

第 12 章 气相色谱法

教学时数：6 学时

教学要求：

1. 气相色谱法的流程和气相色谱仪
2. 理解固定相及重要操作条件的选择（如载体、固定相、温度等的选择）
3. 理解常用检测器原理、优缺点及适用范围；
4. 掌握用气相色谱进行定性、定量分析的方法。

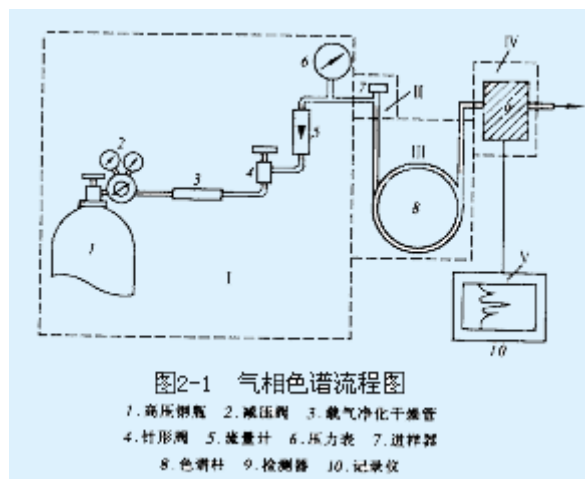
教学重点与难点

1. 气相色谱法。气相色谱法的过程和特点。气相色谱仪的组成。固定相的选择。气相色谱定性分析与定量分析。气相色谱分析的应用。
2. 常用检测器的工作原理、结构和性能比较
3. Van Deemter 方程在色谱分离条件的优化与选择中的具体应用
4. 固定相及重要操作条件的选择

气相色谱法是利用气体作为流动相的一种色谱法。在此法中，载气（是不与被测物作用，用来载送试样的惰性气体，如氢、氮等）载着欲分离的试样通过色谱柱中的固定相，使试样中各组分分离，然后分别检测。

12-1 气相色谱仪

其简单流程如图 2-1 所示。



由高压钢瓶由高压钢瓶 1 供给的流动相载气。经减压阀 2、净化器 3、流量调节器 4 和转子流速计 5 后，以稳定的压力恒定的流速连续流过气化室 6、色谱柱 7、检测器 8，最后放空。

气化室与进样口相接，它的作用是把从进样口注入的液体试样瞬间气化为蒸汽，以便随载气带入色谱柱中进行分离，分离后的样品随载气依次带入检测器，检测器将组分的浓度（或质量）变化转化为电信号，电信号经放大后，由记录仪记录下来，即得色谱图。

1.载气系统：气相色谱仪具有一个让载气连续运行、管路密闭的气路系统通过该系统，可以获得纯净的、流速稳定的载气。它的气密性、载气流速的稳定性以及测量流量的准确性，对色谱结果均有很大的影响，因此必须注意控制。

2. 进样系统：进样系统包括进样器和气化室两部分。

进样系统的作用是将液体或固体试样，在进入色谱柱之前瞬间气化，然后快速定量地转入到色谱柱中。进样的大小，进样时间的长短，试样的气化速度等都会影响色谱的分离效果和分析结果的准确性和重现性。

a. 进样器

液体样品的进样一般采用微量注射器，其外形于医用注射器相似，常用规格有：0.5，1，5，10，和 50 μ l。将样品吸入注射器，迅速刺如进样口硅橡胶垫。

气体样品的进样常用色谱仪本身配置的推拉式六通阀或旋转式六通阀定量进样。

b. 气化室

气化室一般为一根在外管绕有加热 丝的不锈钢管，液体样品进入气化室后，受热而瞬间气化。为了让样品在气化室中瞬间气化而不分解，因此要求气化室热容量大，无催化效应。为了尽量减少柱前谱峰变宽，气化室的死体积应尽可能小。

3. 色谱柱和柱箱（分离系统）：分离系统由色谱柱组成。色谱柱主要有两类：填充柱和毛细管柱。

a. 填充柱:由不锈钢或玻璃材料制成，内装固定相，一般内径为 2~4 mm，长 1~3 m。填充柱的形状有U型和螺旋型二种。

b. 毛细管柱:空心毛细管柱材质为玻璃或石英。内径一般为 0.2~0.5mm，长度 30 20~200m，呈螺旋型。

色谱柱的分离效果除与柱长、柱径和柱形有关外，还与所选用的固定相和柱填料的制备技术以及操作条件等许多因素有关。

4. 检测系统:

5. 记录系统:

