

关于气相液相色谱技术及应用



- 一、色谱学发展简史
- 二、色谱学基本原理
- 三、色谱仪的基本结构

- 一、色谱学发展简史
- 二、色谱学基本原理
- 三、色谱仪的基本结构

- 色谱法（chromatography）是20世纪初由俄国植物学家Tswett发明并命名的
1903年，他做了一个著名的实验，把干燥的叶用石油醚萃取后，将少量的萃取液倾入填充有沉降 CaCO_3 的直立玻璃管柱的顶端，然后用石油醚洗脱，发现叶中的色素在 CaCO_3 柱上互相分离，形成不同颜色的色带。他把这种方法命名为色谱法（Chromatography）。

- 1931年，Kuhn和Lederer用填充氧化铝粉末的柱管将胡萝卜素中两种性质非常相似的烃的异构体（ α -和 β -胡萝卜素）分离成功，才引起人们的注意，认识到色谱法在分离混合物方面有着广阔的前景。
- 1940-1943年，Tiselius发展了吸附色谱，并由于在吸附色谱和电泳等方面做出的重要贡献而获得1948年的诺贝尔化学奖。
- 1941年，Martin和Synge在研究氨基酸分离时又发明了分配色谱法，他们因此获得了1952年诺贝尔化学奖。

- 一、色谱学发展简史
- 二、色谱学基本原理
- 三、色谱仪的基本结构

- 色谱是一种分离技术，当这种分离技术应用于化学分析，就是色谱分析
- 色谱分析的基本要求是实现各混合物的分离
- 它的分离原理是使混合物中各组分在两相间进行分配：即固定相、流动相
- 固定相分两类：活性固体、活性液体
- 流动相一般为惰性气体或有机溶剂

1. 色谱法分类

按两相物理状态分类：

气-固色谱 (gas-solid chromatography, GSC)

气-液色谱 (gas-liquid chromatography, GLC)

液-固色谱 (liquid-solid chromatography, LSC)

液-液色谱 (liquid-liquid chromatography, LLC)

按固定相形态分类：

柱色谱 { 填充柱色谱
毛细柱色谱 (开管式色谱)

1. 色谱法分类

按分离过程物理化学原理分类：

吸附色谱：用固体吸附剂做色谱固定相，样品各组分在吸附剂上吸附力大小不同。

分配色谱：用液体做固定相，利用试样组分在固定相中溶解、吸收或吸着能力不同，因而两相分配系数不同进行分离。

离子交换色谱：离子交换剂为固定相，分离离子型化合物

还有：离子对色谱、凝胶色谱、络合色谱、亲和色谱等。

2. 色谱过程:

由于各组分在固定相的分配系数或吸附和脱附能力有差异，各组分在色谱柱中的滞留时间也就不同，即它们在柱中向前移动的速率不同。

随着流动相不断流过，组分在柱中两相间经过了反复多次的分配和平衡过程，当移动一定柱长以后，试样中各组分即可得到较完整的分离。

色谱图的基本结构:

