法主要有哪几种展开形式?	173
184. 使用薄层色谱展开剂时要注意哪些问题?	175
185. 混合移动相通常不能重复使用, 为什么?	176
186. 显色方法分哪几类 对显色技术有什么要求?	176
187. 用化学方法显色的具体过程是怎样实现的?	177
188. 影响薄层色谱分析重复性的因素主要有哪些?	178

189. 怎样用量斑点面积法进行定量?	180
190. 什么是薄层定量用的光密度法? 目前采用的薄层色谱 光密度计, 其主要优点是什么?	180
191. 现代光密度计采用的两种扫描型式各有什么特点?	181
192. 能不能在薄层色谱上连之以氢火焰电离检测器?	183
193. 制备薄层和分析薄层有什么区别? 制备薄层有些什么 特点?	185
194. 把薄层色谱的溶剂系统转到高效液相色谱上去时, 应 注意哪些问题?	185
195. 高性能薄层色谱和常规薄层色谱相比有哪些优点?	188
196. 在做薄层分析时怎样进行记录?	189

四、气相色谱-质谱联用、微处理机

197. 为什么要发展气相色谱-质谱联用技术?	191
198. 联接装置在色质联用中起什么作用?	192
199. 什么情况需要采用富集装置? 什么情况可以直接联 接?	193
200. 常用的直接联接方法有哪两种? 设计时应注意什么问 题?	194
201. 常用的分离器有哪几种? 各有什么特点?	195
202. 计算机在色质联用的数据处理中主要有哪些用途?	195
203. 在色质联用分析中, 采用什么技术防止空气进入质谱 仪?	197
204. 在色质联用分析中, 用哪些方法可以减少因柱内液相 流失所造成的本底干扰?	198
205. 在色质联用系统找漏一般以哪些方法为宜?	199
206. 微处理机的主要特点是什么? 如何将其应用于色谱仪 器?	199
207. 目前应用于色谱仪的微处理机主要有哪几种类型?	200

附录 202

（一）气相色谱故障的综合处理..... 202

 表 1 基线漂移 202

 表 2 基线噪声 205

 表 3 基线无法调零 207

 表 4 基线有规则波动 208

 表 5 基线出现尖峰 209

 表 6 峰失真之一——假峰 210

 表 7 峰失真之二——其它 212

 表 8 保留时间不能重复 215

 表 9 灵敏度不能重复 216

 表10 没有峰 218

 表11 其它故障 219

（二）液相色谱常见故障及其处理 221

参考文献 233