12-2 气相色谱检测器

一. 气相色谱检测器的分类

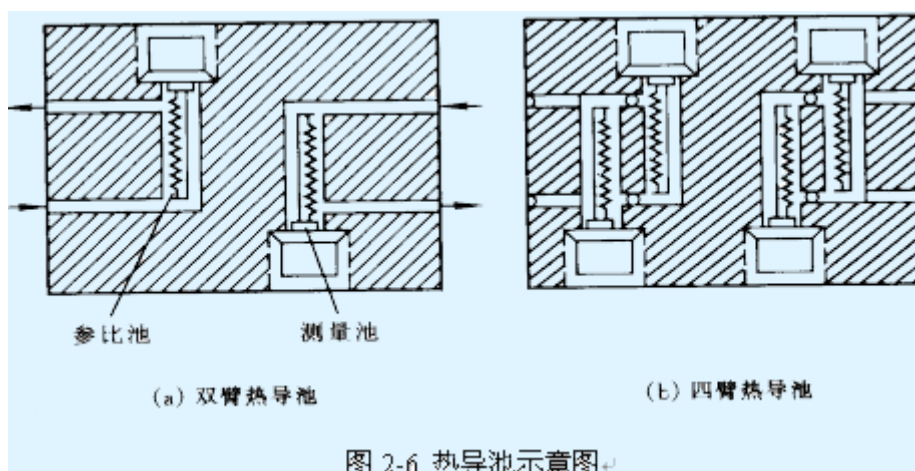
检测器的作用是将经色谱柱分离后，从柱末端流出的各组分的量转化为易于测量的电信号的装置。根据测量原理的不同，可分为浓度型检测器和质量型检测器。浓度型检测器：测量的是载气中某组分浓度瞬间的变化，即检测器的响应值和组分的浓度成正

比。如热导池检测器和电子捕获检测器等。质量型检测器：测量的是载气中某组分进入检测器的速度变化，即检测器的响应值和单位时间内进入检测器某组分的质量成正比。如氢火焰离子化检测器和火焰光度检测器等。

二. 热导检测器

热导池检测器，常用 TCD 表示。其特点：浓度型检测器。

1 . 热导池的结构



如图所示（图 2-6，a.用于单柱单气路，b.用于双柱双气路），在金属池体上凿两个相似的孔道，里面各放一根长短、粗细和组织相等的钨丝（ $R_1=R_2$ ），钨丝是一种热敏元件，其阻值随温度的变化而灵敏的变化。如果将 R_1 、 R_2 接入惠斯登电桥，即可用于GC检测。

2 . 热导池检测器的基本原理

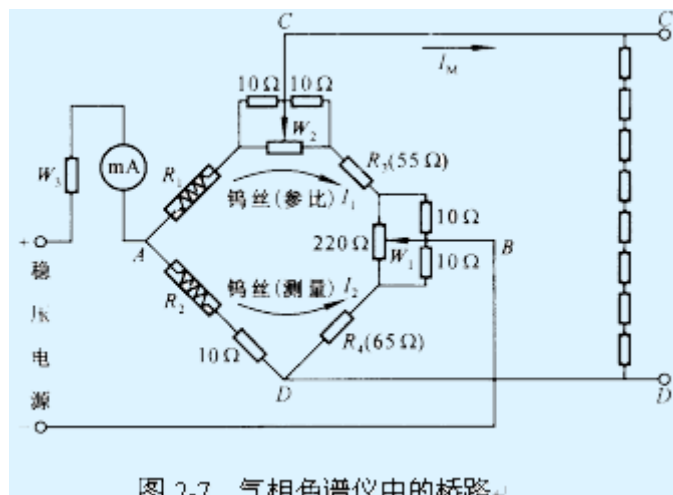


图 2-7 气相色谱仪中的桥路

热导池作为检测器，是基于不同的物质具有不同的热导系数。

①.当电桥未接通时， $R_1/R_2=R_3/R_4$,即 $R_1 \cdot R_4 = R_2 \cdot R_3$ 。在没有任何外界条件影响的情况下，电桥处于平衡状态， $\Delta E_{CD}=0$ ，没有电压输出。

②.当电桥接通时，有电流通过钨丝，钨丝被加热，其温度升高，钨丝的电阻值也就增加到一定值（一般金属丝的电阻值随温度升高而增加）。

③.在未进试样时，通过热导池两个池孔（参比池和测量池）的都是载气。由于载气的热导作用使钨丝的温度下降，电阻减小，此时热导池的两个池孔中钨丝温度下降和电阻减小的数值是相同的,亦即 $\Delta R_1 = \Delta R_2$ ，因此当两个池都通过载气时，处于平衡状态，能满足 $(R_1 + \Delta R_1) \cdot R_4 = (R_2 + \Delta R_2) \cdot R_3$ 。此时 C,D 两端的电位相等， $\Delta E_{CD}=0$ ，就没有信号输出，电位差计记录的是一条零位直线，称为基线。