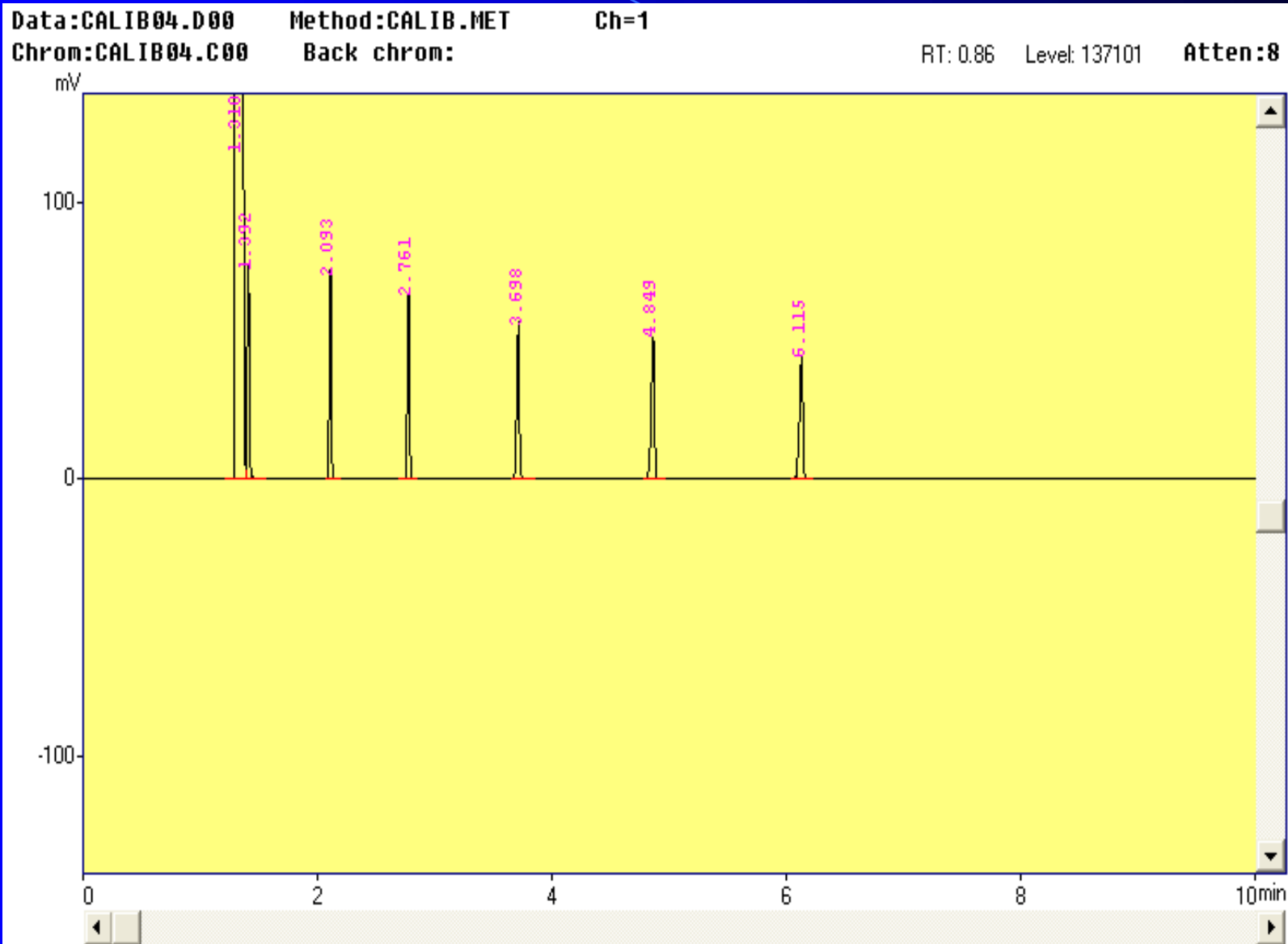
1 基线

2 色谱峰

