

项目5：测定未知有机物含量 (气相色谱法)

任务5-4:气相色谱分析方法

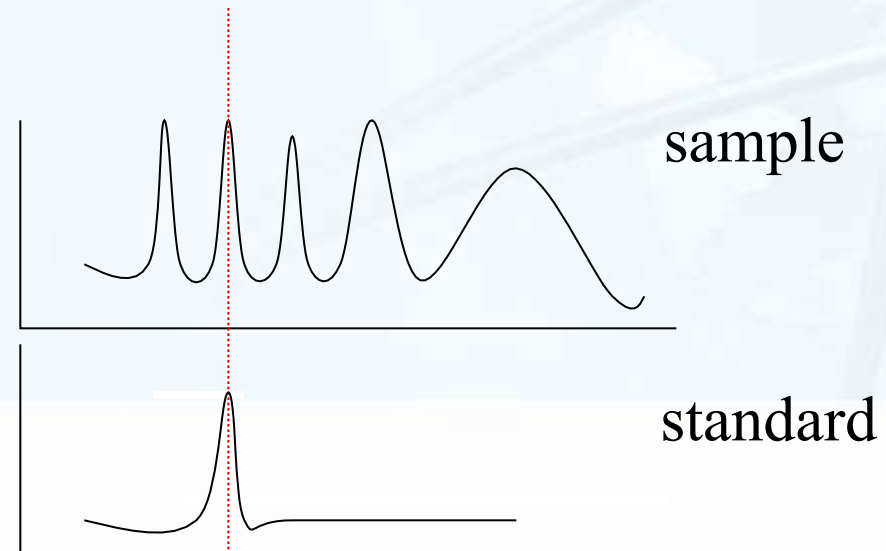
一、定性分析

气相色谱法主要依据组分的保留值来定性，这一般需要已知标准物来进行对照。所以通常GC只能用于范围已知的试样的定性，而鉴定范围未知的试样往往有困难。近年来，色谱与质谱、光谱等方法的联用，为未知物的定性分析提供了新的有效手段。