④.如果从进样器注入试样（进样时），经色谱柱分离后，由载气先后带入测量池。此时由于被测组分与载气组成的二元导热系数与纯载气不同，使测量池中钨丝散热情况发生变化，导致测量池中钨丝温度和电阻值的改变，而与只通过纯载气的参比池内的钨丝的电阻值之间有了差异，即： $\Delta R_1 \neq \Delta R_2$

$$(R_1 + \Delta R_1) \cdot R_4 \neq (R_2 + \Delta R_2) \cdot R_3。$$

这样电桥就不平衡，C，D之间产生不平衡电位差， $\Delta E_{CD} \neq 0$ ，就有信号输出。在记录纸上即可记录出各组分的色谱峰。

3．影响热导池检测器灵敏度的因素

①. 桥路工作电流影响：电流增加，使钨丝温度提高，钨丝和热导池体的温差加大，气体就容易将热量传出去，灵敏度就提高。 $S \propto I^3$ ，但I不能太大，否则，噪声加大，基线不稳，数据的精密度降低，甚至钨丝被烧坏。一般 100~200mA。

②. 热导池体的温度的影响：当桥路电流一定时，钨丝温度一定。池体与钨丝的温差越大，灵敏度越高，显然池体温度越低越好，但不能低于柱温，否则，被测组分可能在检测器内凝聚。

③. 载气的影响：载气与试样的热导系数相差愈大，则灵敏度愈高。（see table 2-7, 一般 H_2 最好）。

④. 热敏元件阻值的影响：选择阻值高，电阻温度系数较大的热敏元件（钨丝、铼钨丝等），当温度有一些变化时，就能引起电阻明显变化，灵敏度就高。

二、氢火焰离子化检测器

氢火焰离子化检测器 (FID)，简称氢焰检测器。

氢火焰离子化检测器是以氢气和空气燃烧的火焰作为能源，利用含碳有机物在火焰中燃烧产生离子，在外加的电场作用下，使离子形成离子流，根据离子流产生的电信号强度，检测被色谱柱分离出的组分。

特点：灵敏度很高，比热导检测器的灵敏度高约 10^3 倍；检出限低，可达 $10^{-12} g \cdot S^{-1}$ ；能检测大多数含碳有机化合物；死体积小，响应速度快，线性范围也宽，可达 10^6 以上；而且结构不复杂，操作简单。

缺点：不能检测永久性气体、水、一氧化碳、二氧化碳、氮的氧化物、硫化氢等物质。

FID 是目前应用最广泛的色谱检测器之一。

1 . 氢焰检测器结构

氢焰检测器主要部分是一个离子室。离子室一般用不锈钢制成，包括气体入口，火焰喷嘴，一对电极和外罩。被测组分被载气携带，从色谱柱流出，与氢气混合一起进入离子室，由毛细管喷嘴喷出。氢气在空气的助燃下经引燃后进行燃烧，以燃烧所产生的高温（约 2100℃）火焰为能源，使被测有机物组分电离成正负离子。在氢火焰附近设有收集极（正极）和极化极（负极），在两极之间加有 150V 到 300V 的极化电压，形成一直流电场。产生的离子在收集极和极化极的外电场作用下定向运动形成电流。

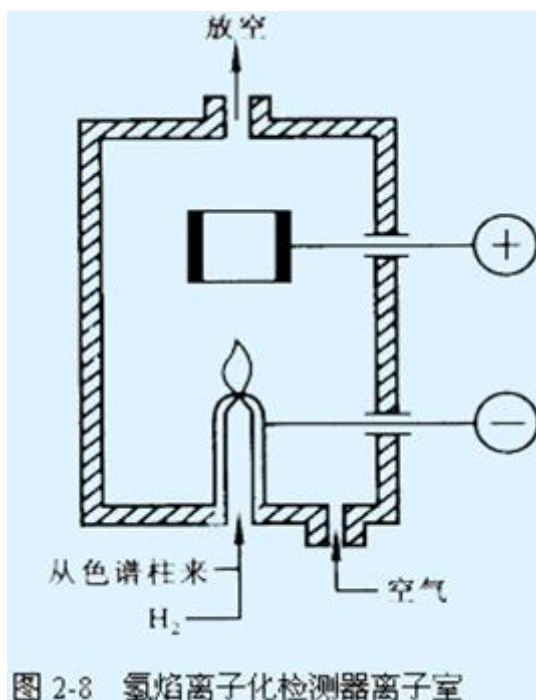
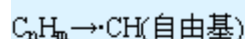


图 2-8 氢焰离子化检测器离子室

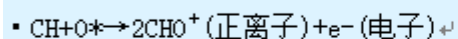
2 . 氢焰检测器离子化的作用机理

至今还不十分清楚其机理，普遍认为这是一个化学电离过程。有机物在火焰中先形成自由基，然后与氧产生正离子，再同水反应生成 H_3O^+ 离子。以苯为例，在氢火焰中的化学电离反应如下：

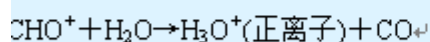
有机物 C_nH_m 在此发生裂解而产生含碳自由基 $\cdot CH$:



然后进入反应层, 与外面扩散进来的激发态原子或分子氧发生反应, 生成 CHO^+ 及 e^- :