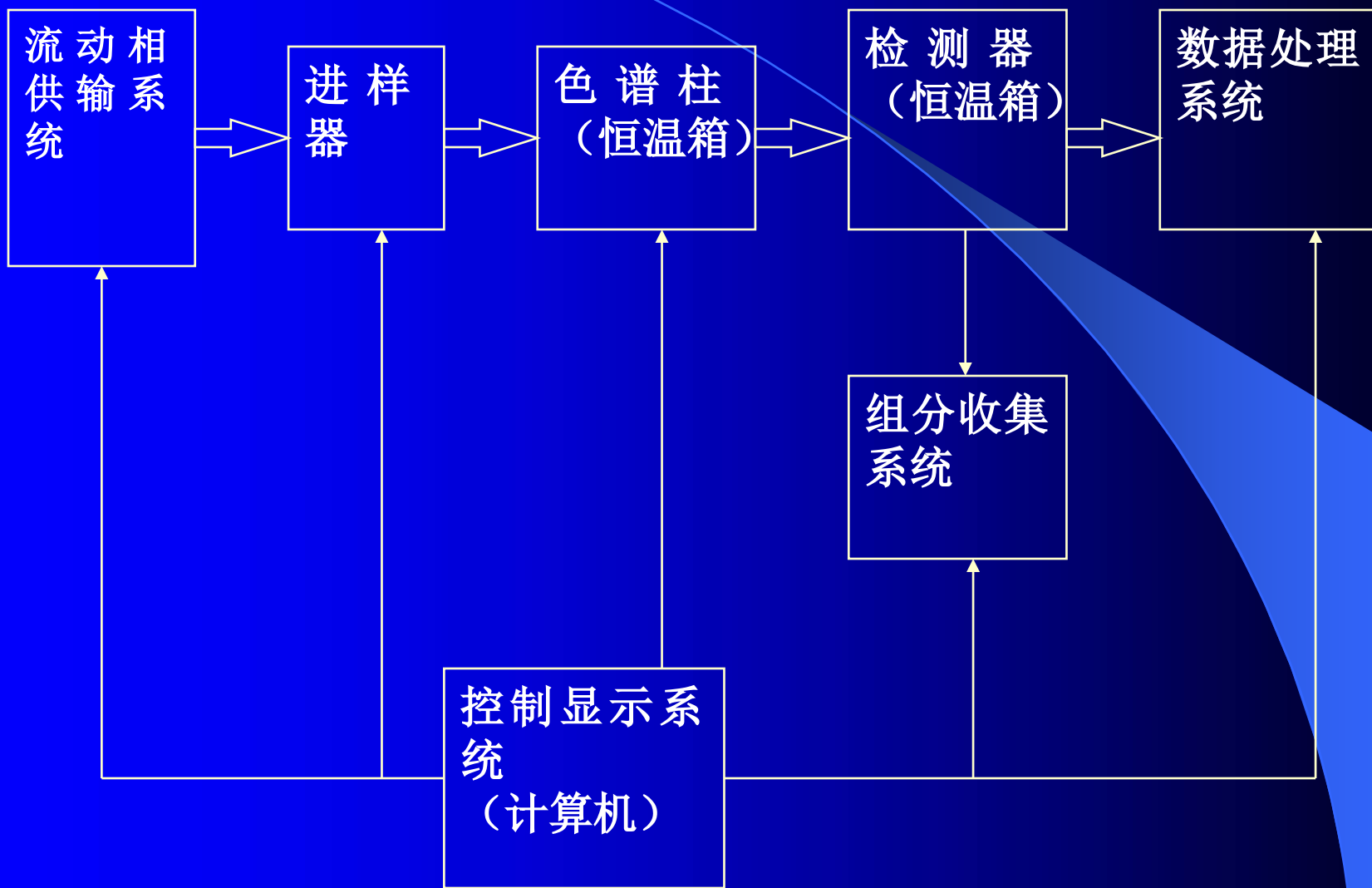
3 峰高与峰面积

4 保留时间

色谱图:



