

上海灵华仪器有限公司

分析方法文集

2012 年修订版

主编：黄河 文字编辑：李婷

2012-11-20

目录	
第一章 气象色谱分析丁基锡氯化物.....	5
第二章 工业甲醛的气相色谱分析方法	7
第三章 血液中乙醇的测定----顶空气相色谱法 SF/Z JD0107001-2010	7
第四章 中华人民共和国石油化工行业标准 SH/T0713—2002	
车用汽油和航空汽油中苯和甲苯含量测定法（气象色谱法）	11
第五章 中华人民共和国石油化工行业标准 SH/T0663---1998	
汽油中某些醇类和醚类测定法（气相色谱法）	12
第六章 中华人民共和国国家职业卫生标准 GBZ/T 160.68---2004	
工作场所空气中腈类化合物的测定方法	15
第七章 卷烟条与盒包装纸中挥发性有机化合物的测定	
顶空—气相色谱法	15
第八章 天然气的组成分析气相色谱法 GB/T13610---2003	18
第九章 中华人民共和国国家标准 GB/T 18867---2002	
电子工业用气体 六氟化硫.....	20
第十章 中华人民共和国国家标准 GB/T 23296.11---2009	
食品接触材料 塑料中环氧乙烷和环氧丙烷含量的测定 气相色谱法	22
第十一章 中华人民共和国国家标准 GB/T 12208---2008	
人工煤气组分与杂质含量测定方法	23
第十二章 常见植物油鉴别及掺伪的气相色谱检测方法	26
第十三章 中华人民共和国黑色冶金行业标准 YB/T 5029---93	
洗油萘含量的测定方法	27

第十四章	中华人民共和国国家标准 GB10410.3---89	
液化石油气组分气相色谱分析法.....		28
第十五章	用气相色谱法分析甲缩醛纯度及其杂质含量.....	31
第十六章	煤气中粗笨含量的气相色谱分析方法研究.....	32
第十七章	中华人民共和国国家标准 GB 10410.2---89	
天然气常量组分气相色谱分析法.....		34
第十八章	铝材电泳涂料中的有机溶剂定量分析法.....	36
第十九章	国家环境保护总局标准 HJ/T 38---1999	
固定污染源排气中非甲烷总烃的测定 气相色谱法.....		37
第二十章	室内空气中总挥发性有机化合物（TVOC）的测定（GB50325---2001）	39
第二十一章	室内空气中苯的测定.....	40
第二十二章	溶剂型涂料、溶剂型胶粘剂中苯含量测定.....	41
第二十三章	中华人民共和国国家标准 GB/T17623---1998	
绝缘油中溶解气体组分含量的气相色谱测定法.....		41
第二十四章	中华人民共和国国家职业卫生标准 GBZ/T 160.48---2004 工作 场所空气中醇类化合物的测定方法（异戊醇、异辛醇的溶剂解吸---气相色谱法）.....	43
第二十五章	中华人民共和国国家标准 GB/T1751---92	
稀释剂、防潮剂水分测定法.....		43
第二十六章	中华人民共和国化工行业标准 HG/T3934---2007	二
甲醚(Dimethyl ether).....		45

第二十七章	中华人民共和国国家标准 GB 4396---2005	
二氧化碳灭火剂 (Fire extinguishing agent---carbon dioxide)		48
第二十八章	顶空气相色谱法测定卡维地洛中有机溶剂残留	48
第二十九章	固体废物 挥发性有机物的测定 顶空气相色谱法	50
第三十章	GC 法测定水中硝基苯	52
第三十一章	苹果中代森锌的残留	53
第三十二章	自动顶空进样色谱法测定 $\angle 10\text{PPB}$ 苯的测定	53
第三十三章	气相色谱法测定葡萄酒中的甜蜜素	55
第三十四章	气相色谱法测定甘油氯化反应中的反应物和产物	57
第三十五章	中华人民共和国化工行业标准 有机化工产品	
工业甲胺溶液实验方法		59
第三十六章	中华人民共和国国家标准 GB/T 5750.8---2006	
生活饮用水标准检验方法 有机物指标		61
第三十七章	中华人民共和国国家标准 GB/T 12717---2007	
工业用乙酸酯类试验方法		63
第三十八章	中华人民共和国国家标准 GB/T 14678---93	
空气质量 硫化氢、甲硫醇、甲硫醚和二甲二硫的测定 气相色谱法		68
第三十九章	γ -氨基丙基三乙氧基硅烷的气相色谱分析	70
第四十章	中华人民共和国国家标准 GB/T 10345---2007	白
酒分析方法		72
第四十一章	水质---吡啶的测定---气相色谱法	74
第四十二章	醋酸甲酯水解液的气相色谱分析法	77
第四十三章	气相色谱法测定芦荟及芦荟干粉中的多糖	78

第四十四章	顶空进样毛细管气相色谱法测定生物素中有机溶剂残留量.....	80
第四十五章	顶空进样气相色谱法测定酱油中乙酰丙酸.....	81
第四十六章	顶空气相色谱法测定香料油树脂中溶剂残留量	83
第四十七章	二氯二氢硅的气相色谱法分析.....	85
第四十八章	小麦粉中过氧化苯甲酰与苯甲酸总量的毛细管气相色谱法测定	86
第四十九章	静态顶空—气质联用法测定茶叶香气.....	88
第五十章	甲基丙烯酸甲酯-甲基丙烯酸正丁酯均聚共混物和无规共聚物的裂解色 谱定量分析.....	89
第五十一章	气相色谱定量分析单糖的研究.....	91
第五十二章	气相色谱法测定生物柴油样品中脂肪酸甲酯和脂肪酸甘油酯的含量 .94	
第五十三章	气相色谱法测定液氧中微量乙炔含量.....	96
第五十四章	气相色谱法分析水中的挥发性苯系物.....	98
第五十五章	气相色谱法同时测定白酒中的特征性香气成分	98
第五十六章	气相色谱法定量测定黄樟脑	100
第五十七章	气相色谱分析三聚甲醛合成液.....	102

第一章 气象色谱分析丁基锡氯化物

色谱条件 氢火焰检测器、SE-30 柱(上海试剂厂 102 担体涂布 20%SE-30 柱固定液, 60-80 目)、键合固定相-D 柱(60-80 目)。

样品甲基化 20ml 溶有粗有机锡 2~3g 的乙醚溶液由滴液漏斗滴加到格利雅试剂中, 格氏试剂由 1.08g 镁和 6.2g 碘甲烷在 35ml 乙醚中回流反应制成, 约 20 分钟滴加

完毕, 混合物加热到回流温度, 并维持 40 分钟 (随着时间的拖延, 色谱分析组成不发生变化, 说明已彻底甲基化)。冷却至 0°C, 小心地用饱和氯化铵溶液处理, 分离出有机层, 用分子筛干燥, 蒸发去乙醚, 得到甲基化产物。

色谱图

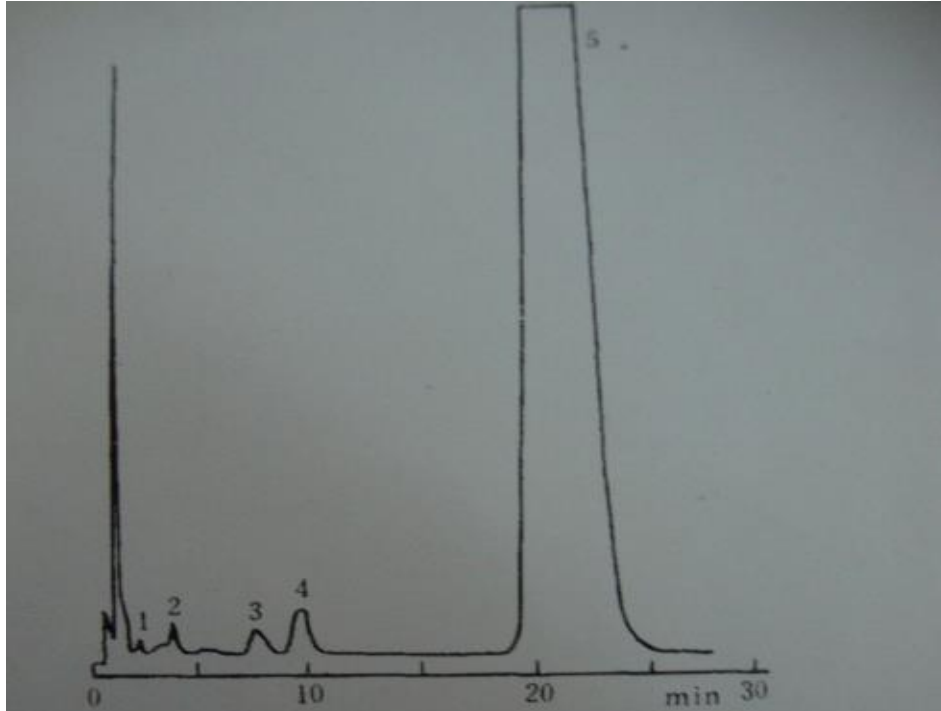


图 1 粗四丁基锡甲基化后的气相色谱图

表 1 丁基甲基化锡的气相色谱保留值及拓扑指数^{1x}

化合物	t _R (min)	log t _R	^{1x}
一丁基三甲基锡	2.175	0.777	3.561
二丁基二甲基锡	3.775	1.328	5.121
三丁基一甲基锡	9.45	2.246	6.682
四丁基锡	21.09	3.049	8.243

* 柱: SE-30(60—80 目), 柱温: 200°C, 载气: N₂, 氢火焰离子化检测器。

第二章 工业甲醛的气相色谱分析方法

色谱条件 固定相:GDX-403(60~80目);柱长2m(内径3mm)的不锈钢色谱柱;柱温120℃,汽化温度200℃,检测器温度180℃;热导检测器,工作电流120mA,高纯氢为载气,流速60ml/min;进样量0.8ul。

色谱图

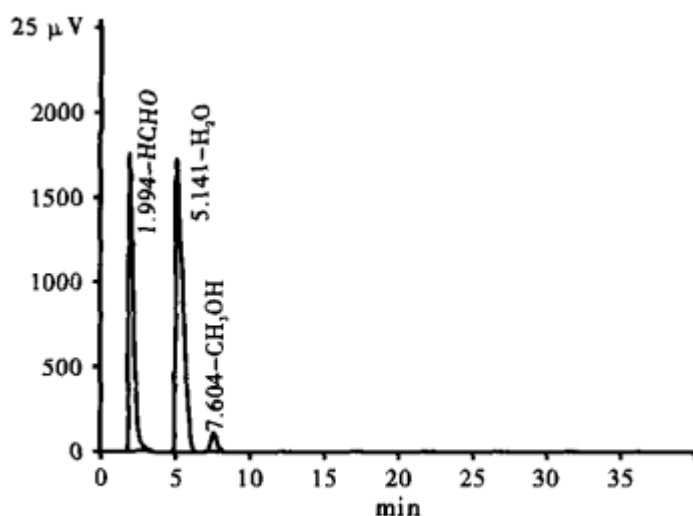


图1 工业甲醛气相色谱

第三章 血液中乙醇的测定—顶空气相色谱法 SF/Z JD0107001-2010

1. 范围

本标准规定了血液中乙醇的顶空气相色谱测定方法。

本标准适用于血液中乙醇的定性及定量分析。

本标准的方法检出限为 0.01mg/mL; 定量下限为 0.05mg/mL。

2. 原理

本法利用乙醇的易挥发性,以叔丁醇为内标,用顶空气相色谱火焰离子化检测器进行检测,经与平行操作的乙醇对照品比较,以保留时间或相对保留时间定性,用内标法、峰面积比进行定量分析。

3. 试剂和材料

除另有说明外，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

3.1 乙醇

色谱纯。

3.2 乙醇标准溶液

精密称取适量乙醇，用水配成 10.0mg/mL 乙醇标准储备溶液。储备液在冰箱中冷藏密闭保存，有效期为 6 个月。试验中所用其它浓度的标准溶液均从上述储备液稀释而得，在冰箱中冷藏密闭保存，有效期为 3 个月。

3.3 叔丁醇

色谱纯。

3.4 叔丁醇溶液

精密称取适量叔丁醇，用水配成 5.0mg/mL 叔丁醇储备液。储备液在冰箱中冷藏密闭保存，有效期为 12 个月。将储备液用水稀释，得 40.0ug/mL 叔丁醇内标工作液，在冰箱中冷藏内标工作液，在冰箱中冷藏密闭保存，有效期为 6 个月。

4. 色谱条件

4.1 气相色谱仪

配火焰离子化检测器（FID）。

4.2 顶空进样器

配 1mL 定量进样环。

4.3 样品瓶

20mL，顶空自动进样器用。

4.4 硅橡胶垫。

4.5 铝帽。

4.6 密封钳。

4.7 精密移液器。

4.8 自动稀释仪。

5. 样品处理

用精密移液器或自动稀释仪取样品血 0.10mL 及 0.50mL 40.0ug/mL 叔丁醇内标工作液，加入样品瓶内，盖上硅橡胶垫，用密封钳加封铝帽，混匀。

6. 顶空气相色谱测定参考条件

a) 色谱柱 (1) : DB-ALCI(30m × 0.32mm × 1.8um) 石英毛细管柱或相当者；

柱温：恒温 40℃；

色谱柱 (2) : DB-ALC2 (30m × 0.32mm × 1.2um) 石英毛细管柱或相当者；柱温：

恒温 40℃；

b) 载气：氮气，纯度 ≥ 99.999%，流速 8mL/min；

c) 进样口温度：150℃；

d) 检测器温度：250℃；

e) 加热箱温度：65℃；

f) 定量环温度：105℃；

g) 传输线温度：110℃；

h) 气相循环时间：3.5min；

i) 样品瓶加热平衡时间：10.0min；

j) 样品瓶加压时间：0.10min；

k) 定量环充满时间：0.10min；

l) 定量环平衡时间：0.05min；

m) 进样时间：1.00min。

色谱图

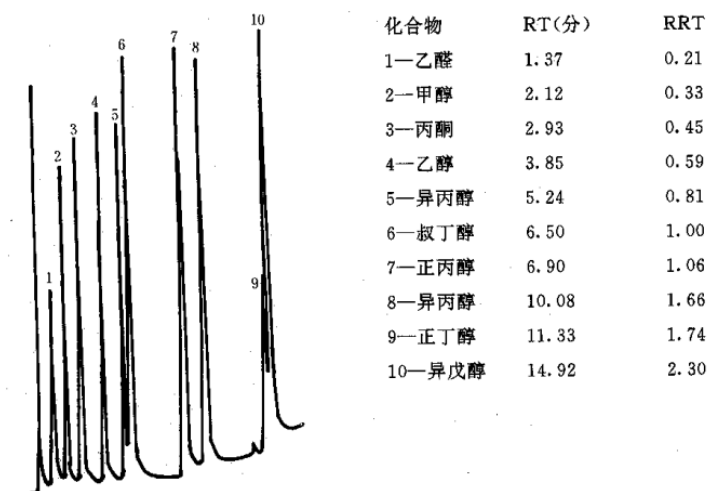


图 A1 醇类色谱图及有关数据(柱 1)

实验条件:5%CARBOWAX 20M Carbowax(80~120目)2 mm X 2 m 玻璃柱。柱温:始温 70℃,速度 5℃/min,终点 170℃(5 min)。检测器(FID)温度 230℃,气化室温度 210℃。

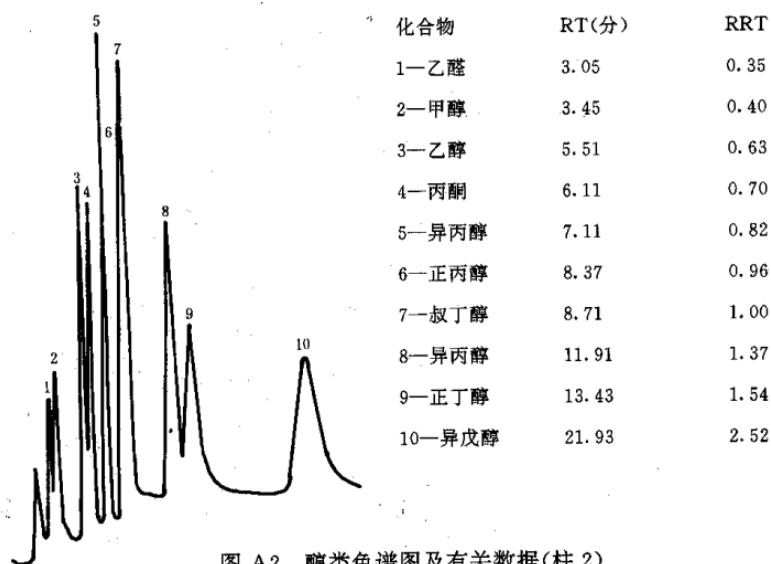


图 A2 醇类色谱图及有关数据(柱 2)

实验条件:Porapak S(80~100目),2 mm X 2 m 玻璃柱。柱温:始温 100℃,速度 15℃/min,终点 200℃(10 min)。检测器(FID)温度 230℃,气化室温度 210℃。

第四章 中华人民共和国石油化工行业标准 SH/T0713—2002

车用汽油和航空汽油中苯和甲苯含量测定法（气象色谱法）

色谱条件

- a) 检测器：火焰离子化检测器；
- b) 色谱柱：不锈钢柱，柱长 1.0m、外径 3.0mm、内径 2.0mm，固定相为甲基硅酮 10%（m/m），载体为白色硅烷化载体（60~80 目）；
- c) 分析柱：弹性石英毛细管柱，柱长 50m、内径 0.25mm、膜厚 0.3um，载体为 FFAP。
- d) 汽化室温度：250℃；
- e) 检测器温度：250℃；
- f) 色谱柱温度：80℃；
- g) 载气 1 流量：约 0.8 mL/min；
- h) 载气 2 流量：约 60 mL/min；
- i) 柱前压：约 350 kPa；
- j) 分析柱流量：约 0.8mL/min；
- k) 分流口流量：59mL/min；
- l) 试样量：0.5uL；
- m) 全分析时间：15min；
- n) 反吹时间：约 0.75（对每个柱系统必须测定反吹时间）。