形成的 CHO^+ 与火焰中大量水蒸气碰撞发生分子—离子反应, 产生 H_3O^+ 离子:



化学电离产生的正离子(CHO^+ , H_3O^+)和电子(e^-) 在外加 150—300V 直流电场作用下向两极移动而产生微电流。经放大后, 记录下色谱峰。

3

． 操作条件的选择

①. 气体流量 当氮气作载气时, 一般氢气与氮气流量之比是 1 : 1 ~ 1 : 1.5 ,

氢气与空气流量之比为 1 : 10

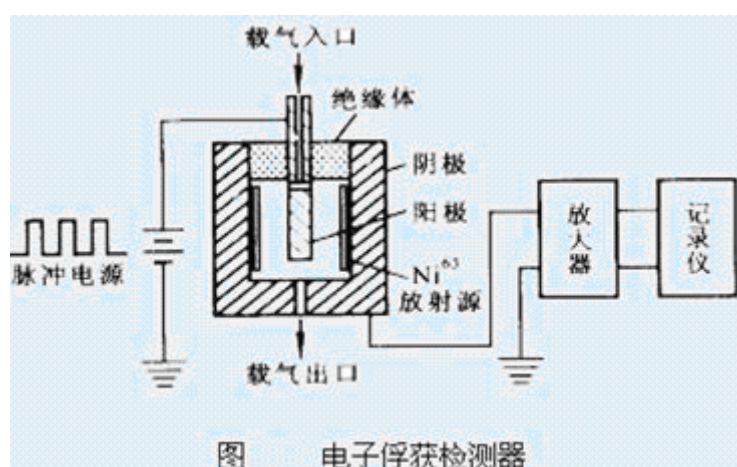
②. 极化电压 一般选 $\pm 100V$ 到 $\pm 300V$ 之间。

③. (3) 使用温度 从 $80 \sim 200^\circ C$, 灵敏度几乎相同。

三、电子俘获检测器(Electron Capture Detector, ECD)

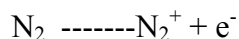
1. 结构

构造如图所示。在检测器的池体内有一圆筒状 β 放射源(^{63}Ni 或 3H)作为负极, 以不锈钢棒作为正极。两级间加以直流脉冲电压。



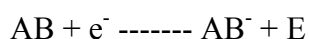
2. 原理

当载气(一般为高纯 N_2)进入检测器时,在放射源发射的 β 射线作用下发生电离:

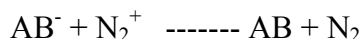


生成的正离子和慢速电子,在恒电场的作用下,向相反的电极移动,形成恒定的电流即为基流(10^{-8} A)。

当自色谱柱流出的具有电负性的组分进入检测器时,它就会俘获检测器中的电子而产生带负电获得分子离子并放出能量:



带负电获得分子离子与 N_2^+ 碰撞生成中性复合物,被载气带出检测器外:



其结果是基流下降,产生负信号而形成倒峰。组分浓度越大,倒峰越大。

3. 应用

电子捕获检测器也称电子俘获检测器,它是一种选择性很强的检测器,对具有电负性物质(如含卤素、硫、磷、氰等的物质)的检测有很高灵敏度(检出限约 $10^{-14} \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)。电负性愈强,灵敏度愈高。它是目前分析痕量电负性有机物最有效的检测器。电子捕获检测器已广泛应用于农药残留量、大气及水质污染分析,以及生物化学、医学、药物学和环境监测等领域中。

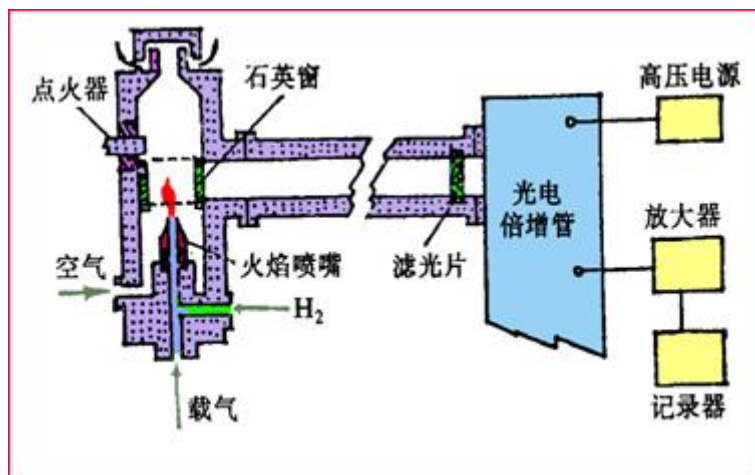
它的缺点是线性范围窄,只有 10^3 左右,且响应易受操作条件的影响,重现性较差。

四、火焰光度检测器

火焰光度检测器,简称 FPD,是对含磷、含硫的化合物的高选择性和高灵敏度的一种色谱检测器。检出限可达 $10^{-12} \text{g}\cdot\text{S}^{-1}$ (对P) 或 $10^{-11} \text{g}\cdot\text{S}^{-1}$ (对S)。