(一) 利用已知的纯物质对照定性

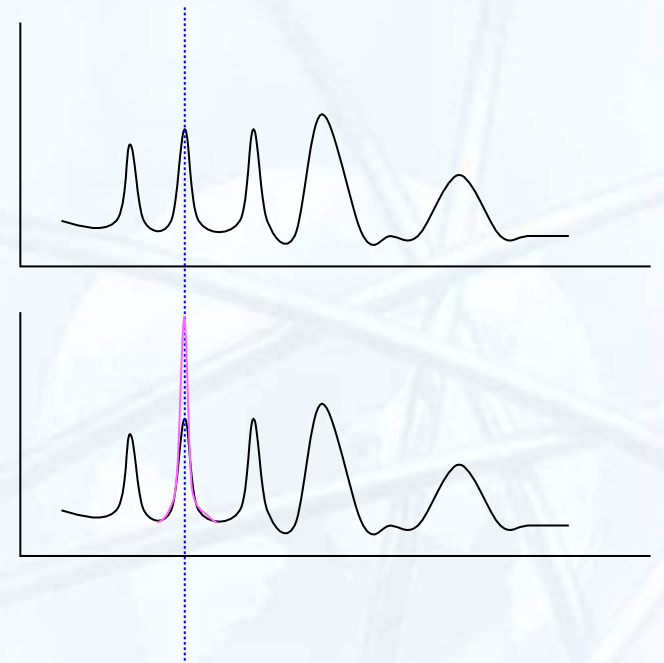
1. 保留值定性

在完全相同的条件下，分别测定并比较纯物质和被测未知组分的保留值，若两者的保留值相同，则该组分与已知纯物质可能是同一物质。必须严格控制条件（包括进样技术）

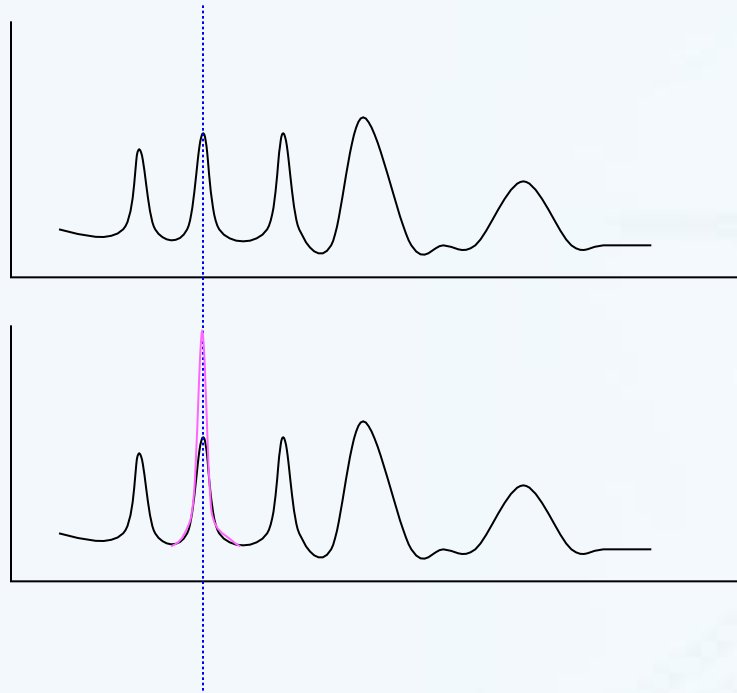


2. 标准加入法定性

当试样比较复杂，相邻的组分保留值很接近，或操作条件不易控制稳定时，可以在得到未知试样的色谱图后，将待测组分的纯物质加入试样中，在相同条件下再次进行分析，又得到一色谱图。对比两个色谱图，如果某一色谱峰高增加，则该组分与纯物质可能是同一物质。



2. 标准加入法定性



3. 双柱（多柱）定性

在一根色谱柱上用保留值对物质进行定性时不一定可靠，因为不同物质有可能在同一色谱柱上具有相同的保留值。所以，要想使定性结果更加可靠，应采用双柱或多柱法进行定性，即采用两根或多根极性不同的色谱柱进行分析，观察待测组分和标准物的保留值是否始终一致。

(二) 利用文献数据定性

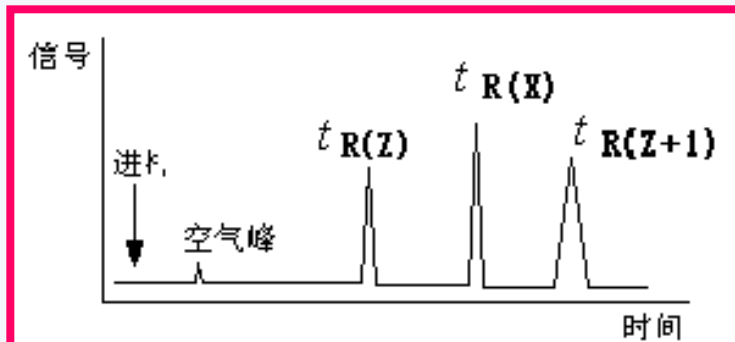
1. 相对保留值定性

由于相对保留值只受柱温和固定液影响，与其它操作条件无关，所以只要以上两项实验条件与文献相同，选用相同的标准物质，就可进行比较，而不受其它操作条件的影响。

2. 利用保留指数定性

保留指数法是将正构烷烃的保留指数规定为 $100Z$ (Z 代表碳数)，而其它物质的保留指数 I_i 则用两个相邻正构烷烃的保留指数来标定，

被测物质X的调整保留时间应在相邻两个正构烷烃的调整保留值之间如图所示：



$$t'_{R(Z+n)} > t'_{R(X)} > t'_{R(Z)}$$

$$I_X = 100 \left(n \frac{\lg t'_{R(X)} - \lg t'_{R(Z)}}{\lg t'_{R(Z+n)} - \lg t'_{R(Z)}} + Z \right)$$

利用此式求出未知物 *Kovats* 指数 I_x ，然后与文献值对照。

需要注意的是，利用文献保留值定性时，未知物的相对保留值或保留指数的测定必须在文献所规定的**色谱柱（固定液）和柱温**条件下进行。

（三）与其它仪器分析方法结合定性

当对试样中所含组分完全未知时，可采用与其它仪器联用的方法进行定性。气相色谱法可将混合物分离为单个纯组分，而红外、核磁共振、质谱等可鉴定未知物的结构，但要求被鉴定的未知物为纯组分。因此，将这两类方法联用，发挥各自的特长，是解决未知物定性问题的最有效手段。

二、定量分析

气相色谱定量分析的依据:

一定操作条件下, 进入检测器某组分的质量 m_i 与检测器的响应信号(峰面积 A_i 或峰高 h_i)成正比, 即:

$$m_i = f_i' A_i \quad m_i = f_i'' h_i$$

定量校正因子

定量准确度决定于

1. 求峰面积
2. 求相对校正因子
3. 选准确定量方法

(二) 定量校正因子的测定

由于同一检测器对不同物质具有不同的响应值，相同质量的不同物质得出的峰面积往往不相等，因此不能用峰面积直接计算物质的含量。为了使检测器产生的响应信号能真实反映出物质的含量，就要对响应值进行校正，所以引入“定量校正因子”。定量校正因子有绝对校正因子和相对校正因子两种。

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/438027073131006126>