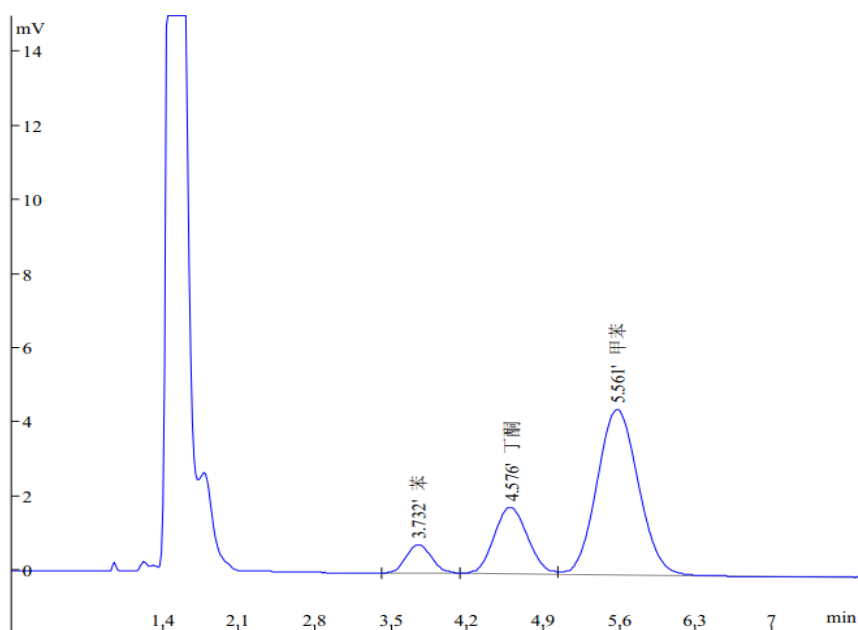
反吹时间的确定

每个柱系统的反吹时间是不同的, 因此必须按以下方法确定适当的值。准备含 5% (V/V) 异辛烷的正壬烷溶液。用 11.4 中描述的进样方法在正吹状态下向系统注入 1 μ L 的此溶液。记录色谱图直到正壬烷流出, 记录笔回到基线。测量从进样直到记录笔回到异辛烷和正壬烷峰之间的基线的时间, 以秒为单位。此时, 异辛烷已全部流出, 而正壬烷没有。此测定时间的一半可近似作为“反吹时间”, 并应在 30s~60s 之间。重复包括进样在内的上述操作, 按以上确定的“反吹时间”切换至反吹状态。如此得到的异辛烷的色谱图中正壬烷峰应很小或看不到。如果有必要, 可做进一步实验, 调节“反吹时间”, 必须用于后续所有的校准和分析中。

试样的制备

精确量取 1.0mL 丁酮 (采用 FFAP 毛细管柱时为 4-甲基-2-戊酮), 倒入 25mL 的容量瓶中, 并加待测样品至刻线, 使其充分混合。

色谱图



第五章 中华人民共和国石油化工行业标准 SH/T0663—1998

汽油中某些醇类和醚类测定法 (气相色谱法)

色谱条件

a) 检测器: 火焰离子化检测器或热导检测器都可以使用。系统应有足够的灵敏度和稳定性, 以便对于一个浓度为 0.005%(V/V)的含氧化合物样品在信噪比最小为 5~1 时, 获得记录器偏移至少为 2mm。

b) 切换反吹阀: 安装于气象色谱柱炉内; 此阀应具有小内孔体积, 并且对色谱分离无明显变坏的影响。

c) 最好使用自动阀切换装置, 也可以使用非自动阀切换装置, 但必须确保切换时间的重复。此装置应该与进样时间和数据收集时间同步。

d) 进样系统: 如果使用毛细管柱和火焰离子化检测器, 则色谱仪应安装分流进样设备。为使实际的色谱样品量保持在柱负荷和检测器最佳效率和线性范围之内, 必须采用分流进样。

e) 数据的显示和计算。

f) 色谱柱: 1) 预切柱, 此柱完成从相同沸点范围的挥发性烃类中预分离含氧化合物。含氧化合物和其余烃类被反吹到 6.3.2 中的分析柱上。具有相当或优于 6.3.1.1 和 6.3.1.2 中描述的色谱效率及选择性的任何柱子都可以使用。该柱不管是否放置在辅助炉内, 在与 6.3.2 分析柱相同的柱温下都应该有同样的分离性能。下列两种预切柱可任选其一。

*6.3.1.1 TCEP 毛细管柱 (柱 1): 长 20m, 外径 0.60mm 及内径 0.35mm 的不锈钢管, 管内涂有 TCEP。

*6.3.1.2 TCEP 微填充柱 (柱 2): 长 560mm, 外径 1.6mm 及内径 0.38mm 的不锈钢管, 填充 0.14~0.15g20% (m/m) TCEP/Chromosorb P(AW)80~100 目。

g) 6.3.2 分析柱: 具有相当或更优于 6.3.2.1 的色谱柱效及选择性的任何柱子都可以使用。

*6.3.2.1 WCOT 甲基硅酮柱: 长 30m, 内径 0.35mm 或 0.53mm, 涂有 2.6um 膜厚的交联甲基硅酮弹性石英毛细管 WCOT 柱。

色谱图

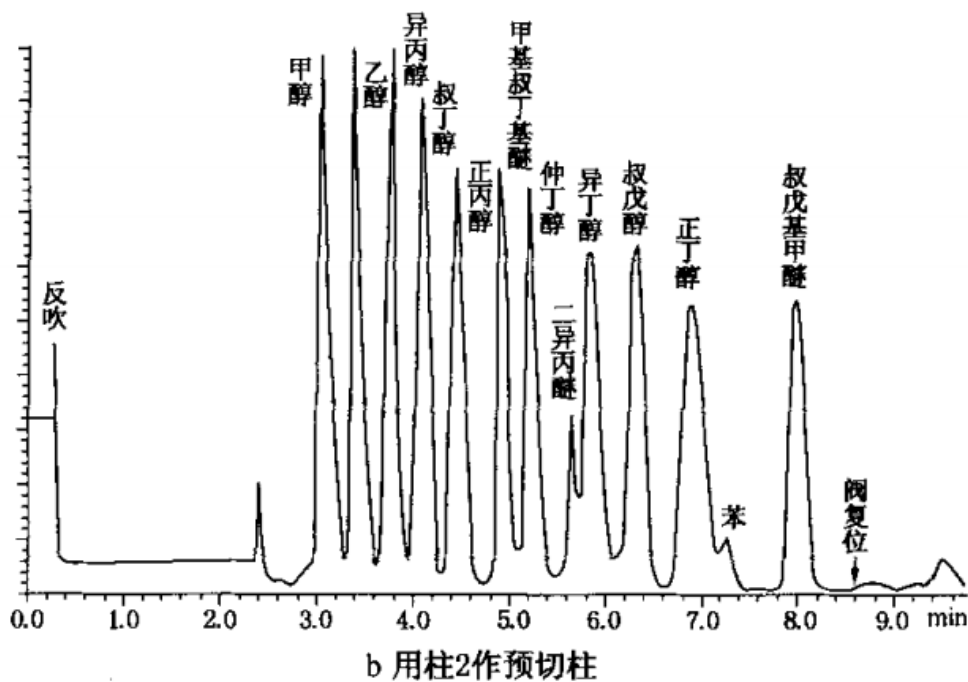
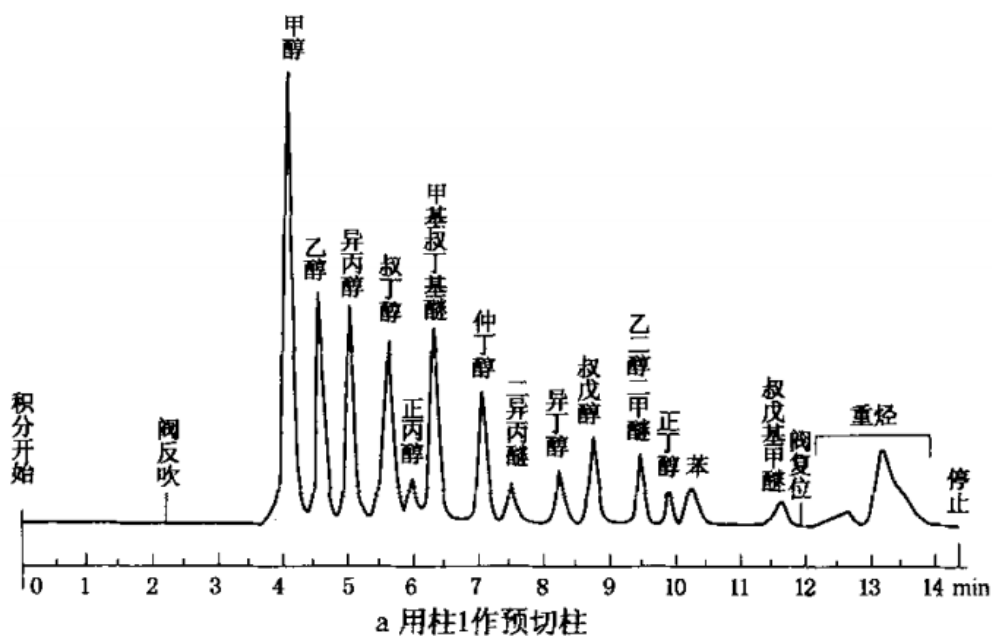


图 2 汽油中含氧化合物色谱分析谱图

第六章 中华人民共和国国家职业卫生标准 GBZ/T 160.68—2004

工作场所空气中腈类化合物的测定方法

色谱条件

- a) 活性碳管，溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性碳；
- b) 空气采样器，流量 0~500ml/min。
- c) 溶剂解吸瓶，5ml。
- d) 微量注射器，10ul。
- e) 气相色谱仪，氢焰离子化检测器。

仪器操作条件

- a) 色谱柱：2m × 4mm，聚乙二醇 6000:6201 担体=5:100；
- b) 柱 温：76℃；
- c) 汽化室温度：150℃；
- d) 检测室温度：150℃；
- e) 载气（氮气）流量：60ml/min。

第七章 卷烟条与盒包装纸中挥发性有机化合物的测定

顶空—气相色谱法

色谱条件

1.顶空仪

- a) 静态顶空仪（HS）。
- b) 顶空瓶：20mL~25mL。

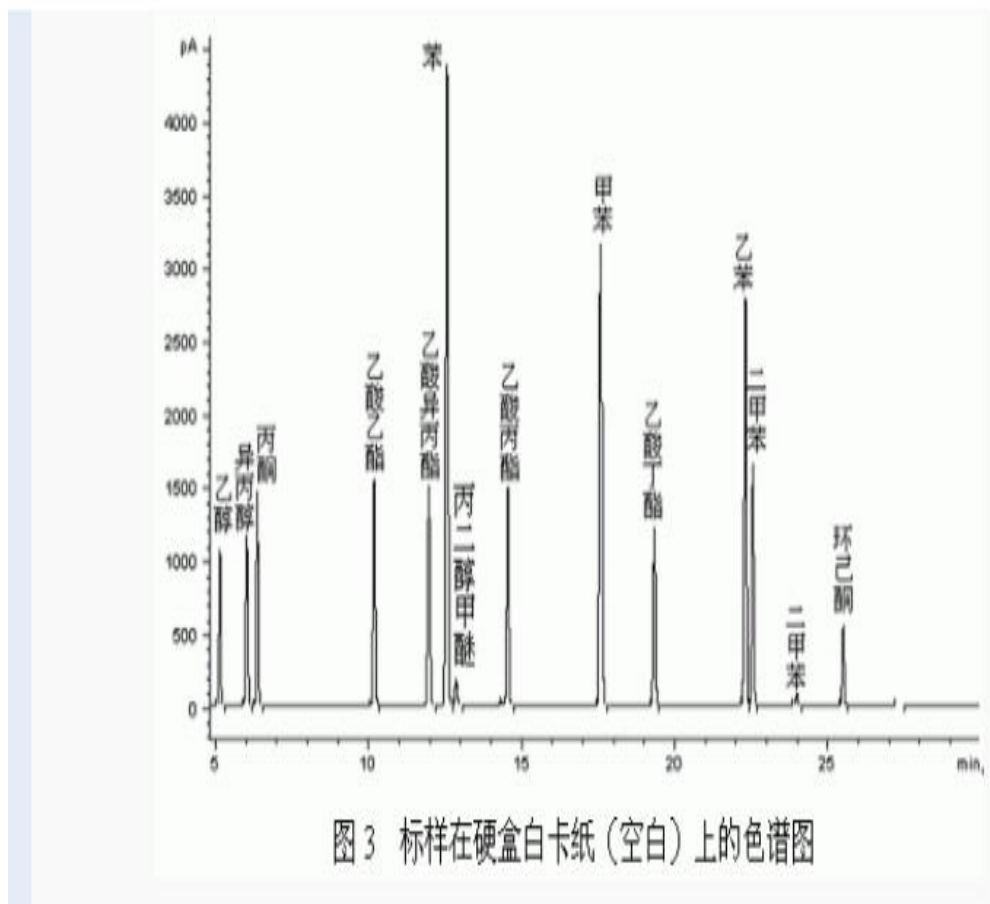
- c) 样品环: 3.0mL。
- d) 样品平衡温度: 80°C。
- e) 样品环温度: 100°C。
- f) 传输线温度: 120°C。
- g) 样品平衡时间: 45.0min。
- h) 样品瓶加压压力: 138kPa。
- i) 加压时间: 0.20min。
- j) 充气时间: 0.20min。
- k) 样品环平衡时间: 0.05min。
- l) 进样时间: 1.0min。

2. 气相色谱仪

- a) VOC 毛细管柱 (VOCOL 柱或等效柱), 60 × 0.32mm (内径) × 1.8um (膜厚)。
- b) 载气: 氦气 (He)。
- c) 进样口温度: 150°C。
- d) 恒流模式, 柱流量 3.8mL/min, 分流比 10:1。
- e) 程序升温: 40°C, 保持 2min, 然后以 4°C/min 的速率升温至 180°C, 保持 15min。
- f) FID 检测器: 温度 250°C, 氢气 40 mL/min, 空气 450mL/min, 补充气 (He) 30 mL/min。
- g) 分析天平: 感重 0.1mg。
- h) 移液枪: 1000ul 活塞式移液枪。
- i) 容量瓶: 250ml。
- j) 移液管: 50ml。
- k) 制样工具: 裁纸刀。

色谱图

顶空-气相色谱法测定卷烟商标纸中的挥发性有机化合物 (VOCs)



第八章 天然气的组成分析气相色谱法 GB/T13610—2003

色谱条件

- 1. 检测器** 选用热导检测器，或在灵敏度和稳定性方面与之相当的检测器。要求对于正丁烷摩尔分数为 1% 的气样，进样 0.25ml，至少应产生 0.5mV 的信号。
- 2. 记录系统** 选用记录仪、电子积分仪或微处理机。
- 3. 衰减器** 如果人工测量色谱峰，必须使用衰减器，以使检测器输出信号的最大峰值保持在记录仪的纸宽范围内，衰减档之间的误差必须小于 0.5%。
- 4. 进样系统** 必须选用对气样中的组分呈惰性和无吸附性的材料制成，应优先选用不锈钢。进样系统应配备带定量管的进样阀，定量管体积为 0.25mL~2mL，内径 2mm，小于 2mm 的应带加热器。
- 5. 柱温控制** 恒温操作时，柱温保持恒定，其变化应在 0.3℃ 以内；程序升温时，柱温不应超过柱中填充物推荐的温度限额。
- 6. 检测器温度控制** 在分析的全过程中，检测器温度应等于或高于柱温，并保持恒定，其变化应在 0.3℃ 以内。
- 7. 载气控制** 在分析的全过程中，载气流量保持恒定，其变化应在 1% 以内。
- 8. 色谱柱** 柱的材料对气样中的组分必须呈惰性和无吸附性，应优先选用不锈钢管。柱内填充物对被检测的组分的分离应能达到规定要求。
- 9. 干燥器** 除已知水分对分析不干扰外，在进样阀前必须配备干燥器。干燥器必须只脱除气样中的水分而不脱除待测组分。
- 10. 阀** 使用阀或试样分流器，或二者兼用，用于反吹或切换。
- 11. 压力计** 可采用 U 型压力计，或精确计量且易读的其他压力计，测量范围是 -100kPa~+120kPa 或更大范围。如果采用 U 型水银压力计，应按有关安全规格执行。

12. 真空泵 真空泵的真空度必须达到绝对压力为 130Pa 或更低。

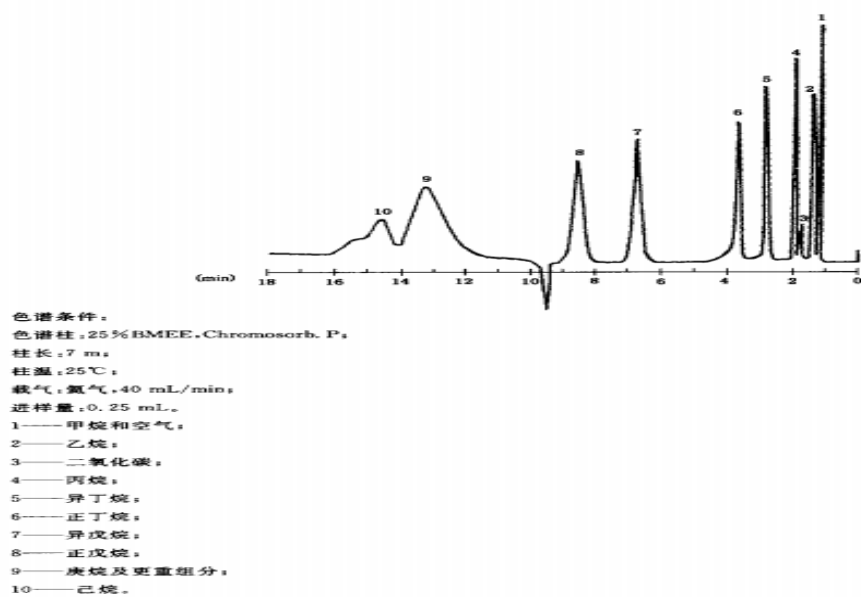


图 3 天然气的典型色谱图

第九章 中华人民共和国国家标准 GB/T 18867—2002

电子工业用气体 六氟化硫

色谱条件

色谱仪带有火焰离子化检测器，要求该仪器检测限：对每种杂质均为 0.5×10^{-6} （体积分数）。

1. 色谱柱：在 CarbopaKB 0.15mm~0.25mm 涂上 1% 的 SP-1000，柱长 7.3m、内径 3mm~4mm 的不锈钢柱，或等效色谱柱。