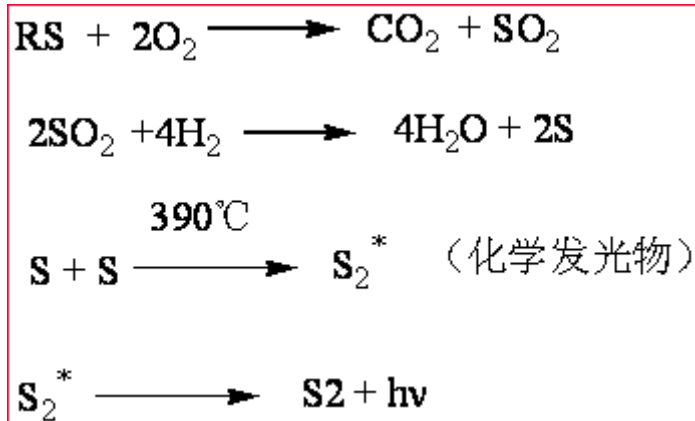
这种检测器可用于大气中痕量硫化物以及农副产品,水中的毫微克级有机磷和有机硫农药残留量的测定。

1. 结构



2. 火焰光度检测器的工作原理

根据硫和磷化合物在富氢火焰中燃烧时，生成化学发光物质，并能发射出特征波长的光，记录这些特征光谱，就能检测硫和磷以硫为例，有以下反应发生：



当激发态 S_2^* 分子返回基态时发射出特征波长光 λ_{max} 为 394nm。对含磷化合物燃烧时生成磷的氧化物，然后在富氢火焰中被氢还原，形成化学发光的HPO碎片，并发射出 λ_{max} 为 526nm的特征光谱。这些光由光电倍增管转换成电信号，经放大后由记录仪记录。

五、检测器的性能指标

1 . 灵敏度（响应值或应答值）S

如果一进样量 Q 对检测器的响应信号作图，就可以得到一条直线，如图 2-10 所示。

灵敏度就是响应信号对进样量的变化率（直线的斜率）：

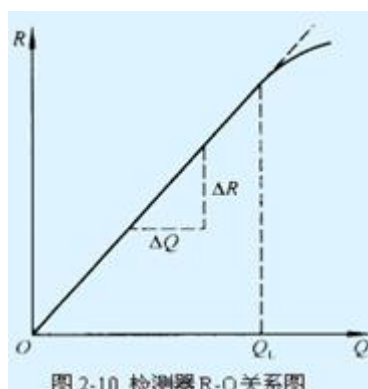
$$S = \Delta R / \Delta Q$$

对于浓度型检测器，其响应信号正比于载气中组分的浓度 c ：

$$R \propto c$$

故可写作：

$$R = S_c c$$



浓度型检测器的灵敏度计算式：

$$m = \int_0^{\infty} c dV = \int_0^{\infty} \frac{C_1 C_2 F_0}{S_c} h dx = \frac{C_1 C_2 F_0 A}{S_c}$$

$$S_c = C_1 C_2 F_0 A / m$$

上式即为浓度型检测器的灵敏度计算公式。如果进样是液体，则灵敏度的单位是 $\text{mV} \cdot \text{mL} \cdot \text{mg}^{-1}$ ，即每毫升载气中有一毫克试样时在检测器所能产生的响应信号，单位为 mV 。若试样为气体，灵敏度的单位是 $\text{mV} \cdot \text{mL} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

对于质量型检测器（如氢焰检测器），其响应值取决于单位时间内进入检测器某组分的量。质量型检测器的灵敏度计算式：

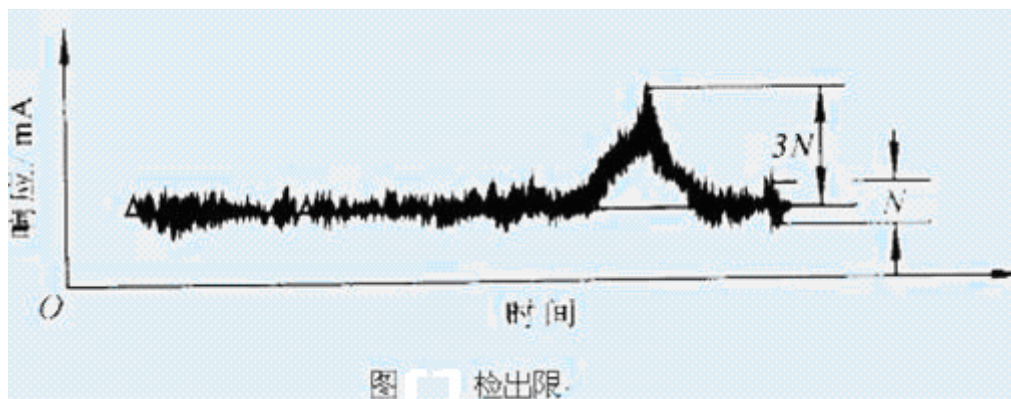
$$m = \int_0^{\infty} \frac{dm}{dt} dt = \int_0^{\infty} \frac{C_1 h}{S_m} \cdot 60 C_2 dx$$