- 一、色谱学发展简史
- 二、色谱学基本原理
- 三、色谱仪的基本结构



三、色谱仪的基本结构

3.1 气相色谱仪

3.2 液相色谱仪

三、色谱仪的基本结构

3.1 气相色谱仪

3.2 液相色谱仪

3.1 气相色谱仪的基本结构

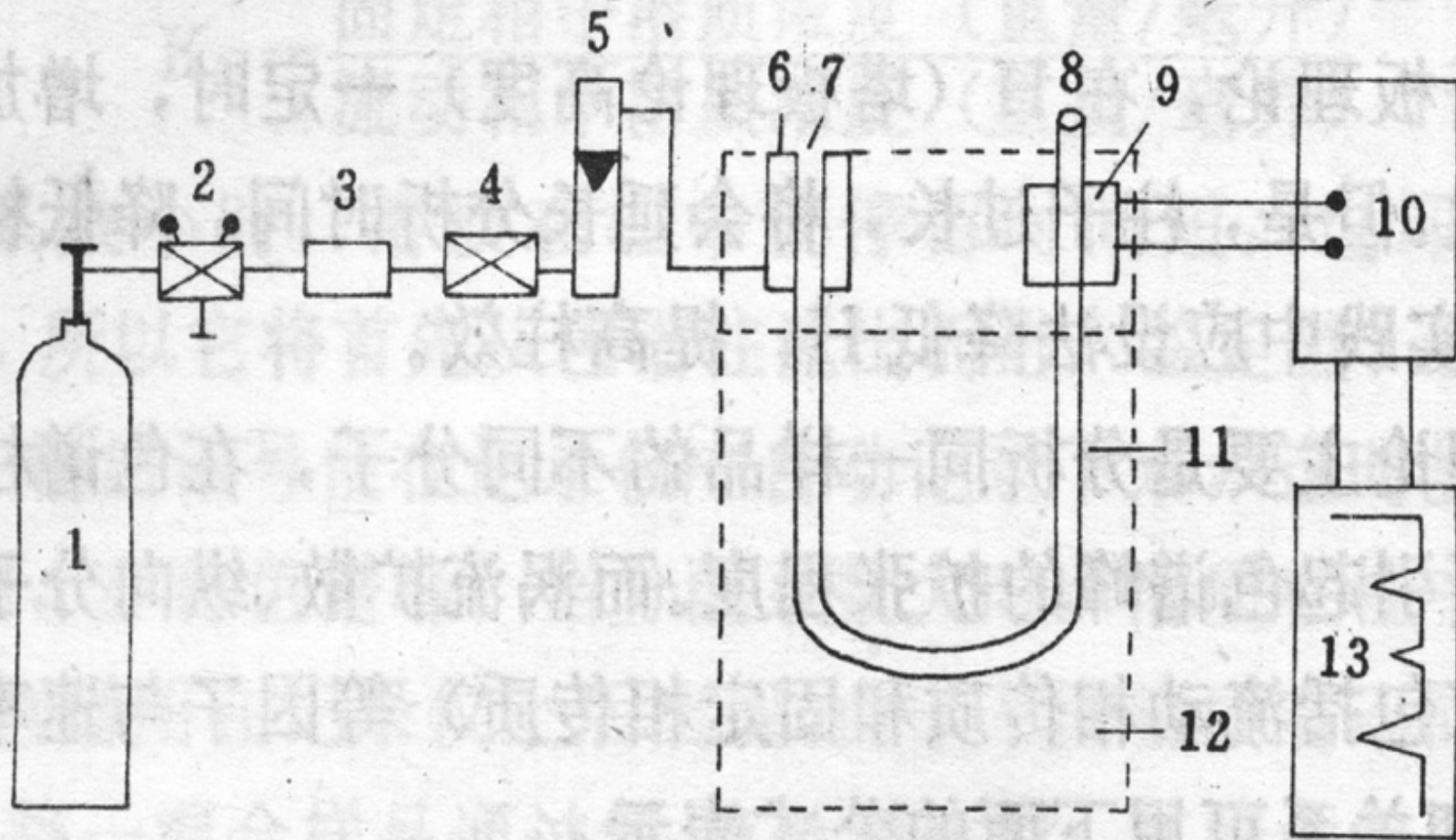


图8-2 气相色谱装置图

3.1 气相色谱仪的基本结构

- 流动相：气-液色谱分离中载气是惰性的，仅携带样品通过色谱柱。气-固色谱载气与组分一起与固体吸附剂作用，因而对气谱分离具有一定影响。
- 一般载气主要为：氮、氢、氦、氩、空气、氧气、二氧化碳等。
- 要求：纯度高

3.1 气相色谱仪的基本结构

- 进样系统：进样就是把试样快速、准确的加到色谱柱头。若试样为纯液体或溶液，则要求在进样系统中瞬间气化。进样系统包括进样口、气化室。气化室的温度通常比试样中最难气化的组分的沸点高 50°C 。

3.1 气相色谱仪的基本结构

- 气谱柱：色谱柱包括填充柱和毛细柱，填充柱是在柱内均匀、紧密填充固定相颗粒的色谱柱。填充柱管通常用玻璃、金属（不锈钢、铜、铝）或聚四氟乙烯制成。柱长1-3m。填充剂可以是吸附剂（气-固色谱），也可以是涂有固定液的载体（气-液色谱）。毛细柱一般为开管柱，即在毛细柱内壁上涂有固定液。

3.1 气相色谱仪的基本结构

- 固定相：

气-固色谱以固体吸附剂作为固定相，例如：炭质吸附剂、硅胶、氧化铝等。

气-液色谱以涂有固定液的载体作为固定相。固定液系涂渍在载体表面上起分离作用的物质，在操作温度下不易挥发的物质。例如：聚硅氧烷。

3.1 气相色谱仪的基本结构

- **检测器**：是能检测色谱柱流出组分及这些组分量的变化的器件，其功能是将经色谱分离的组分的物质信号转化为易于测量的电信号，故也称为“换能器”。最常用的检测器是热导检测器（TCD）和火焰离子化检测器（FID）。此外，电子俘获检测器（ECD）和火焰光度检测器（FPD）也用得比较多。

问题:

- 1、为什么程序升温可以更好的实现混合物的分离?

问题:

- 恒温气相色谱的柱温恒定在试样平均沸点，如试样的沸程很宽，则低沸点组分因柱温太高而色谱峰窄，相互重叠，而高沸点组分又因柱温太低，洗出很慢，有些甚至不能洗出

如果采用程序升温，采用足够低的初始温度，低沸点组分最先洗出，得到很好分离，随着柱温升高，较高沸点的组分也能较快洗出，得到良好的峰形

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/347151064010010006>