2. 载气流量：氦气，40mL/min 左右。

3. 辅助气：按仪器说明书规定调整流量。

4. 其他条件：检测器温度 150℃ 左右，色谱柱温度 45℃ 左右。进样量：1mL。

5. 标样：应符合 4.4.3 的规定。

色谱图

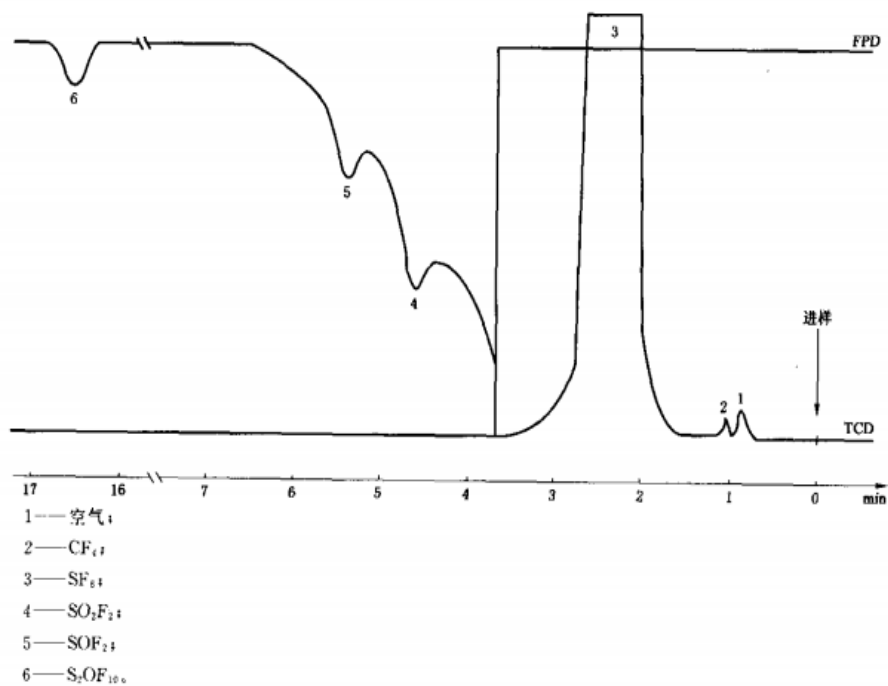


图 A.2 典型色谱图

第十章 中华人民共和国国家标准 GB/T 23296.11—2009

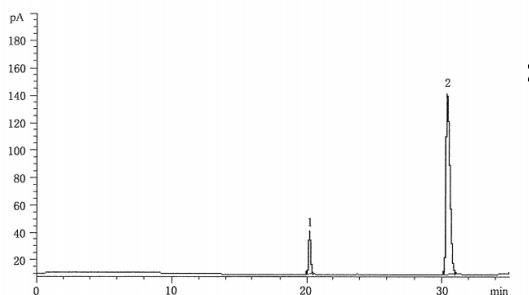
食品接触材料 塑料中环氧乙烷和环氧丙烷含量的测定 气相色谱法

仪器与设备

1. 气相色谱仪：配备氢火焰离子化检测器和顶空自动进样器。
2. 微量注射器：10 μ L、50 μ L、1000 μ L。
3. 样品瓶：50mL，配备铝盖和丁基橡胶或硅树脂橡胶隔垫，隔垫接触样品一面应涂有四氟乙烯。
4. 顶空瓶：20mL，配备铝盖和丁基橡胶或硅树脂橡胶隔垫，隔垫接触样品一面应涂有四氟乙烯。
5. 分析天平：感重 0.0001g、0.01g。

色谱参考条件

1. 色谱柱：（苯乙烯）-二乙烯苯聚合体多孔层开管 PLOT 柱，30m \times 0.32mm（内径） \times 20 μ m，或相当者。
2. 顶空进样器条件：
 - a) 样品平衡时间：可溶于 DMAC 的样品为 30min，不溶于 DMAC 的样品为 60min。
 - b) 顶空瓶温度：100 $^{\circ}$ C。
 - c) 传输线温度：110 $^{\circ}$ C。
 - d) 加压平衡时间：0.5min。
 - e) 进样时间：12s。
3. 气相色谱条件：
 - a) 检测器温度：240 $^{\circ}$ C。
 - b) 柱温箱：50 $^{\circ}$ C 下恒温 10min /min 升至 220 $^{\circ}$ C 并恒温 10min。
 - c) 载气流速：5.7mL /min。
 - d) 入口压力：180kPa。
 - e) 氢气流速：30mL /min。
 - f) 空气流速：400mL /min。



1—环氧丙烷；
2—乙醚。

图 A.2 环氧丙烷标准色谱图

色谱图

第十一章 中华人民共和国国家标准 GB/T 12208—2008

人工煤气组分与杂质含量测定方法

色谱条件

1. 气相色谱仪：带有氢火焰离子化检测器。
2. 积分仪或色谱数据处理机：能采集、记录、储存以及处理色谱分析数据。
3. 色谱柱

柱管：长 2m、内径 3mm 的不锈钢柱管。

填充物

- a) 载体：201 红色载体，酸洗，0.25mm~0.18mm（60 目~80 目），或使用性能相似的其他载体；
- b) 固定液：丁二酸乙二醇聚酯，液相载荷量 6.5%；
- c) 制备方法：在 200mL 烧杯中称取 0.70g 丁二酸乙二醇聚酯，加入与 10g

载体等体积的三氯甲烷，搅拌至完全溶解。称取 10.0g 201 酸洗载体，倒入溶液中，混匀，在不时翻动下，在通风柜中使溶剂全部挥发。

色谱柱的填充与老化：将制备好的填充物紧密装入洁净干燥的柱管内，两端各填少许玻璃棉。填充好的色谱柱安装在色谱仪中，柱出口端暂勿与检测器连接。

通小流量氮气，在柱箱温度 160℃ 下老化 4h 以上，直至基线稳定。

分离度

在下面给定的条件下，正十六烷和萘的分离度不应小于 1.0。

4. 调整仪器

汽化室温度：250℃；

柱箱和色谱柱温度：恒温 130℃；

载气为氮气：柱前压约 73.5kPa，流速 35mL /min，为柱后测量值；

检测器：氢火焰离子化检测器；

检测器温度：140℃；

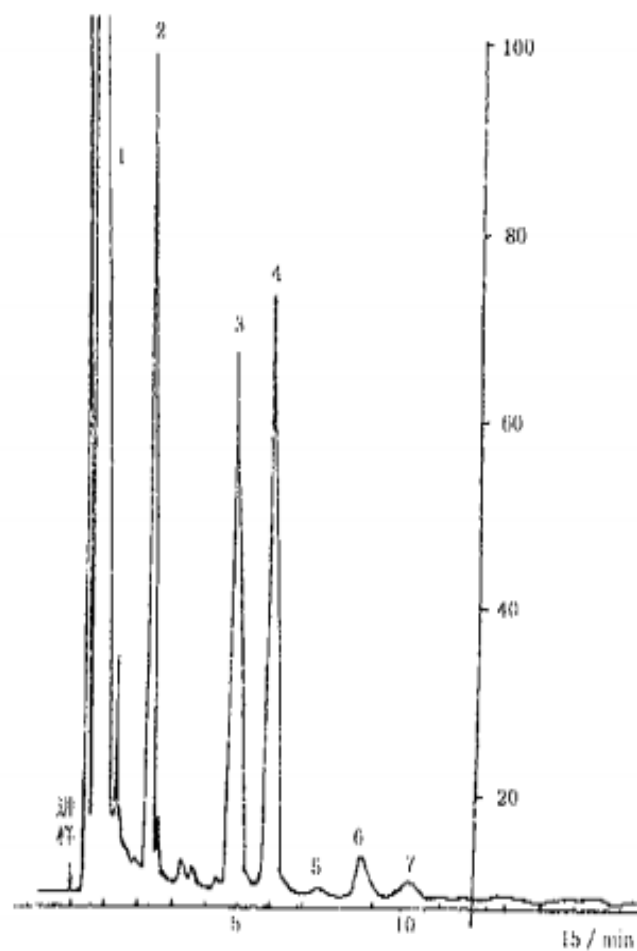
辅助气体流速：

- a) 氢气流速：40mL /min；

b) 空气流速：400m³/L /min；

灵敏度和衰减的调节：在萘的绝对进样量为 2.5×10^{-8} g, 产生的峰高不低于 10mm。

色谱图



- 1 溶剂；
- 2 蒽；
- 3 内标物正十六烷；
- 4 萘；
- 5 硫蒽；
- 6 β -甲基萘；
- 7 α -甲基萘。

图 7 典型色谱图

第十二章 常见植物油鉴别及掺伪的气相色谱检测方法

色谱条件

Φ4mm×2m 玻璃柱，内填充 15% DEGS/6201 80-100 目固定相，柱温：180

°C-200°C，检测器：FID 240°C N₂ 30ml/min H₂ 30ml/min air 300ml/min 进样量 0.4-1.0ul；FFAP 30m×0.32mm×0.5um 毛细管柱，柱温：200°C-220°C，检测器：FID 240°C，N₂ 30cm/sec 尾吹 30ml/min H₂ 30ml/min air 300ml/min 分流进样 0.4-1.0ul。

色谱图

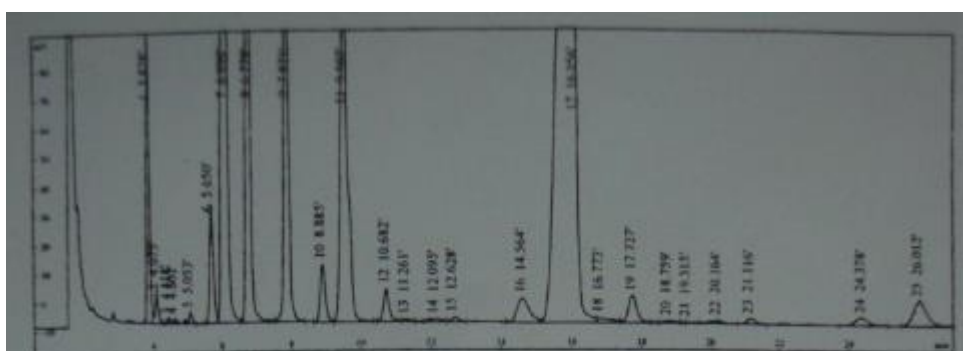


图 1 菜油脂肪酸甲酯色谱图(PPAP 柱)

1. C_{10:0} 2. C_{12:0} 6. C_{14:0} 4. C_{16:1} 7. C_{18:1} 9. C_{18:2} 10. C_{20:0} 11. C_{20:1} 12. C_{22:0} 16. C_{22:1} 17. C_{22:2}

表 1. 常见植物油主要脂肪酸构成比(%)

名 称	C _{10:0}	C _{12:0}	C _{14:0}	C _{16:1}	C _{18:1}	C _{18:2}	C _{20:0}	C _{20:1}	C _{22:0}	C _{22:1}
菜 油	3.92	1.31	18.6	15.5	9.42	0.52	4.46	0.22	45.7	
低芥酸菜油	4.11	1.76	62.6	16.6	8.92	0.54	1.71	...	1.76	
棕 桐 油	38.6	3.72	43.7	11.6	0.21	
棉 籽 油	21.6	2.12	17.2	57.4	0.11	0.10	0.13	...	0.11	
花 生 油	11.6	3.11	40.7	39.1	0.38	1.39	0.29	2.13	...	
黄 豆 油	11.0	3.48	22.1	52.1	8.25	0.35	0.19	
玉 米 油	12.7	1.46	29.2	54.7	0.56	0.10	0.55	
芝 麻 油	8.67	5.30	39.7	44.7	0.18	0.38	0.96	0.10	...	
橄 榄 油	14.0	1.92	71.2	9.13	1.44	0.56	0.33	
葵 花 油	6.22	4.15	19.1	63.2	0.56	1.57	...	0.86	...	

第十三章 中华人民共和国黑色冶金行业标准 YB/T 5029—93

洗油萘含量的测定方法

仪器

1. 色谱仪：带有氢火焰离子化鉴定器或热导池鉴定器。
2. 微量注射器：1ul、10ul。
3. 吸液管：1ml、5ml，分刻度均为 0.1ml。
4. 容量瓶：容积 50ml。
5. 称量瓶：容积 10ml。
6. 烧杯：容积 250ml。

色谱条件

1. 色谱柱的制备

乙烯基硅弹性体与 101 担体按 10:100 的配比。先将称好的固定液置于烧杯内，加适量的苯溶解后，再缓慢地加入担体，轻轻搅动使其混合均匀。带大部分挥发后，在红外灯下干燥至无苯味，用真空泵抽吸装入长 1m，内径 3mm 或 4mm 的色谱柱内。在 170°C 老化 4h 以上。

2. 仪器条件

- a) 柱温：154°C（实测温度）。
- b) 气化温度 270°C（表温）。
- c) 检测温度：250°C（表温）（热导池：桥电流 120mA）。
- d) 载气：氮气（热导池为氢气），柱前压力 0.6kg/cm²，流量 27ml/min。
- e) 燃气：氢气，流量 20ml/min。
- f) 空气：流量 400ml/min。
- g) 灵敏度：对萘含量 0.025g/ml 的萘标样，其萘峰高不低于 100mm。

第十四章 中华人民共和国国家标准 GB10410.3—89

液化石油气组分气相色谱分析法

色谱条件

1. 气相色谱仪

1.1 检测器

热导检测器，氢作载气，灵敏度 $\geq 1\ 000\text{mV} \cdot \text{mL}/\text{mg}$ （苯）。

1.2 积分器或微处理机

积分灵敏度：最小积分单位 $1\mu\text{V} \cdot \text{s}$ 。

线性度：在输入 1mV 以上的测定值为 $\pm 0.1\%$ 。

输入电压：最大 1000mV 。

2. 进样器

进样采用气体六通阀，定量管 $0.5\sim 1\text{mL}$ 。被采集的试样经流路转换送到色谱柱。

3. 载气

氢气，纯度 $\geq 99.9\%$ 。

4. 色谱柱

4.1 柱管：材质不锈钢或尼龙，长 $8\sim 10\text{m}$ ，内径 3mm 。

4.2 固定相：混合固定液（顺丁烯二酸二丁酯 95% 、 $\beta\beta'$ —氧二丙腈 5% ），液相载荷量 26% （ m/m ），溶剂三氯甲烷，载体 6201 红色载体，粒径目 $60\sim 80$ 。

4.3 填充方法：将柱管内部洗净烘干后，在柱出口端填入少量玻璃棉，并用纱布裹好与真空泵连接，然后从柱入口端装入固定相，装填过程中应轻轻敲打柱管，装满后填入适量玻璃棉。色谱柱要填充紧密均匀。

- 4.4 色谱柱的老化：将装填好的色谱柱与色谱仪连接，这时色谱柱出口一端不与检测器连接，通入载气（如用氢气作载气时必须将出口导出室外），将柱箱温度调节到固定液的最高使用温度以下，以 40mL /min 的载气流速老化 4~8h。
- 4.5 组分在色谱柱上的分离必须符合下列要求：当组分含量大于 5%，A/B 大于 0.8；当组分含量小于 5%，A/B 大于 0.4。在小组分相邻于大组分时，取小峰的斜率作为基线。

色谱图

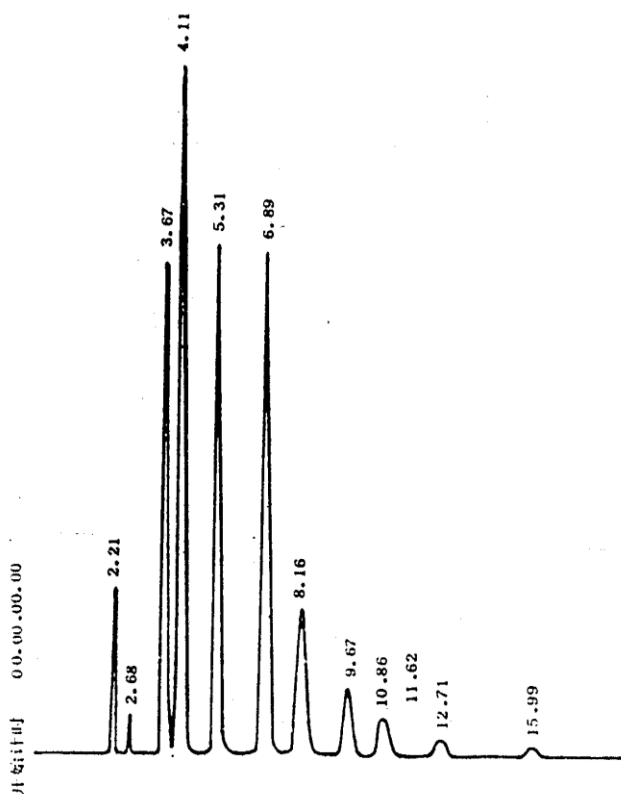


图 A1 DNBM 与 ODPN 混合固定液柱的典型色谱图

注：图中数字为保留时间(min)。

2.21 空气+甲烷; 2.68 乙烷+乙烯; 3.67 丙烷; 4.11 丙烯; 5.31 异丁烷; 6.89 正丁烷; 8.16 正异丁烯; 9.67 反丁烯-2; 10.86 顺丁烯-2; 11.62 丁二烯-1,3; 12.71 异戊烷; 15.99 正戊烷。