$$m = 60 C_1 C_2 A / m$$

$$S_m = 60 C_1 C_2 A / m$$

式中各符号的意义同前。仅 m 的单位为 g ； S 的单位为 $mv/(g/s)$ 。 C 的单位为 cm/min ，换算成 cm/s 时要乘 60。

2 . 检出限 D



检出限也称敏感度，是指检测器恰能产生和噪声相鉴别的信号时，在单位体积或时间需向检测器进入的物质质量（单位为 g ），定义为：检测器恰能产生三倍于噪声信号时的单位时间（单位： S ）引入检测器的样品量（单位： g ），或单位体积（单位： cm^3 ）载气中需含的样品量。

$$D=3N/S$$

D 的物理意义指每毫升载气中含有恰好能产生三倍于噪声信号的溶质毫克数。

3 . 最小检出量

指检测器恰能产生和噪声相鉴别的信号时所需进入色谱柱的最小物质质量（或最小浓度）。具体的讲，最小检测量指产生二倍噪声峰高时，色谱体系（即色谱仪）所需的进样量。以 Q_0 表示。

对于浓度型： $Q_0=1.065Y_{1/2} \cdot D$

质量型检测器： $Q_0=1.065Y_{1/2} \cdot F_0 \cdot D$

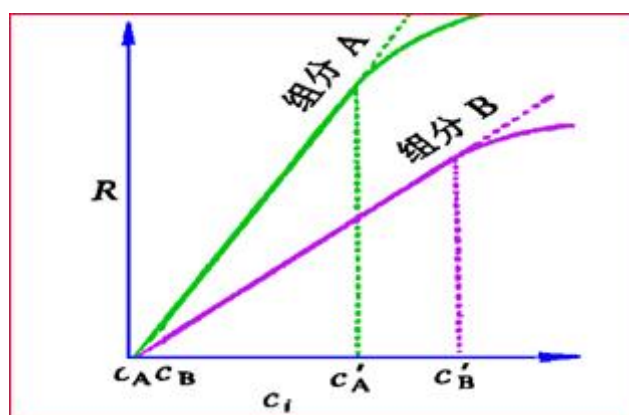
4 . 响应时间

要求检测器能迅速地和真实地反映通过它的物质的浓度变化情况，即要求响应速度快。

5. 线性范围

是指试样量与信号之间保持线性关系的范围，用最大进样量与最小检出量的比值表示，范围越大，越有利于准确定量。

图为某检测器对两种组分的 $R-C_i$ 图。 R 为检测器响应值， C_i 为进样浓度。对于组分A进样浓度在 C_A 至 C_A' 之间为线性，线性范围为 C_A'/C_A 。对于组分B则在 C_B 至 C_B' 之间为线性，线性范围为 C_B'/C_B 。



不同的组分的线性范围不同。不同类型检测器的线性范围差别也很大。如氢焰检测器的线性范围可达 10^7 ，热导检测器则在 10^5 左右。由于线性范围很宽，在实际检测时一般采用双对数坐标纸。

12-3 气相色谱固定相

气相色谱固定相可分为液体固定相和固体固定相。

一. 液体固定相

液体固定相：将固定液均匀地涂抹在载体上面。

1. 固定液

(1) 要求：

(1) 操作柱温下固定液呈液态（易于形成均匀液膜）

(2) 操作条件下固定液热稳定性和化学稳定性好

(3) 固定液的蒸气压要低（柱寿命长，检测本底低）

(4) 固定液对样品应有较好的溶解度及选择性

(2) 固定液与组分分子之间的作用力

分子间的作用力是一种极弱的吸引力，主要包括静电力、诱导力、色散力。

(1) 静电力：存在于极性分子之间。

(2) 诱导力：存在于极性分子和非极性分子之间。极性分子的极性越强，非极性分子越容易被极化，则诱导力就越大。两个分子越接近或分子体积越小，则诱导作用越强。

(3) 色散力：存在于非极性分子之间

(4) 氢键力：这是与电负性很大的原子（如 F、O、N 等）形成共价键的氢原子又和另一个电负性原子所生成的一种有方向性的相互作用力。

如固定液中含有—OH、—COOH、—COOR、—NH₂、=NH 等官能团时，对含氟、含氧、含氮化合物常有较显著的氢键作用力，使这些组分的保留时间增大。

(3) 固定液的分类

一般按化学结构和极性分类。

(1) 化学结构分类法

A. 烃类：烷烃，芳烃

B. 硅氧烷类：

C. 醇类（氢键形固定液）

D. 酯类：中强极性固定液

(2) 极性分类

相对极性法的测定方法：首先规定强极性的固定液 β ， β' -二氧二丙腈的极性 P_0 为 100，非极性的固定液角鲨烷的极性 P_s 为 0。然后选一物质对，如正丁烷(nC₄)—丁二烯(C₄=)，