第十五章 用气相色谱法分析甲缩醛纯度及其杂质含量

色谱条件

气相色谱仪，TCD 检测器。甲醛为化学纯；甲醇、甲缩醛和无水乙醇均为分析纯，蒸馏水。

色谱柱： $\Phi 3\text{mm} \times 3\text{m}$ 的不锈钢柱；固定相为 GDX-403,60-80 目；柱温 105°C ；

检测温度 120°C ；汽化温度 150°C ；桥流 150mA ；载气 (N_2)： 69kPa 。

色谱图

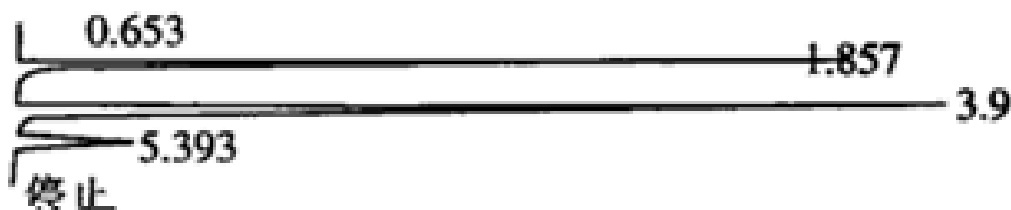


图1 甲缩醛+水的乙醇液气相色谱图

*LEVEL OUT OF RANGE

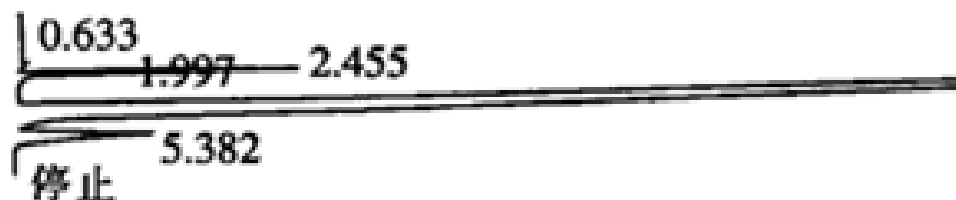


图2 甲缩醛+甲醇的乙醇液气相色谱图

第十六章 煤气中粗苯含量的气相色谱分析方法研究

仪器

检测器：FID

毛细柱：30m × 0.25mm × 0.5 μ m, SE—54

进样器：10 μ L 注射器

取样器：100mL 玻璃注射器

色谱纯：苯、甲苯

分析纯：苯、甲苯、无水乙醇、丙酮

色谱分析条件

柱温：60 $^{\circ}$ C维持 2min, 然后以 35 $^{\circ}$ C/min 升温至 180 $^{\circ}$ C保持 3min。

汽化温度：230 $^{\circ}$ C

检测器：230 $^{\circ}$ C

载气压力：60kPa

空气压力：50kPa

氢气压力：60kPa

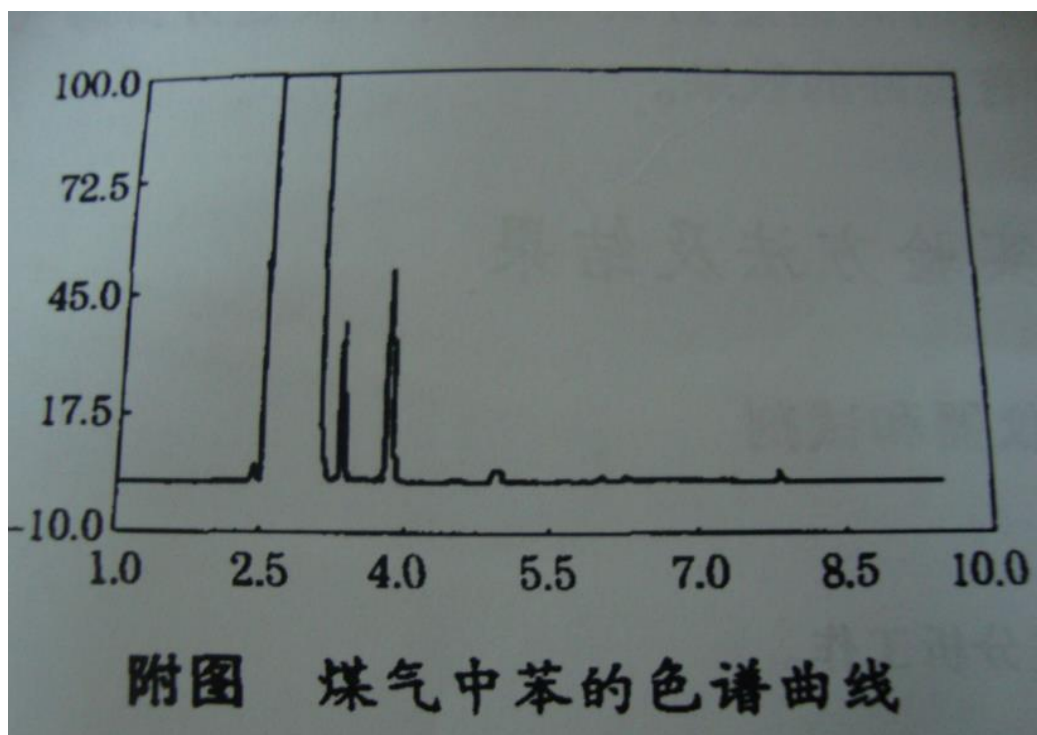
分流比：1：16.5

进样量：1 μ L

尾吹：40mL /min

隔垫吹扫：5.4mL /min

色谱图



第十七章 中华人民共和国国家标准 GB 10410.2—89

天然气常量组分气相色谱分析法

色谱条件

1. 气象色谱仪

热导检测器，氢作载气，灵敏度 $S \geq 1000 \text{mV} \cdot \text{ml/mg}$ （苯）

2. 记录器

3. 进样器

采用气体六通阀进样，定量管为 0.5~1ml，材质为不锈钢。

4. 色谱柱

1) 柱管：材质为不锈钢或尼龙，长 3~5m，内径 3~4mm；

2) 固定相：色谱柱的填充物应对被分析的组分具有较好的分离能力。本方

法采用两根色谱柱完成全分析。当样气中含氧量小于 0.2%时，可采用硅油

DC—200 的组合柱，含氧量大于 0.2 时，则采用 DBP-ODPN 的组合柱。

3) 当组分含量大于 5%，A/B 大于 0.8；当组分含量小于 5%，A/B 大于 0.4。在小组分相邻于大组分时，取小峰的斜率作为基线。

4) 载气氢，纯度不小于 99.9%。

色谱图

• 是以甲烷为主混合峰保留值

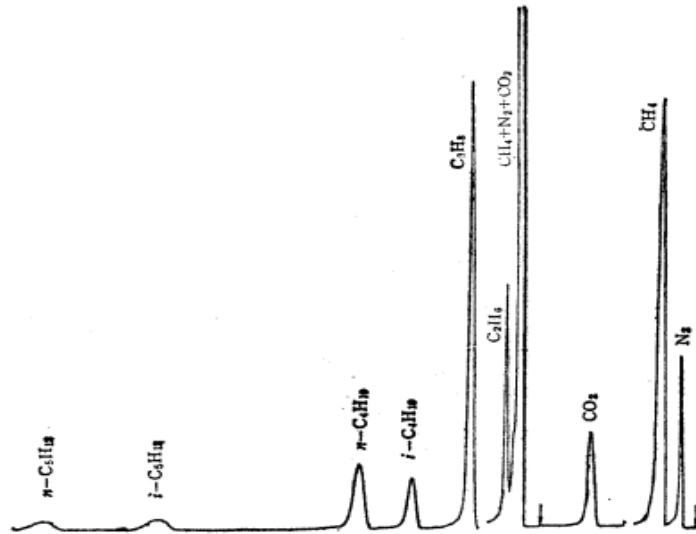


图 4 DC—200及407柱色谱图

色谱柱: DC—200 3m × φ 4mm
 载气: H₂ 55ml/min
 柱温: 24°C
 桥电流: 200mA
 进样量: 1 ml

色谱柱: 407 3m × φ 4mm
 载气: H₂ 45ml/min
 柱温: 24°C
 桥电流: 200mA
 进样量: 1 ml

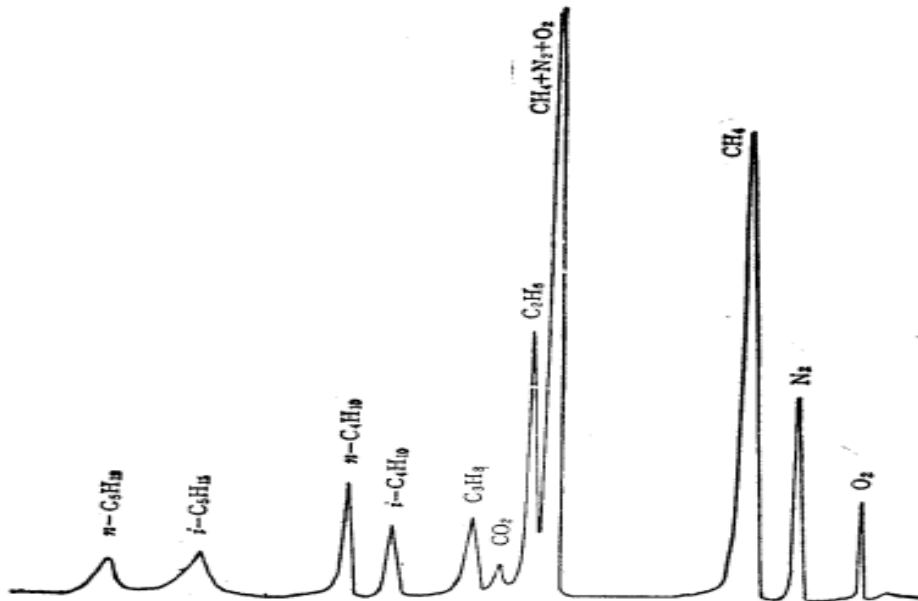


图 5 DBP—ODPN 及分子筛柱色谱图

色谱柱: DBP—ODPN
 8 m × φ 4mm
 载气: H₂ 35ml/min
 柱温: 26°C
 桥电流: 200mA
 进样量: 1 ml

色谱柱: 分子筛 5 A
 2m × φ 4mm
 载气: H₂ 35ml/min
 柱温: 26°C
 桥电流: 200mA
 进样量: 1 ml

第十八章 铝材电泳涂料中的有机溶剂定量分析法

仪器

1. 气相色谱仪（毛细管柱用类型，带 FID 检测器）
2. 数据处理器
3. 电子天平（精确度 1mg）
4. 自动取样器、自动注射器

色谱条件

1. 柱子温度 :50°C, 然后以 5°C/min 升温至 75°C, 然后再以 20°C/min 升温至 180°C
保持 1 分钟, 合计 11.3 分钟。
2. 进样口温度: 160°C
3. 检测器温度: 260°C
4. 载气 He 或者 N₂, 流量由压力控制, 分两段。
初期压力 45KPa × 保温 5 分钟, 然后 10KPa/min 升压到 100KPa 保温 1 分钟。合计 11.5 分钟, 分流比 1/1。
5. 检测器量程: 10
6. 试样注入量: 0.5ul。

第十九章 国家环境保护总局标准 HJ/T 38—1999

固定污染源排气中非甲烷总烃的测定 气相色谱法

仪器

1. 气象色谱仪：附氢火焰离子化检测器。
2. 色谱柱
 - 2.1 甲烷柱：长 3m，内径 3mm 的不锈钢柱，管内填充 GDX-104 高分子多孔微球载体 60~80 目。
 - 2.2 总烃柱：装硅烷化玻璃微珠或不装任何填料（空柱），长 1m，内径 3mm 的不锈钢柱。
3. 注射器：全玻璃制 1ml、5ml、20ml、50ml、100ml 若干个。
4. 玻璃真空采样瓶：1L。
5. 铝箔复合气体采样装：3~5L。
6. 采样管
用不锈钢、硬质玻璃或氟树脂材质，具有适当尺寸的管料。
7. 连接管
聚四氟乙烯软管或内衬聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶管。
8. 无碱玻璃棉

色谱条件

1. 进样器温度：100~110℃；
2. 层析室温度：70~80℃；
3. 检测器温度：100~110℃；

4. 氢气 (5.8) 流量 25ml/min; 空气 (5.9) 流量 400ml/min。根据仪器的具体情况可作适当调整。载气 (N₂) (5.10) 流量, 甲烷柱约为 20ml/min; 总烃柱为 40~50ml/min。根据色谱柱的阻力调节柱前压。
5. 进样量: 1ml。

色谱图



图 1 甲烷柱混合标准气色谱图
甲烷 (1.28 min); 丙烷 (7.67 min)



图 2 总烃柱混合标准气色谱图 (0.32 min)



图 3 总烃柱除烃空气色谱图 (0.32 min)

第二十章 室内空气中总挥发性有机化合物(TVOC)的测定(GB50325—2001)

色谱条件

1. 气相色谱仪----带氢火焰离子化检测器；
2. 热解吸装置---能对吸附管进行热解吸，解吸温度、载气流速可调；
3. 毛细管柱-----长 50m，内径 0.32mm 石英柱，内涂覆二甲基聚硅氧烷，膜厚 1~5 μ m，程序升温 50~250 $^{\circ}$ C，初始温度为 50 $^{\circ}$ C，保持 10min，升温速率 5 $^{\circ}$ C/min，至 250 $^{\circ}$ C，保持 2min；
4. 空气采样器---空气采样 过程中流量稳定，流量范围 0.1L/min~0.5L/min；
5. 注射器---1 μ L、10 μ L、1mL、100mL 注射器若干个；
6. 电热恒温箱---适用 E.0.6 热解吸气相色谱法的方法二，可保持 60 $^{\circ}$ C 恒温。

*E.0.6 热解吸气相色谱法

方法二：热解吸后手工进样的色谱法。

将吸附管置于热解吸装置中，与 100mL 注射器（经 60 $^{\circ}$ C 预热）相连，用氮气以 50mL ~100mL，于 60 $^{\circ}$ C 平衡 30min，取 1mL 平衡后的气体注入气相色谱仪，进行色谱分析，以保留时间定性、峰面积定量。

色谱图

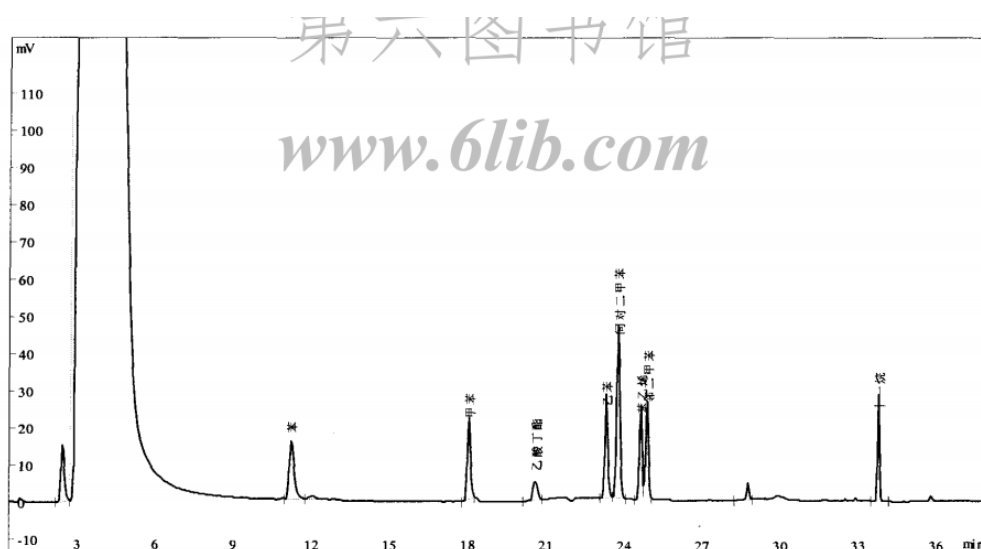


图 1 8 种 TVOC 混合标样分析色谱图

第二十一章 室内空气中苯的测定

仪器

1. 采样器---采样过程中流量稳定，流量范围 0.1~0.5L/min。
2. 热解吸装置---能对吸附管进行热解吸，解吸温度、载气流速可调。
3. 气相色谱仪---配备氢火焰离子化检测器。
4. 色谱柱---毛细管柱或填充柱。毛细管柱长 30m~50m，内径 0.53mm 或 0.32mm 石英柱，内涂覆二甲基硅氧烷或其他非极性材料；填充柱长 2m、内径 4mm 不锈钢柱，内填充聚乙二醇 6000-6201 担体（5:100）固定相。
5. 注射器---1 μ L、10 μ L、1mL、100mL 注射器若干个。
6. 电热恒温箱---适用 B.0.5 热解吸后手工进样的色谱法，可保持 60 $^{\circ}$ C 恒温。

*B.0.5 将吸附管置于热解吸装置中，与 100mL 注射器（经 60 $^{\circ}$ C 预热）相连，用氮气以 50mL /min 的速度于 350 $^{\circ}$ C 下解吸，解吸体积为 50mL~100mL，于 60 $^{\circ}$ C 平衡 30min，取 1mL 平衡后的气体注入气相色谱仪，进行色谱分析，以保留时间定性、峰高定量。

色谱条件

1. 填充柱温度---90 $^{\circ}$ C 或毛细管柱温度---60 $^{\circ}$ C；
2. 检测室温度---150 $^{\circ}$ C；
3. 汽化室温度---150 $^{\circ}$ C；
4. 载气---氮气，50mL /min。

第二十二章 溶剂型涂料、溶剂型胶粘剂中苯含量测定

色谱条件

1. 气相色谱仪---带氢火焰离子化检测器；
2. 毛细管柱---长 30m~50m，内径 0.32mm 或 0.53mm 石英柱，内涂覆二甲基聚硅氧烷，膜厚 1~5 μ m，柱操作条件为程序升温 50~250 $^{\circ}$ C，初始温度为 50 $^{\circ}$ C，保持 10min，升温速率 10~20 $^{\circ}$ C/min，至 250 $^{\circ}$ C，保持 2min；
3. 载气---氮气（纯度不小于 99.99%）；
4. 顶空瓶---10mL、20mL 或 60mL；
5. 恒温箱；
6. 定量滤纸条---20mm \times 70mm；
7. 注射器---1 μ L、10 μ L、1mL 若干个。

第二十三章 中华人民共和国国家标准 GB/T17623—1998

绝缘油中溶解气体组分含量的气相色谱测定法

色谱条件

1. 气相色谱仪：应具备热导鉴定器（TCD）（测定氢气、氧气、氮气）、氢火焰离子检测器（FID）（测定烃类、一氧化碳和二氧化碳）、镍触媒转化器（将一氧化碳和二氧化碳转化为甲烷），检测灵敏度应能满足油中溶解气体最小检测浓度的要求。
2. 色谱柱：1) 高分子多孔小球，型号 GDX502，60~80 目或 80~100 目，柱长 3~4m，内径 2~3mm；2) 碳分子筛，型号 TDX01，60~80 目，柱长 0.5~1m，内径 3mm。
3. 注射器：1mL。
4. 进样量：0.5mL 或 1mL。
5. 温度条件：
 - 1) 柱温：60 $^{\circ}$ C；
 - 2) FID 温度：230 $^{\circ}$ C；

- 3) 转化炉：360°C；
- 4) TCD 温度：60°C。

6. 色谱流程：

- 1) 一次进样，双柱并联二次分流控制：

进样 I (FID) 测 $C_1 \sim C_2$

进样 II (TCD) 测 H_2 、 O_2 (N_2)，(FID)测 CO 、 CO_2

- 2) 此流程适合一般仪器；

- 3) 此流程若采用三检测器 (TCD 和双 FID)

柱 I (FID) 测 $C_1 \sim C_2$ ，柱 II (TCD) 测 H_2 、 O_2 (H_2)，转化器后接 (FID₂) 测 CO 、 CO_2

第二十四章 中华人民共和国国家职业卫生标准 GBZ/T 160.48—2004 工作场所空气中醇类化合物的测定方法(异戊醇、异辛醇的溶剂解吸—气相色谱法)

色谱条件

1. 活性碳管，溶剂解吸型，100mg/50mg 活性碳（异戊醇、异辛醇）。
2. 空气采样器，流量 0~500ml/min。
3. 溶剂解吸瓶，5ml。
4. 微量注射器，10ul。
5. 气相色谱仪，氢焰离子化检测器。
6. 操作条件

色谱柱 2（用于甲醇以外醇类化合物）：2m × 4mm，FFAP：Chromosorb

WAW=10:100;

柱温：90℃（用于异戊醇）；

170℃（用于异辛烷）；

汽化室温度：200℃；

检测室温度：220℃；

载气（氮气）流量：40ml/min。

第二十五章 中华人民共和国国家标准 GB/T1751—92

稀释剂、防潮剂水分测定法

色谱条件

1. 仪器：气相色谱仪的灵敏度及稳定性应符合 GB0722 规定要求。
2. 检测器：热传导检测器。桥电流：150mA 或参照仪器说明书规定。

3. 固定相:高分子多孔微球 (0.15~0.18mm、0.18~0.25mm)。只要能符合下列色谱柱指标使用。
4. 载气: H₂。
5. 载气流量: 20~30mL /min, 或适当流量。
6. 柱温: 100~170°C, 或适当柱温。
7. 汽化室温度: 150~250°C。
8. 检测室温度: 100~170°C, 或适当温度。
9. 柱长: 1~3m 不锈钢或玻璃柱。
10. 进样器: 10uL 一支, 50uL 一支。
11. 进样量: 1~8uL。必要时进样量可增加到 40uL

第二十六章 中华人民共和国化工行业标准 HG/T3934—2007

二甲醚(Dimethyl ether)

仪器

气相色谱仪：配有热导检测器（TCD）可进行毛细管柱操作，或配有火焰离子化检测器（FID）和甲烷化转化器（转化一氧化碳、二氧化碳）的气相色谱仪，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T9722---2006 的规定。

记录仪：色谱工作站。

进样器：1mL 玻璃注射器（如卡介苗注射器，有良好的密封性），或具有加热装置的自动六通阀，配有 1mL 定量环。

采样器：不锈钢材质，双阀型液化石油采样器，符合 SH 0233----1992 规定，工作压力大于 3.1MPa。

恒温水浴。

色谱条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表

项目	毛细管柱法	填充柱法
色谱柱固定相	聚苯乙烯-二乙烯基苯（PLOT-Q 柱）	二乙烯基苯和苯乙烯共聚物，粒度 0.18mm~0.25mm
柱管材质	熔融石英	不锈钢或玻璃管
色谱柱长/m	30	3
柱内经/mm	0.53	3
膜厚/um	40.0	---
检测器	热导检测器	火焰离子化检测器
柱箱温度	初始温度 50℃，保持 2min，以 10℃/min 的速度升温到 150℃	初始温度 50℃，保持 6min，以 10℃/min 的速度升温到 80℃，保持 9min，以 10℃

		/min 的速度升温到 150°C, 保持 15min。
汽化室温度/°C	250	150
检测器温度/°C	250	360
六通阀阀箱温度/°C	100	100
甲烷化转化器温度/°C		360
载气流量 (mL/min)	---	30 (N ₂)
载气平均线速	64 (H ₂ 或 He)	---
燃气流量 (mL/min)	---	30 (H ₂)
助燃气流量 (mL/min)	---	300 (Air)
分流比	5:1	---
进样量/mL (气体)	0.1	1

色谱图

A.1 毛细管柱气相色谱法典型色谱图见图 A.1。

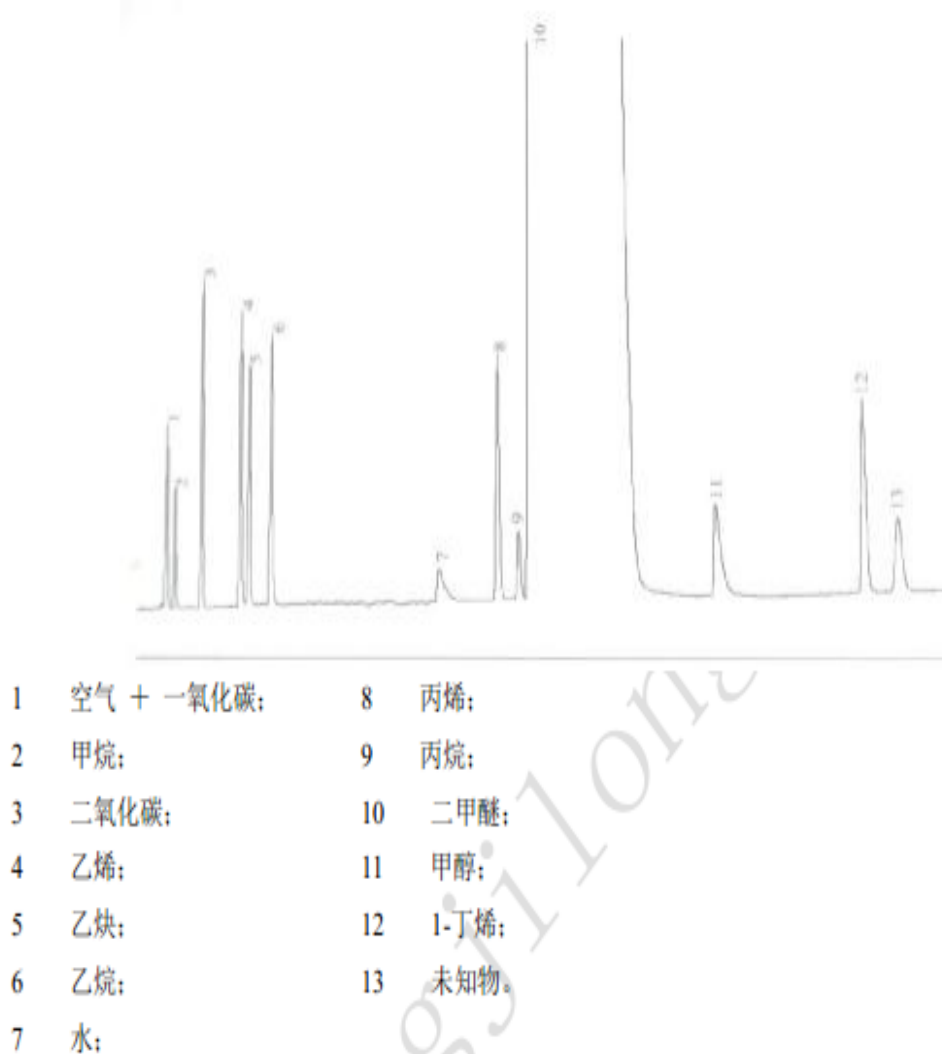


图 A.1 二甲醚含量测定毛细管柱 (PLOT-Q) 气相色谱法典型色谱图

第二十七章 中华人民共和国国家标准 GB 4396—2005

二氧化碳灭火剂 (Fire extinguishing agent—carbon dioxide)

仪器

气相色谱仪，热导检测器，灵敏度不低于 $1000\text{mV} \cdot \text{mL}/\text{mg}$ （氢气为载气，苯为样品）。

色谱条件

项目	条件
仪器	气相色谱仪
检测器	热导检测器
色谱柱	HP-PLOT (molecular sieve 5A) 15m × 0.53m × 50.0um
载气	氦气，纯度 99.999%
载气流速/ (mL /min)	50
进样口温度/°C	80
柱温/°C	100
检测器温度/°C	80

第二十八章 顶空气相色谱法测定卡维地洛中有机溶剂残留

色谱条件

色谱柱：Agilent DB WAX 毛细管柱 (30 m × 0.25 mm × 0.5 μm)；氢火焰离子检测器，检测器温度：230 °C，进样口温度 200 °C；载气：氮气；流速：3.0 mL/min；柱温：程序升温，起始温度 40 °C，保持 12 min，以 40 °C/min

的升温速率升至 180 °C保持 5 min;顶空瓶温度：90 °C，顶空时间：30 min;进样体积：1 mL。

第二十九章 固体废物 挥发性有机物的测定 顶空气相色谱法

顶空制备仪条件的确定

1. 顶空密封垫的选择

用同一种浓度的挥发性有机物标准溶液对四种不同材料的顶空瓶密封垫进行选择，分别是丁基、铝/硅氧烷、PTFE/硅氧烷、PTFE/丁基橡胶，各种顶空密封垫特性指标见表。

密封垫类型	最高使用温度 (°C)	惰性比较	价格
丁基橡胶	100	不好	低
铝/硅氧烷	200	好	中
PTFE/硅氧烷	210	好	中
PTFE/丁基橡胶	100	好	中

可见，后三种密封垫明显好于丁基材料。结合 EPA5021 推荐条件，本方法选择 PTFE/硅氧烷或 PTFE/丁基橡胶的密封垫。

2. 顶空平衡温度的选择

加热平衡温度的确定：样品的平衡温度与蒸汽压直接相关，它影响分配系数。一般来说，温度越高，蒸汽压越高，顶空气体的浓度越高，分析灵敏度就越高。但是，随着平衡温度的提高，气相中水分含量也会急剧升高，样品中水分对色谱柱寿命有影响。本方法在加热平衡温度分别为 40°C、50°C、60°C、70°C 和 85°C 条件下，测定同一种浓度的挥发性有机物标准溶液。综合上述因素，并参考 EPA5021，确定加热平衡温度为 85°C。

3. 加热平衡时间的确定

平衡时间本质取决于被测组分分子从样品基质到气相的扩散速度。由于样品的性质千差万别，所以平衡时间很难预测，一般要通过实验来测定本方法在加热平衡时间分别为 40min、30min、40min、50min、60min 和 70min 条件下，测定同一种浓度的挥发性有机物标准溶液。综合上述因素，并参考 EPA5021，确定加热平衡时间为 50min。

4. 采样针温度确定

采样针温度高于热平衡温度 10~20°C 即可，实验用采样针温度为 100°C。

5. 传输线温度和类型的确定

传输线温度高于采样针温度 10~20℃，以防止样品吸附和冷凝，实验用采样针温度为 110℃。传输线类型为经过去活处理，内径为 0.32mm 的石英毛细管柱。

6. 压力化平衡时间

一般压力化平衡时间为 1-3min，本实验选择 1min。

气相色谱分析条件

色谱条件的选择：根据美国 EPA 方法 8260B 提供的色谱柱信息，及国内水质分析挥发性有机物常用色谱柱。本方法推荐使用 60m × 0.25mm × 1.4μm (6%腈丙苯基、94%二甲基聚硅氧烷固定液) DB-624 毛细柱。

*EPA5021 方法主要内容

适用范围：该方法是顶空前处理方式，适用于土壤、沉积物及固体废物中挥发性有机物的气相色谱或气相色谱—质谱法，方法列出了 58 种化合物，其它挥发性有机物经验证也适用于本方法。当采用 EPA8260 方法分析时，检出限范围为 0.1~3.4ug/kg，检测浓度范围为 10~200ug/kg。

*EPA8260B 方法主要内容

适用范围：该方法适用于各种样品中沸点在 200℃以下大部分挥发性有机物的测定。适合的前处理方法为：EPA3585 直接进样、EPA5030/5035 吹扫捕集、EPA5021 顶空、EPA5032 真空蒸馏。EPA8260B 方法列出了 108 种化合物，其中 7 种是内标或代用品，适合于顶空分析的挥发性有机物为 47 种。

色谱柱：美国 EPA 方法 8260 提供了 5 种色谱柱，柱 1：60m × 0.75mm × 1.5μm, VOCOL；柱 2：30-75m × 0.53mm × 3.0μm, DB-624、Rt_x-502.2 或 VOCOL；柱 3：30m × 0.25-0.32mm × 1.0μm, DB-5、Rt_x-5、SPB-5 或等效柱型；柱 4：60m × 0.32mm × 1.8μm, DB-624 或等效柱型。

色谱条件：进样口温度 200~225℃；质谱接口温度 250~300℃；载气流量 1.5ml/min；程序升温条件为 35℃保持 2min，然后以 4℃/min 速度升至 50℃，然后以 10℃/min 速度升至 220℃直至所有色谱峰流出。分流比为 100：1。

第三十章 GC 法测定水中硝基苯

色谱条件

色谱柱：Rt-5 30m × 0.5mm × 0.25um

进样口温度：280℃

柱温：80℃ (5min) --15℃/min--180℃ (0min) --40℃/min--250℃ (10min)

检测器温度：280℃

柱流量：1mL /min (N₂)

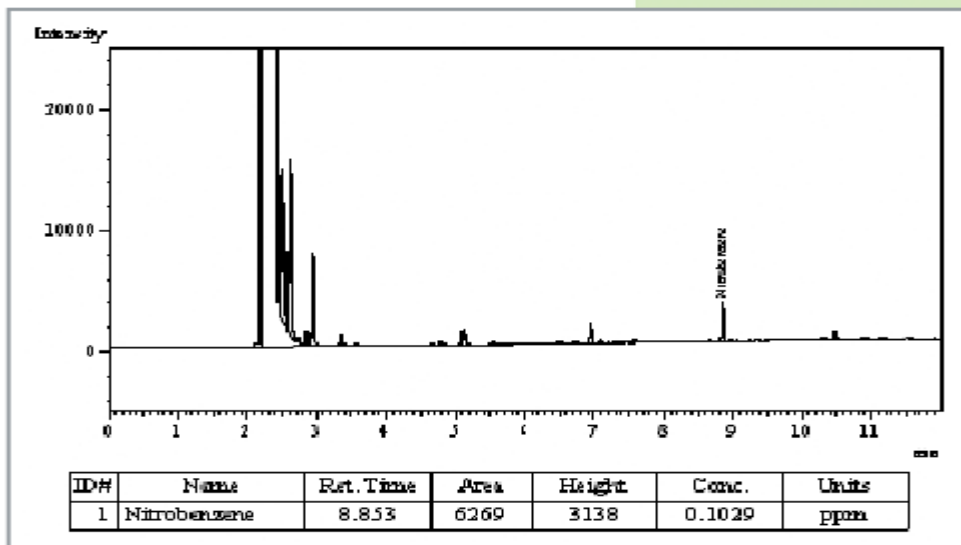
分流比：10:1

载气流量控制方式：恒线速方式

采集停止时间：12min

色谱图

3.2 在空白水样中添加硝基苯标样制成0.1 mg/L的加标样液，经处理后取1μL进样，得到如下结果，测得浓度为0.1029mg/L，测定偏差为2.9%。



第三十一章 苹果中代森锌的残留

色谱条件

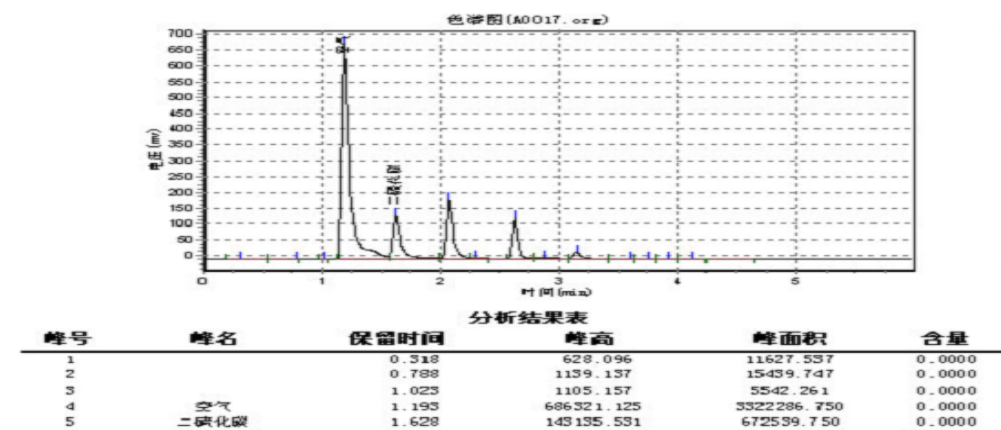
鉴定器：电子俘获检测器，色谱柱，C-1 25m×0.25mm；载气（氮气）压力 12psi；

进样器温度 200℃，检测器温度 250℃，柱温：35℃，恒温 6min。

自动顶空进样器条件

载气压力 120kpa；加压时间 3min；进样时间 3s；放空时间 20s，保温时间 60min，循环时间 6min，加热温度 80℃，进样针温度 105℃；传输管温度 105℃。

原始图谱及数据



第三十二章 自动顶空进样色谱法测定 \angle 10PPB 苯的测定

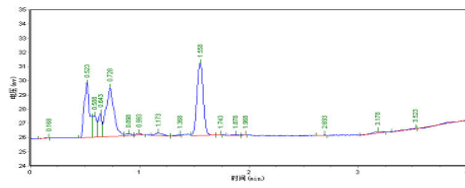
气相色谱条件与自动顶空进样器条件

色谱柱：SE-31 石英毛细管柱（30m×0.53mm），载气（氮气）压力 10psi；进样器温度 200℃，柱温：40℃（3min）、升温速率 20℃、终止温度 140℃，检测器温度 200℃，信号衰减 0。

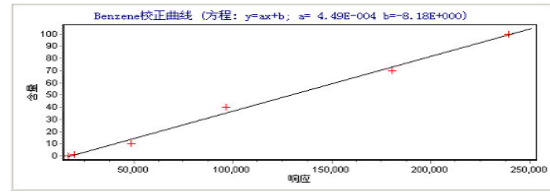
自动顶空进样器：载气压力 100kpa、加压时间 3min、进样时间 4s、放空时间 20s、保温时间 60min、循环时间 10min、加热温度 70℃、进样针温度 105℃、传输管温度 105℃。