来进行实验，分别测定它们在氧二丙腈、角鲨烷及欲测极性固定液的色谱柱上的相对保留值。

$$\text{固定液的相对极性 } P_x = 100 - \frac{100(q_0 - q_x)}{q_0 - q_s}$$

q_0 、 q_s 和 q_x 分别表示 β, β' -氧二丙腈、角鲨烷及欲测固定液上的相对保留值的对数值。这样测得的各种固定液的相对极性均在 0—100 之间，为了便于在选择固定液时参考，又将其分为五级，每 20 为一级， P 在 0 ~ +1 间为非极性固定液，+1 ~ +2 为弱极性固定液，+3 为中等极性固定液，+4 ~ +5 为强极性固定液，非极性亦可用“-”表示。

2. 担体(载体)

担体(载体)应是一种化学惰性、多孔性的颗粒，它的作用是提供一个大的惰性表面，用以承担固定液，使固定液以薄膜状态分布在其表面上。

2.要求：

- (1) 比表面积大（多涂渍固定液）
- (2) 无吸附性（不吸附被测组分）
- (3) 化学惰性（不与固定液发生反应）
- (4) 若稳定性好
- (5) 具有一定的机械强度

载体大致可分为两大类，即硅藻土类和非硅藻土类。

A. 硅藻土型担体，天然硅藻土经煅烧而成的。常用的是此类担体，它又可分为红色担体和白色担体（煅烧时加 Na_2CO_3 之类的助熔剂，使氧化铁转化为白色的铁硅酸钠）两种。

红色担体：孔径较小，表面孔穴密集，比表面积较大($4 \text{ m}^2/\text{g}$)，机械强度好。适宜分离非极性或弱极性组分的试样。缺点是表面存有活性吸附中心点。

白色担体：煅烧前原料中加入了少量助溶剂(碳酸钠)。颗粒疏松，孔径较大。表面积较小($1\text{ m}^2/\text{g}$)，机械强度较差。但吸附性显著减小，适宜分离极性组分的试样。

B.非硅藻土型担体:有氟担体、玻璃微球担体、高分子微担体等。

3. 硅藻土类担体的预处理：

普通硅藻土类担体表面并非惰性，含有 $\equiv\text{Si-OH}$ 、 Si-O-Si 、 Al-O- 、 Fe-O- 等基团，故既有吸附活性又有催化活性。若涂渍上极性固定液，会造成固定液分布不均匀；分析极性试样时，由于活性中心的存在，会造成色谱峰拖尾，甚至发生化学反应。因此，担体使用前应进行钝化处理，方法如下：

a. 酸洗（除去碱性基团）、碱洗（除去酸性基团）：用浓 HCl、KOH 的甲醇溶液也分别浸泡，以除去铁等金属氧化物及表面的氧化铝等酸性作用点。

b.硅烷化（消除氢键结合力）：用硅烷化试剂(二甲基二氯硅烷等)与担体表面的硅醇、硅醚基团反应，以消除担体表面的氢键结合力。

c.釉化（表面玻璃化、堵微孔）：以碳酸钠，碳酸钾等处理后，在担体表面形成一层玻璃化釉质。

二. 固体固定相

固体固定相包括吸附剂和聚合物固定相两类。

1. 吸附剂

常用的固体吸附剂有：活性炭、分子筛、氧化铝、硅胶等。

特点：多孔，大表面，具有吸附活性的物质。

优点：吸附容量大，耐高温，无流失。

缺点：吸附等温线非线性，易超载；分离性能与制备、活化条件有关，难重复。

分析对象：永久性气体和低沸点物质。如 O_2 、 N_2 、 CO 、 CH_4 、 C_2H_6 、 C_2H_4 等

气体的相互分离。

2. 聚合物固定相

聚合物固定相是一种新型的有机合成固定相（苯乙烯与二乙烯苯共聚）。

分析对象：有机物中痕量水的分析；多元醇、脂肪酸、腈类、胺类的分析。

12-4 气相色谱条件的选择

色谱条件包括分离条件和操作条件。分离条件是指色谱柱。操作条件是指载气流速、柱温、进样条件和检测器。

一. 固定相的选择

对气体及低沸点烃类应选用固体固定相。

1. 固定液的选择

1. 按极性相似原则选择：

固定液与被测组分极性“相似相溶”， K 大，选择性好。

2. 按化学官能团相似选择：

固定液与被测组分化学官能团相似，作用力强，选择性高

3. 按组分性质的主要差别选择

组分的沸点差别为主 —— 选非极性固定液；按沸点顺序出柱，沸点低的先出柱。

组分的极性差别为主 —— 选极性固定液；按极性强弱出柱，极性弱的先出柱。

2. 载体的选择

（1） 根据样品性质

非极性样品—未经处理的硅藻土型载体；

极性样品—酸洗、碱洗或硅烷化硅藻土载体；

高沸点样品—玻璃微球；

强腐蚀性样品—聚四氟乙烯等特殊载体。

(2) 根据柱径来选择载体的粒度

(3) 筛分范围

一般使用的颗粒筛分范围为 20 目。

3. 固定液配比的选择

配比：固定液质量与固定液及载体总质量的比值。配比通常在 5%~25%之间。

配比越低，担体上形成的液膜越薄，传质阻力越小，柱效越高，分析速度也越快。

配比较低时，固定相的负载量低，允许的进样量较小。分析工作中通常倾向于使用较低的配比。

二. 柱长和柱径的选择

增加柱长对提高分离度有利(分离度 R 正比于柱长 $L^{1/2}$)，但组分的保留时间 $t_R \uparrow$ ，且柱阻力 $\uparrow$ ，不便操作。柱长的选用原则是：

◆在能满足分离目的的前提下，尽可能选用较短的柱，有利于缩短分析时间。

◆填充色谱柱的柱长通常为 1~3 米。

◆可根据要求的分离度通过计算确定合适的柱长或实验确定。

◆增加色谱柱内径，可以增加分离的样品量，但由于纵向扩散路径的增加，会使柱效降低，一般采用的色谱柱内径为 3~4 毫米。

三. 载气及其流速的选择

1. 载气种类的选择

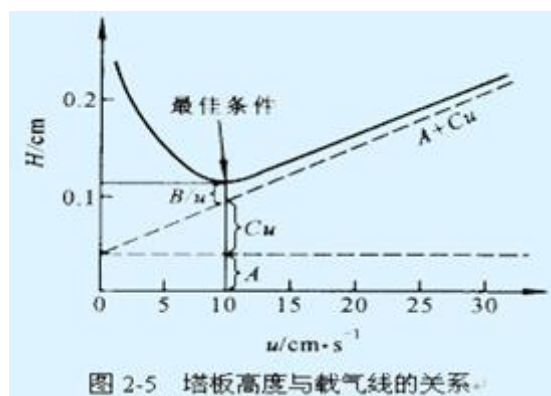
载气种类的选择应考虑三个方面：载气对柱效的影响、检测器要求及载气性质。

① 载气摩尔质量大，可抑制试样的纵向扩散，提高柱效。载气流速较大时，传质阻力项起主要作用，采用较小摩尔质量的载气（如 H_2 ， He ），可减小传质阻力，提高柱效。

②热导检测器需要使用热导系数较大的氢气有利于提高检测灵敏度。在氢焰检测器中，氮气仍是首选目标。

③在载气选择时，还应综合考虑载气的安全性、经济性、来源是否广泛等因素。

2. 载气流速的选择



在曲线的最低点，塔板高度 H 最小 (H 最小)。此时柱效最高。该点所对应的流速即为最佳流速 $u_{\text{最佳}}$ ，及 H 最小，可由式 $H = \frac{B}{u} + Cu$ 微分求得：

$$\frac{dH}{du} = -\frac{B}{u^2} + C = 0$$
$$u_{\text{最佳}} = \sqrt{\frac{B}{C}}$$

将式(14-28)代入式(14-17)得：

$$H_{\text{最小}} = A + 2\sqrt{BC}$$

在实际分析中，为了缩短分析时间，往往是 u 稍大于 $u_{\text{最佳}}$ ，

四. 柱温的选择

柱温的选择原则：

- (1) 应使柱温控制在固定液的最高使用温度（超过该温度固定液易流失）和最低使用温度（低于此温度固定液以固体形式存在）范围之内。
- (2) 在能保证 R 的前提下，尽量使用低柱温，但应保证适宜的 t_R 及峰不拖尾。

(3)柱温一般选择在接近或略低于组分平均沸点时的温度。

(4)组分复杂，沸程宽的试样，采用程序升温。

五.进样条件的选择

气化室温度——一般稍高于样品沸点。

进样量——不可过大，否则易造成拖尾峰；在保证检测器灵敏度足够的情况下，进样量尽可能小。

六. 检测器的选择

12-5 毛细管气相色谱

本章小结

1. 气相色谱法是利用气体作为流动相的一种色谱法。
2. 气相色谱仪由载气系统、进样系统、检测系统和记录系统组成。检测器分为浓度型检测器和质量型检测器。热导池检测器和电子捕获检测器属于浓度型检测器；氢火焰离子化检测器和火焰光度检测器属于质量型检测器。热导池检测器是通用型检测器，其它检测器有一定的适用范围。
3. 气相色谱的固定相分为液体固定相和固体固定相。液体固定相是将固定液均匀地涂抹在载体上面。组分与固定液之间的作用力包括静电力、诱导力、色散力和氢键力。根据组分和固定液的极性作用力不同
4. 在进行气相色谱分析时，需要对色谱条件进行选择。