色谱图

3 方法与结果



水中 1ppb 苯色谱图



测定苯的标准曲线

第三十三章 气相色谱法测定葡萄酒中的甜蜜素

仪器

气相色谱仪：氢火焰离子化检测器

色谱条件

色谱柱：大口径毛细管柱 CBP1-W12-100 (12m × 0.53mm × 1μm)。

柱温：65℃。

进样口温度：150℃。

检测器温度：150℃。

线速度为 30cm/s。

直接进样。

色谱柱的选择：当柱温为 65℃，正乙烷为溶剂时，分别用 CBP1-M25-025 (30m × 0.25mm × 0.25μm) 和 CBP1-W21-100 (12m × 0.53mm × 1μm) 毛细管柱，发现 CBP1-W12-100 (12m × 0.53mm × 1μm) 大口径毛细管柱能将甜蜜素与溶剂和杂质很好的分离。当柱温为 65℃时，在 2.736min 出峰，故该柱为最佳色谱柱。标准图与样品如下图所示。

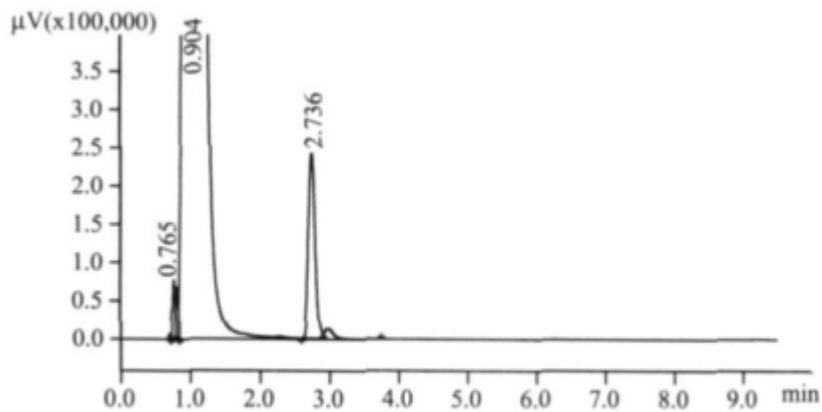


图 1 甜蜜素标准色谱图

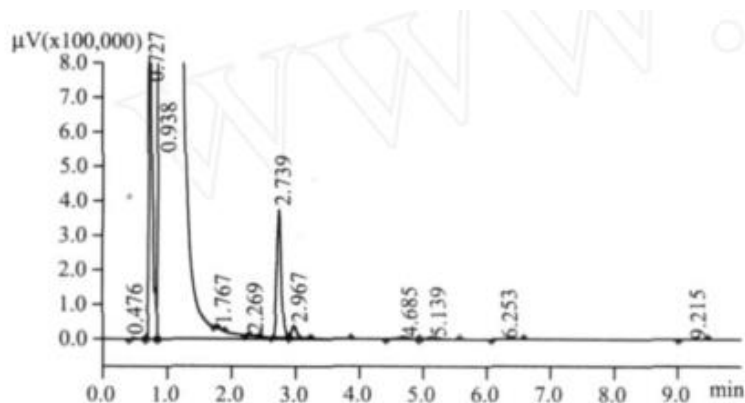


图2 含甜蜜素的葡萄酒样品色谱图

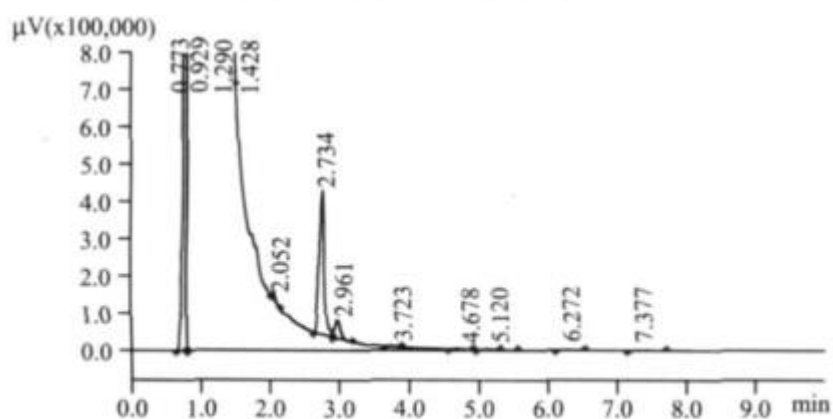


图3 空白葡萄酒中加标样品色谱图

色谱柱温的选择：以正乙烷为溶剂，色谱柱温从 60°C ~ 80°C 每隔 5°C 进行实验，在其他条件一致的情况下柱温为 65°C 时，甜蜜素与溶剂和杂质能很好地分离，且色谱峰面积最大。故柱温定为 65°C 。

线速度的选择：在检测器和进样口温度为 150°C ，柱温为 65°C 时，将线速度从 $25\sim 50\text{cm/s}$ 每隔 5cm/s 进行实验，由于本法所用色谱柱为大口径毛细柱且长度仅为 12m ，当线速度低于 25cm/s 时，仪器经常报警出现错误。而线速度越大，标准峰和溶剂峰分离得越不好，故在其他条件不变的情况下，线速度选择 30cm/s 。

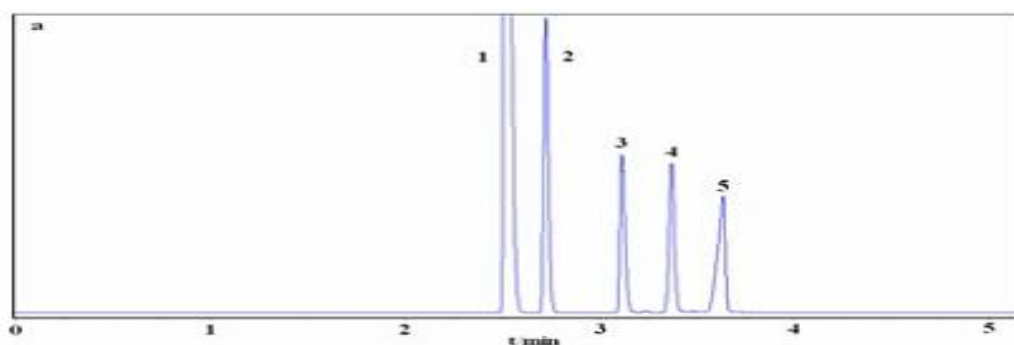
第三十四章 气相色谱法测定甘油氯化反应中的反应物和产物

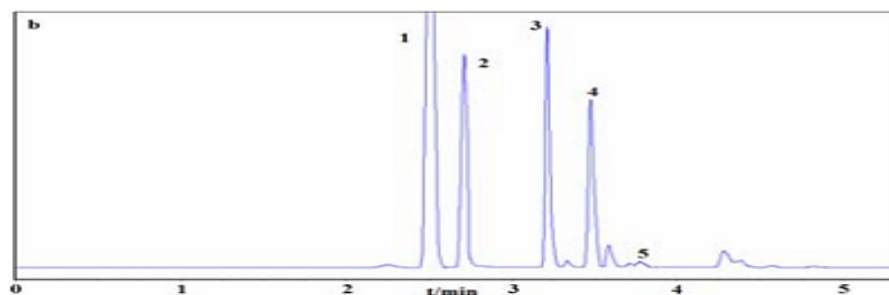
色谱条件

色谱柱：KR-9 石英毛细管柱（30m × 0.32mm × 1μm）；柱温：200℃；汽化室温度：200℃；FID 检测器温度：280℃；载气：高纯 N₂（纯度 99.99%）；柱流速：1.1mL/min；分流比 60:1；进样量 0.6μL。

色谱图

按 1.2 节的色谱条件，Gly、MCP 及 DCP 对照品色谱图见图 1a；氯化反应样品色谱图见图 1b。





1-甲醇; 2-甲苯 (MB); 3-二氯丙醇 (DCP);
4-一氯丙二醇 (MCP); 5-甘油 (Gly)
1- methanol; 2-methyl benzene (MB) ;
3-dichloropropanol (DCP) ;
4- monochloropropanediol (MCP) ; 5-glycerine
(Gly)

图 1 Gly、MCP 及 DCP 对照品 (a) 和氯化反应样品 (b) 的气相色谱图

Fig. 1 Gas chromatograms of Gly, MCP and DCP: (a) standard; (b) reaction mixture

第三十五章 中华人民共和国化工行业标准 有机化工产品

工业甲胺溶液实验方法

色谱条件

气相色谱仪带热导检测器，恒温箱精度 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。整机灵敏度大于或等于 $1000\text{mV} \cdot \text{mL}/\text{mg}$ 。

色谱柱：柱长 2m，内径 2mm 或 3mm 的不锈钢柱，或由使用者选择能满足分离要求的柱长和内径。

固定相配比：407 有机担体：四乙烯戊胺：氢氧化钾=90：9：1。

色谱柱的填充：色谱柱的出口端（连检测器一端）用少许玻璃棉及纱布堵塞后，抽真空，用小木锤轻轻敲打色谱柱，缓缓倒入固定相，直至固定相不能再装入，拆下色谱柱在另一端也堵上玻璃棉。固定相的填装量，内径 2mm 柱约为 2.2g，内径 3mm 柱约为 4.8g。

色谱柱的老化：新制备好的色谱柱，在柱温 100°C 、流量约为 $30\text{mL}/\text{min}$ 的载气（氮气）下老化至少 8h。老化时柱末端应与检测器脱开。

进样器：10 μl 微量注射器。

操作条件：

柱温：约 80°C 或由使用者选择的适宜温度；

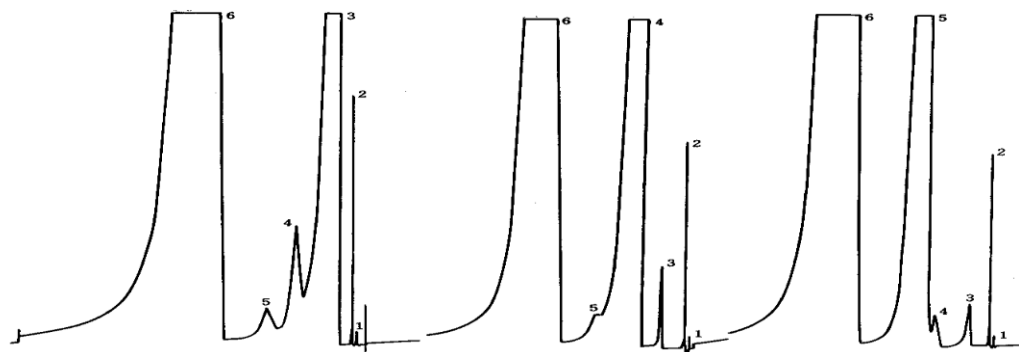
检测器温度：高于 100°C 的适宜温度；

汽化室温度：高于 100°C 的适宜温度；

热导桥流：200mA 或使用者选择的能满足测定要求的桥路电流值；

载气流速：以氢气为载气，流速约 $60\text{mL}/\text{min}$ 或使用者选择符合分离要求的载气流速。

色谱图



1—空气；2—氨；3—一甲胺；4—二甲胺；5—三甲胺；6—水

图 A1 甲胺水溶液典型色谱图

第三十六章 中华人民共和国国家标准 GB/T 5750.8—2006

生活饮用水标准检验方法 有机物指标

色谱条件

1. 气相色谱仪带电子捕获检测器。
2. 工作站。
3. 色谱柱

色谱柱类型：U型或螺旋形玻璃柱。长2m，内径2或3mm。

填充物：a) 载体:Chromosorb WAW 或 DMCS 60目~80目或80目~100目，

用前筛分，然后于120℃烘烤2h。

b) 固定液及含量：15% DC-550（含25%苯基的聚甲基硅氧烷）。

4. 恒温水浴：精准度为±2℃。
5. 微量注射器
50μL。
6. 顶空瓶

血浆瓶，150mL。使用前在120℃烘烤2h。

7. 操作条件
汽化室温度：150℃。
柱温：85℃。
检测器温度：180℃。
载气流量：40mL /min。

色谱图

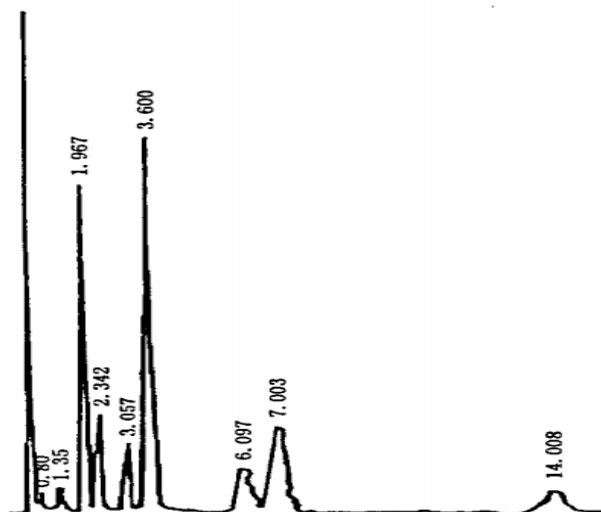


图 1 标准色谱图

第三十七章 中华人民共和国国家标准 GB/T 12717—2007

工业用乙酸酯类试验方法

色谱条件

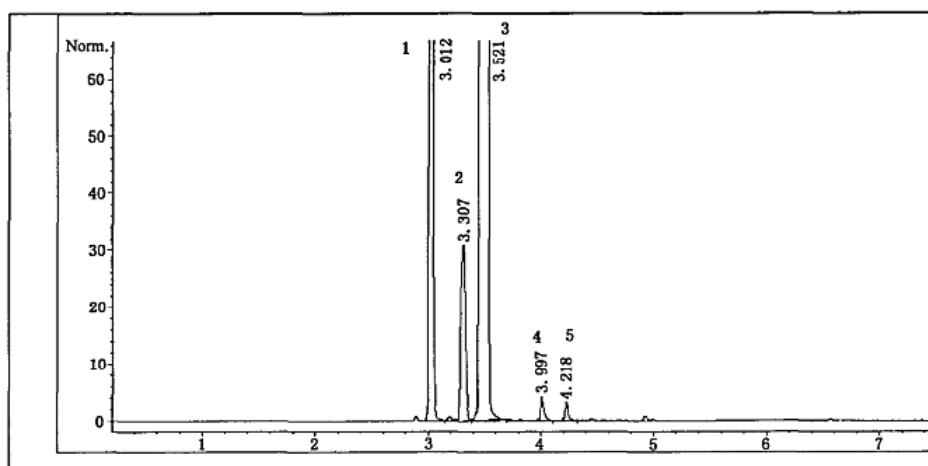
1. 气相色谱仪：配有火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T9722---2006 中的有关规定；
2. 工作站
3. 进样器：微量进样器，0.5uL 或 1uL。
4. 色谱柱及操作条件

样品	乙酸甲酯	乙酸乙酯	乙酸正丙酯	乙酸异丙酯	乙酸正丁酯	乙酸异丁酯
色谱柱	固定相为 5%二苯基-95%二甲基硅氧烷共聚物的熔融石英毛细管柱					
柱长/柱内径 /液膜厚度	30m × 0.32mm × 0.25um					
柱温	40~80	40~80	40~80		70~100	70~100
汽化室温度 /°C	210	210	240			
检测器温度 /°C	160~200					
载气 (N ₂) 平均线速/ (cm/s)	50					
空气流量/	300					

(mL/min)	
氢气流量/ (mL/min)	30
分流比	50:1 或 80:1
进样量/ μ L	0.2~1.0

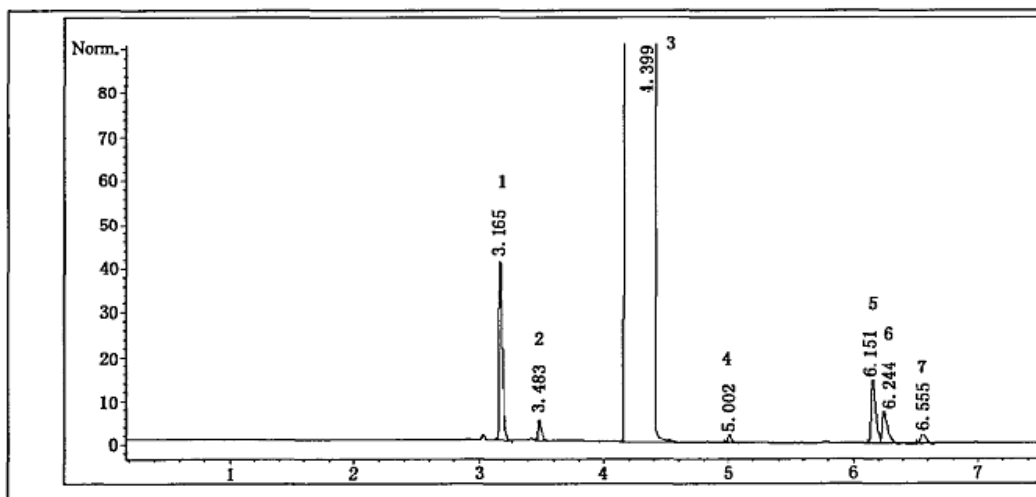
色谱图

A.1 毛细管柱法典型色谱图(见图 A.1~图 A.6)



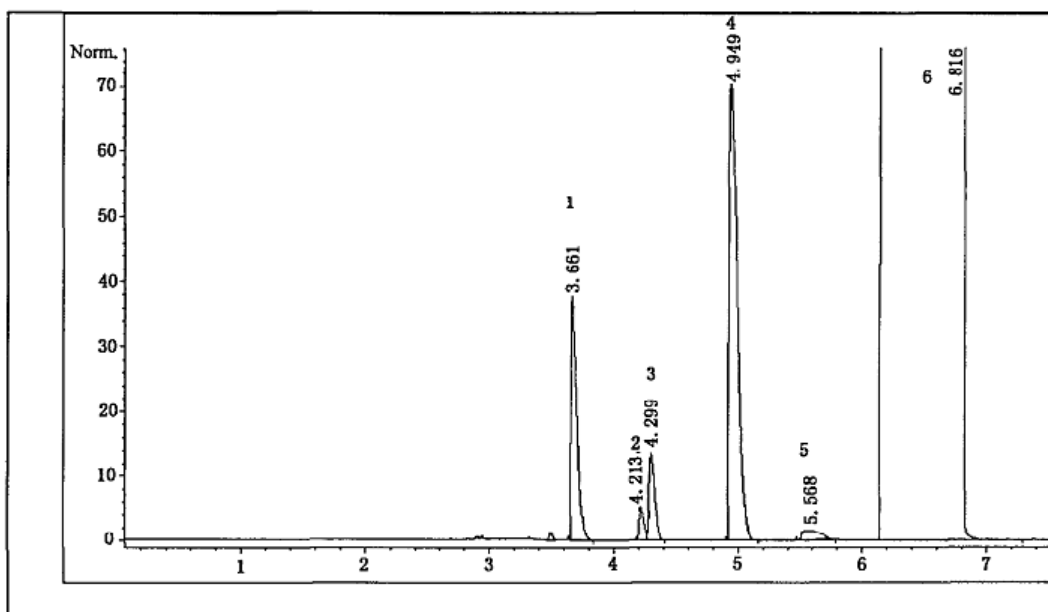
- 1—甲醇;
- 2—未知;
- 3—乙酸甲酯;
- 4—未知;
- 5—未知。

图 A.1 乙酸甲酯的典型色谱图(柱温 40℃)



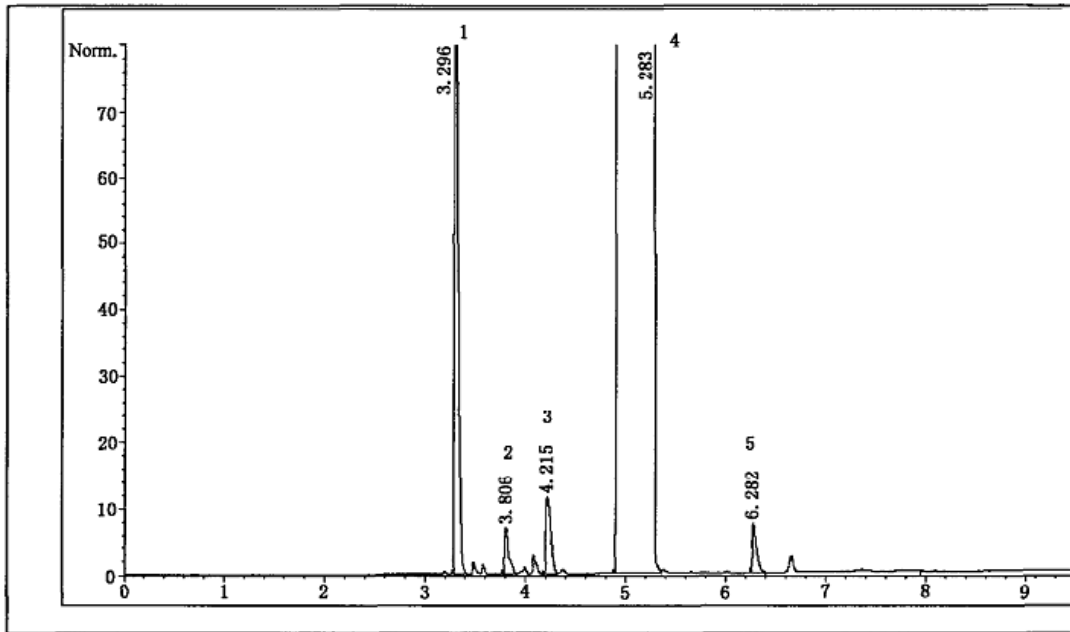
- 1—乙醇;
- 2—乙酸甲酯;
- 3—乙酸乙酯;
- 4—乙酸异丙酯;
- 5—丙酸乙酯;
- 6—乙酸正丙酯;
- 7—未知。

图 A.2 乙酸乙酯的典型色谱图(柱温 40°C)



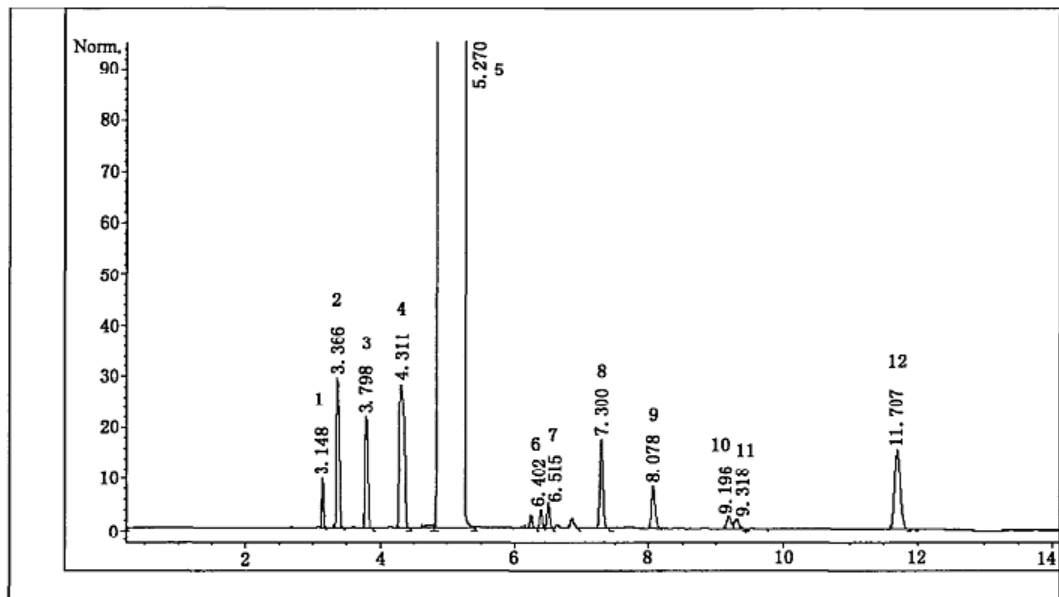
- 1—正丙醇;
- 2—未知;
- 3—未知;
- 4—乙酸异丙酯;
- 5—未知;
- 6—乙酸正丙酯。

图 A.3 乙酸正丙酯的典型色谱图(柱温 40°C)



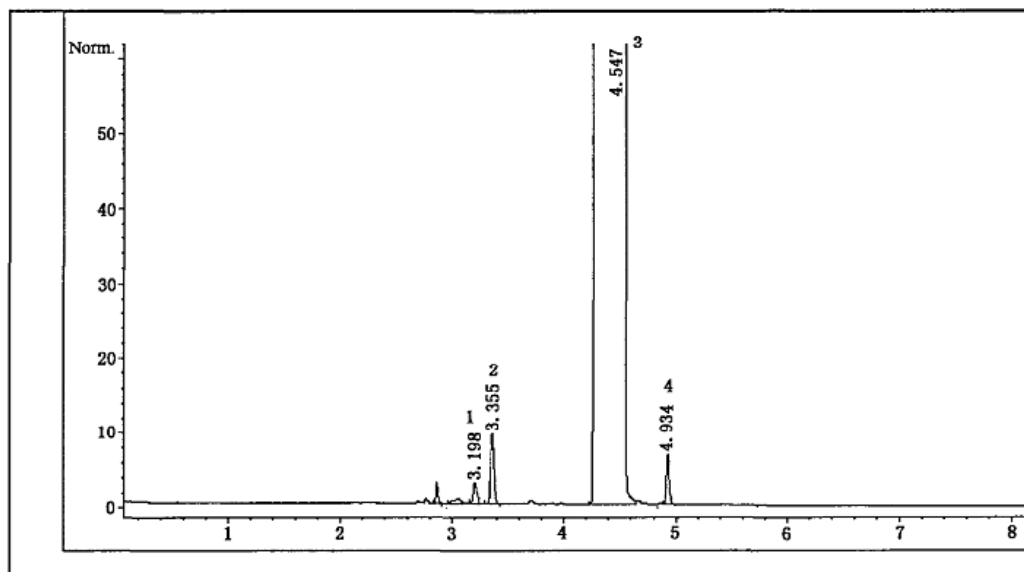
- 1——异丙醇;
- 2,3——未知;
- 4——乙酸异丙酯;
- 5——乙酸正丙酯。

图 A.4 乙酸异丙酯的典型色谱图(柱温 40°C)



- 1——未知;
- 2——正丁醇;
- 3——甲酸正丁酯;
- 4——乙酸异丁酯;
- 5——乙酸正丁酯;
- 6——未知;
- 7——正丁醚;
- 8——丙酸正丁酯;
- 9,10,11——未知;
- 12——丁酸正丁酯。

图 A.5 乙酸正丁酯的典型色谱图(柱温 70°C)



- 1——未知；
- 2——异丁醇；
- 3——乙酸异丁酯；
- 4——未知。

图 A.6 乙酸异丁酯的典型色谱图(柱温 70℃)

第三十八章 中华人民共和国国家标准 GB/T 14678—93

空气质量 硫化氢、甲硫醇、甲硫醚和二甲二硫的测定 气相色谱法

色谱条件

1. 色谱仪：配备火焰光度检测器的气相色谱仪。
2. 工作站
3. 色谱柱
 - 1) 规格 3m × Φ 3mm，硬质玻璃。
 - 2) 固定相：以静态法在高效 chromsorb-G(60-80 目)担体上涂渍 25% β ， β -氧二丙腈。
 - 3) 色谱柱在 90°C 通氮气条件下老化 24h。
 - 4) 柱效能和最高使用温度：在给定条件下，色谱峰总分离度大于 1.0，色谱柱最高使用温度为 100°C。
 - 5) 操作条件

汽化室温度：150°C。

检测器温度：200°C。

柱温：70°C。

使用程序升温色谱可按下述条件设定柱箱升温程序：初始温度 70°C；保持至甲硫醚出峰结束，以 20°C/min 升温速度升至 90°C，保持至二甲二硫出峰结束并返回初始温度。

载气流速：氮气 70mL /min

空气：50mL /min

氢气：60mL /min

色谱图

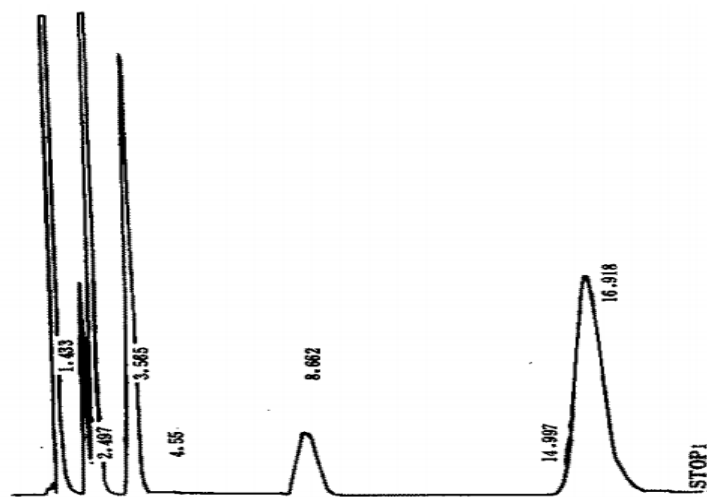


图 7 标准色谱图

按出峰顺序各峰成分为 H_2S 、 CS_2 、 CH_2SH 、 $(\text{CH}_3)_2\text{S}$ 、 C_6H_6 、 $(\text{CH}_3)_2\text{S}_2$

第三十九章 γ -氨基丙基三乙氧基硅烷的气相色谱分析

色谱条件

色谱柱：OV-101 石英毛细管柱（30m × 0.25mm × 0.25 μ m）；载气：氮气，99.995%；
燃烧气：氢气，99.995%，流速为 40mL/min；空气，流速为 400mL/min；柱前压：0.3MPa；
进样口温度：280℃；检测器（FID）温度：280℃；初始温度：120℃，保持 1min；终
止温度：260℃，保持 10min；升温速率：10℃/min；进样量：0.2 μ L。

色谱图

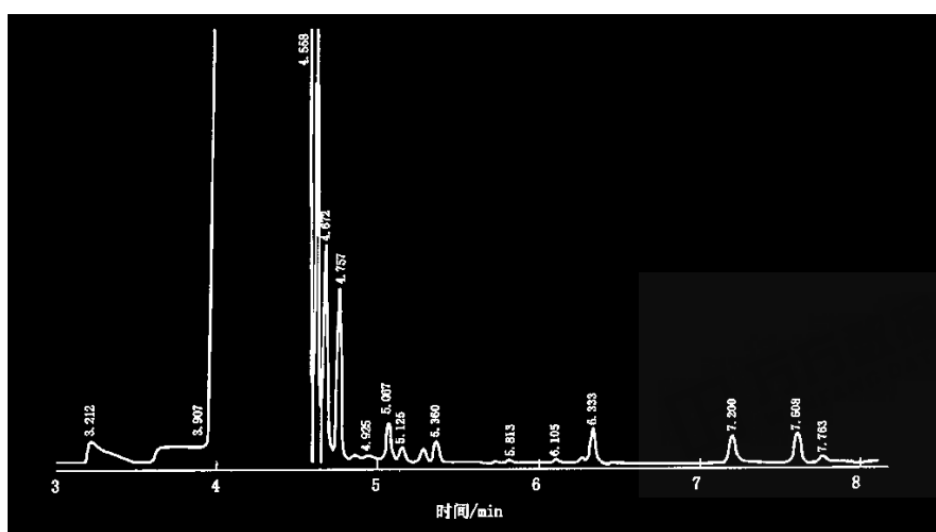


图1 分流比为 7:1 时的样品谱图

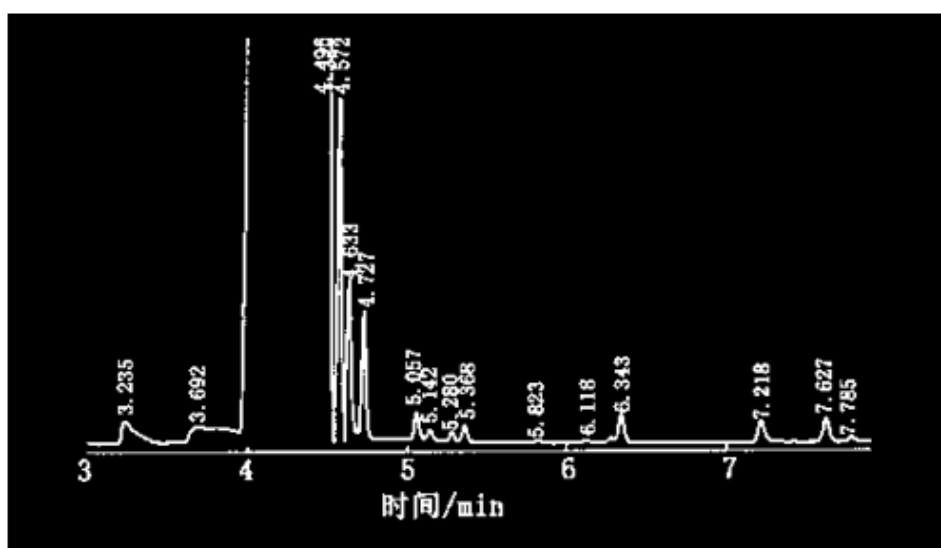


图2 分流比为 10:1 时的样品谱图

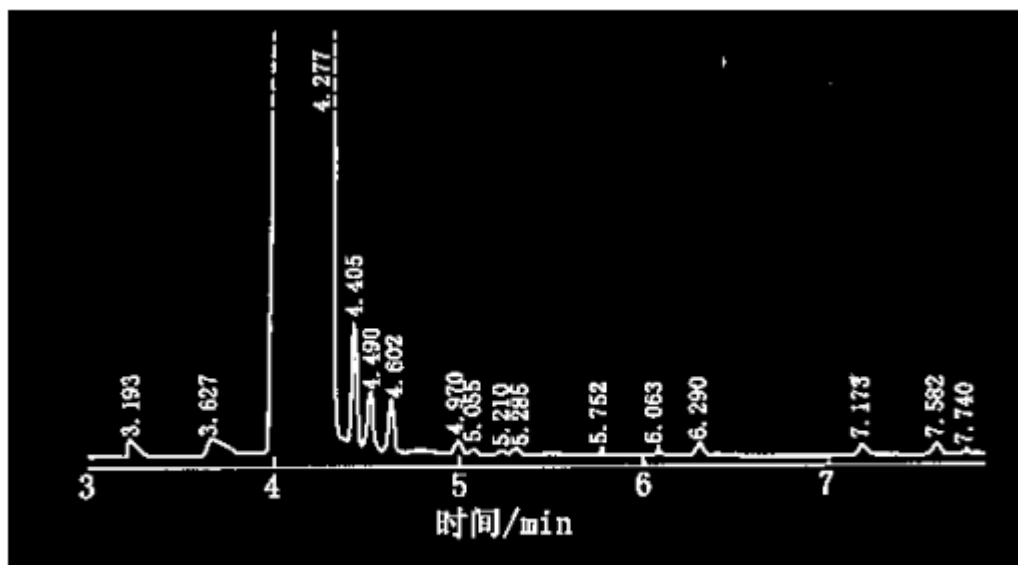


图3 分流比为 26:1 时的样品谱图

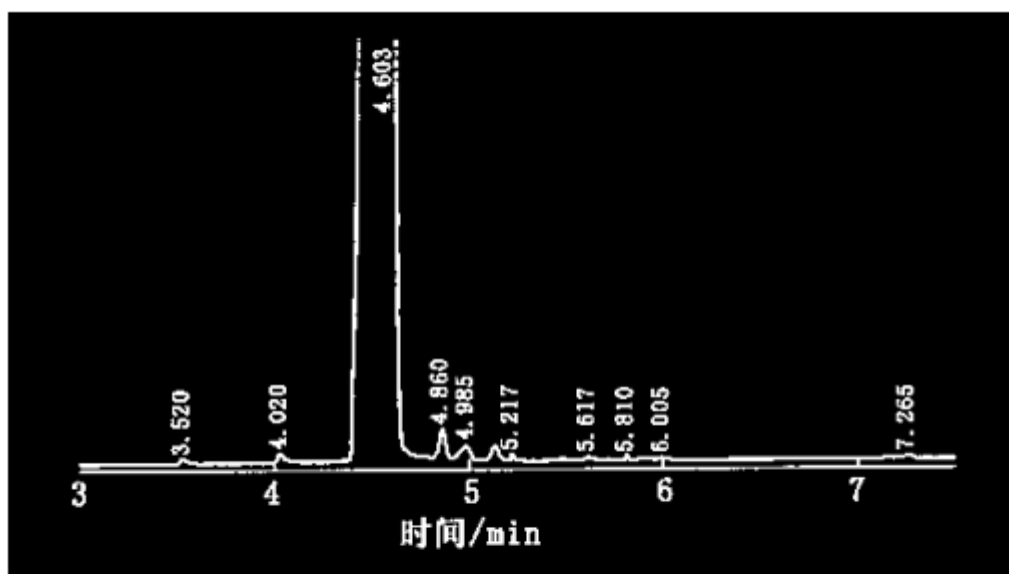


图4 分流比为 39:1 时的样品谱图
万方数据

第四十章 中华人民共和国国家标准 GB/T 10345—2007

白酒分析方法

色谱条件

1. 气相色谱仪配备氢火焰离子化检测器（FID）

2. 色谱柱

毛细管柱：LZP-930 白酒分析专用柱（柱长 18m，内径 0.53mm）或 FFAP 毛细管色谱柱（柱长 35m~50m，内径 0.25mm，涂层 0.2um），或其他具有同等分析效果的毛细管色谱柱。

填充柱：柱长不短于 2m。

载体：Chromosorb W(AW)或白色担体 102（酸洗，硅烷化）。80 目~100 目。

固定液：20%DNP（邻苯二甲酸二壬酯）加 7%吐温 80，或 10%PEG（聚乙二醇）1500 或 PEG20M。

3. 微量注射器：1uL、10uL。

4. 操作条件

毛细管柱：

载气（高纯氮）：流速为 0.5mL /min~1.0mL /min，分流比：约 37：1，尾吹约 20mL /min~30mL /min;

氢气：流速为 40mL /min;

空气：流速为 400mL /min;

检测器温度：220℃；

进样器温度：220℃；

柱温：起始温度 60℃，恒温 3min，以 3.5℃/min 程序升温至 180℃，继续恒温 10min。

填充柱

载气（高纯氮）：流速为 150mL /min；

氢气：流速为 40mL /min；

空气：流速为 400mL /min；

检测器温度：150℃；

进样器温度：150℃；

柱温：90℃，等温。

第四十一章 水质—吡啶的测定—气相色谱法

色谱条件

1. 仪器型号：配备有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪。
2. 记录器：与仪器相匹配的工作站。
3. 类型：氢火焰离子化检测器。
4. 色谱柱：

色谱柱类型及特征：硬质玻璃填充柱，长 2m，内径 2mm；

色谱柱的预处理：经水冲洗后。将玻璃管内注入洗液浸泡（必要时可将洗液温热效果将更好），用自来水冲洗至中性。最后用蒸馏水冲洗后，烘干备用。

4.1 填充物：

载体 Chromosorb WHP60~80 目。

4.2 固定液：

- a. 名称及化学性质聚乙二醇 20M(PEG 20M) ,最高使用温度 200℃。
- b. 液相载荷量 PEG——20M 为 5%
- c. 涂渍固定液的方法：动态法。取一定量的聚乙二醇 20M 色谱固定(3.4.3.2.1)

置于 150mL 圆底烧瓶中，加入适量的丙酮溶剂。安装上冷凝管，在水浴上加热回流使其完全溶解。然后加入适当比例的 Chromosorb WHP 白色载体，继续回流 1h， 停止加热回流，接通水泵，边抽气边拍打，直至载体完全疏松为止。最后将载体转移至培养皿中，在红外灯下加热除去剩余溶剂，冷却后装柱老化。

4.3 柱效能和分离度：

在给定的条件下，色谱柱分离效能大于 1.0。

5. 试样预处理时使用的仪器

样品瓶：高为 97mm 瓶口内径为 18mm 的玻璃瓶 50±0.5mL

玻璃注射器：1mL、 2mL。

电热恒温水浴。

聚四氟乙烯薄膜。

橡皮塞：(500 盐水瓶塞) 。

10 mL 容量瓶 。

微量注射器：10 uL、 50uL。

6. 操作步骤

6.1 仪器的调整

气化室温度：150°C ；

柱温：60~70°C；

检测器温度：150°C；

氮气(柱前压)： 0.15MPa；

氢气流速：70mL/min；

空气流速：350mL/min；

衰减：根据样品中被测组分含量调节记录器衰减。

6.2 校准

定量方法：外标法。

标准样品：

标准样品的制备：在线性范围内配制一系列浓度的标准工作溶液。

标样在样品测定前进行测定，在试样分析结束后再进行标样测定一次 。

气相色谱法中使用标准样品的条件如下：

a. 标准样品进样体积与试样进样体积相同，标准样品的响应值接近试样的响应值 。

b. 调节仪器的重复性条件：一个样品连续注射进样两次，其峰高相对偏差不大于 5%，即认为仪器处于稳定状态 。

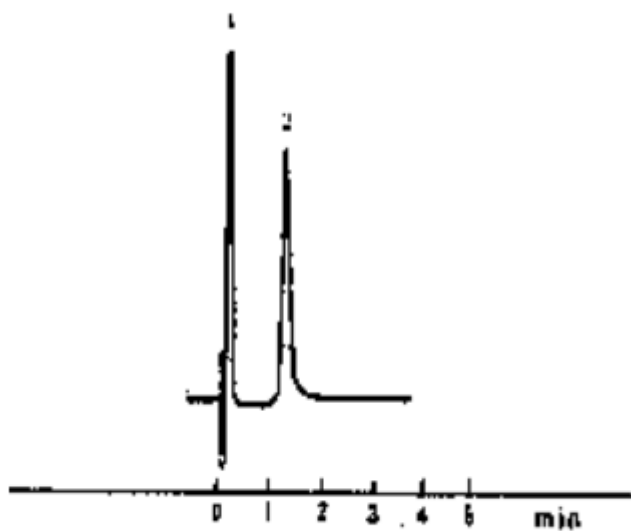
6.3 进样

进样方式：注射器进样。

进样量：一次进样量为 0.5~2.0mL。

色谱图

在最佳操作条件下的标准色谱图见下图：



标准色谱图

第四十二章 醋酸甲酯水解液的气相色谱分析法

色谱条件

固定相：癸二酸：硅油：GDX102=8：7：85；

色谱柱：Φ 2mm×800mm；

汽化温度：140℃；

柱温：110℃；

氢焰温度：150℃。

色谱图

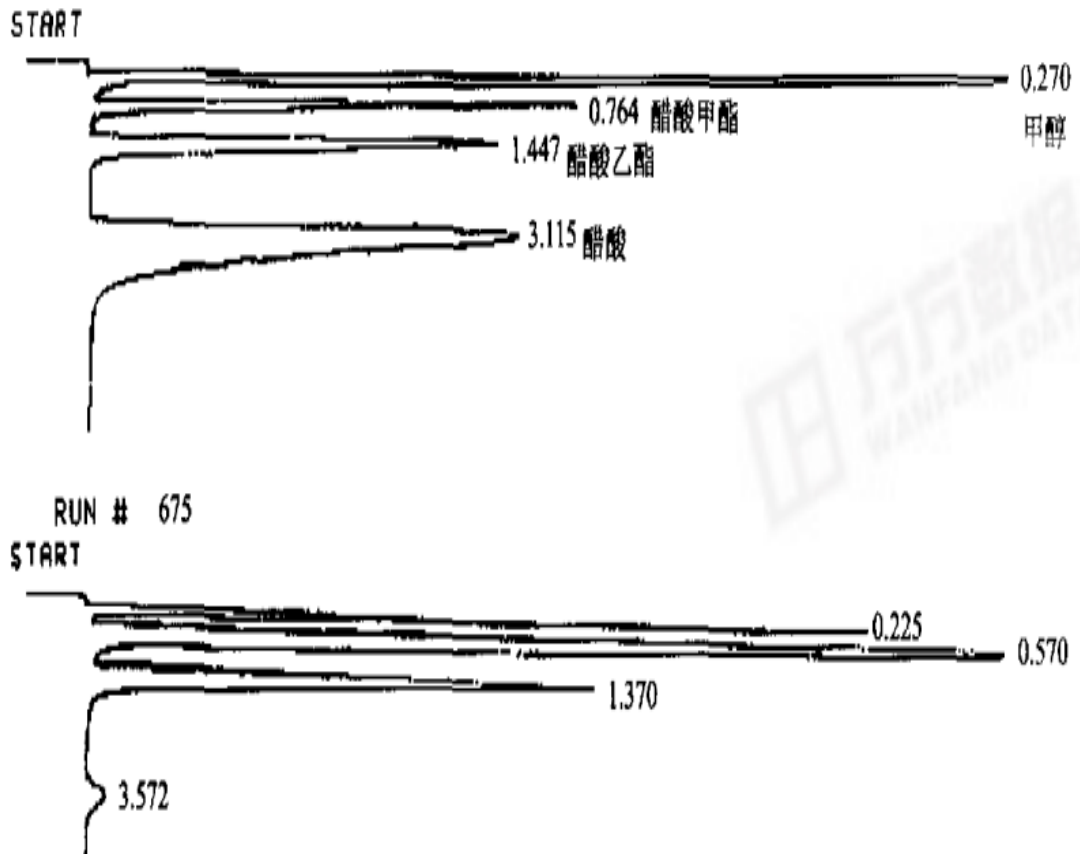


图2 以癸二酸加硅油为固定液的谱图

第四十三章 气相色谱法测定芦荟及芦荟干粉中的多糖

色谱条件

色谱柱为 2.1m × 3.2mm i.d. 不锈钢柱;

固定相为 5% OV-225+3% OS-138 Chromosorb W AWDMCS (80~100 目) ;

检测器为火焰离子化检测器 (FID) ;

柱温: 195°C ;

检测室温度: 230°C ;

载气为氮气, 流速 50mL / min 。

色谱图

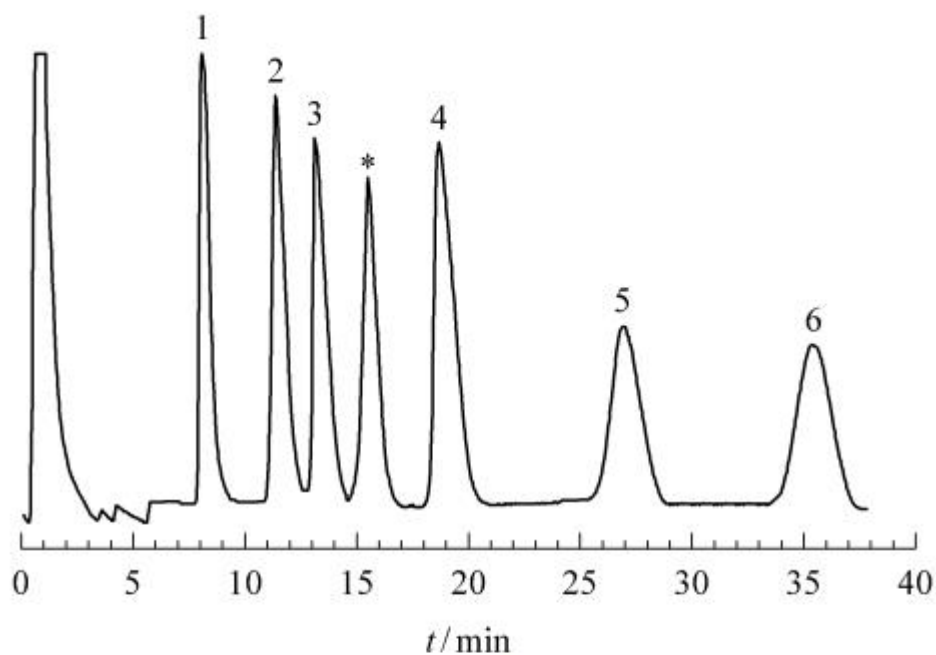


图 1 标准糖样中单糖的气相色谱图

**Fig.1 Gas chromatogram of the monosaccharides
in standard sample**

1. D-rhamnose; 2. L-arabinose; 3. D-xylose; 4. D-mannose;
5. D-glucose; 6. D-galactose; * . xylopic alcohol (internal stan-
dard).

第四十四章 顶空进样毛细管气相色谱法测定生物素中有机溶剂残留量

色谱条件

色谱柱：HP-INNO Wax (Polyethylene Glycol) 30m × 0.32mm × 0.25um 毛细管柱。

柱温：程序升温，初始 50℃ 维持 6 min，以 20℃/min 升温至 180℃ 保持 5min。

载气：N₂，流速：1.0ml/min 恒流，分流比 2:1，进样口温度：220℃。

检测器 (FID) 温度：250℃。

顶空进样器参数：

瓶加热温度 95℃，瓶加热时间：30min；样品管温度 100℃，导管温度：105℃，加压时间：0.2min；样品平衡时间：0.1min，进样时间：1min。

混合对照储备液制备：

精密量取四氢呋喃、醋酸乙酯、乙醇、甲苯、二甲苯适量，加 70%DMF 溶液制成每 1mL 各含 89, 90, 158, 35, 90ug/mL 的溶液作为混合对照储备液。

系统适用性试验：

取混合对照储备液 25mL，加 70%DMF 定量稀释至 50mL，摇匀，作为混合对照溶液。

取 5mL 至顶空瓶中，95℃ 加热 30min 后，顶空进样，记录色谱图。结果各组分的分离度均大于 2.0，柱效大于 56442。见图 1，其中二甲苯为邻、间、对-二甲苯及乙基苯的混合物，共有 4 个峰。

色谱图

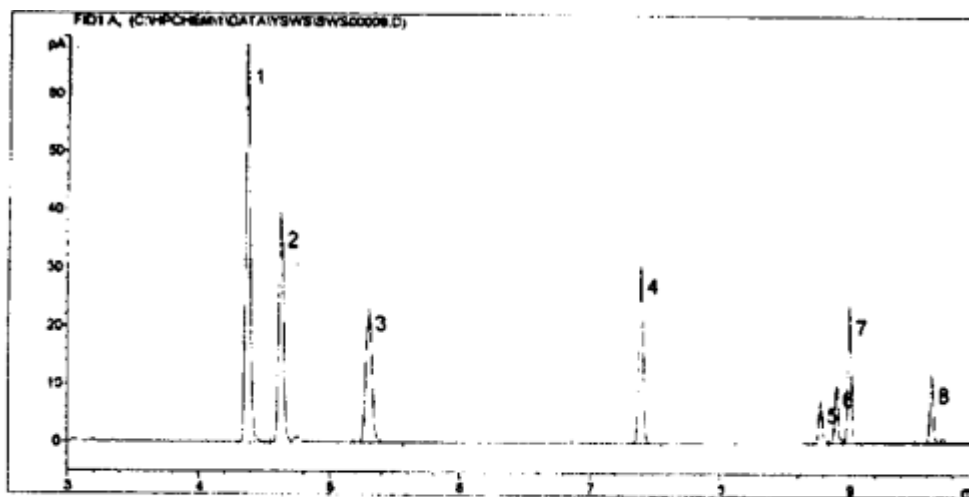


图 1 对照溶液的色谱图

Fig 1 Chromatogram of the mixed standard solution

1. 四氢呋喃 ; 2. 醋酸乙酯 ; 3. 乙醇 ; 4. 甲苯 5 ~ 8. 二甲苯

1 . tetrahydrofuran ; 2 . ethyl acetate ; 3 . ethanol ; 4 . toluene ; 5 ~ 8 . xy-
lene

第四十五章 顶空进样气相色谱法测定酱油中乙酰丙酸

色谱条件

仪器

气相色谱仪：配备 FID 检测器；

色谱柱：PE - WAX 0132mm×0125 μm×30m；

顶空自动进样器：16 位自动顶空。

操作条件

柱温：60 °C(2min), 5 °C/min 升至 140 °C(1min), 25 °C/min 升至 220 °C(3min)。

进样器温度：120 °C；

检测器温度：240 °C；

载气流量：115 mL/ min；

分流进样,分流比：10 : 1。

顶空进样器条件

样品瓶平衡温度：80 °C,时间：40 min；

平衡压力：20 psi ,时间：3 min；

进样时间：012 min；

抽针时间：014 min；

传输管路温度：110 °C；

色谱图

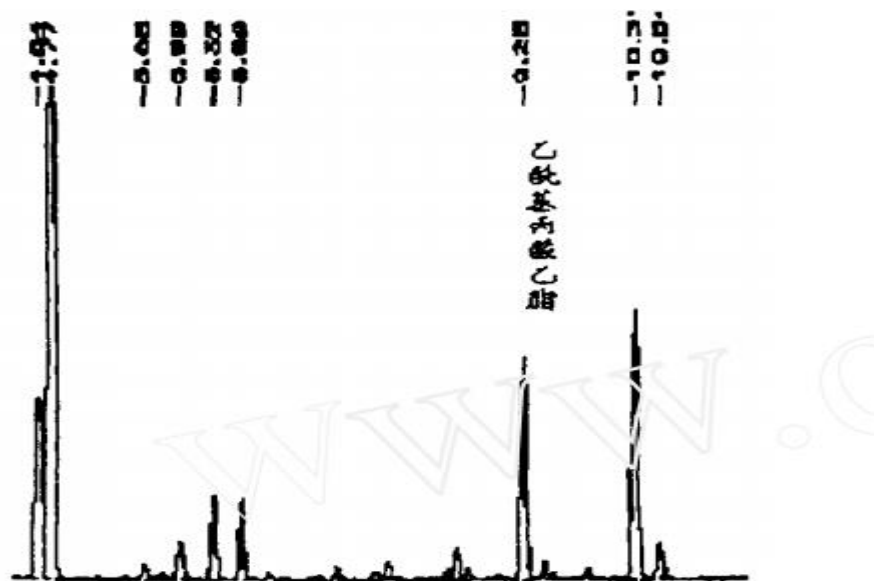


图 1 配制酱油的乙酰丙酸顶空进样气相色谱图；乙酰丙酸乙酯的保留时间为 9.28 min。

第四十六章 顶空气相色谱法测定香料油树脂中溶剂残留量

色谱条件

仪器

气相色谱仪配备 FID 检测器，及工作站。不锈钢色谱柱，内径 3mm，长 2m，内填充 GDX-103（80-100 目）。柱温 137℃，检测器温度 170℃，进样口温度 170℃。载气为高纯氮，流量 44ml/min，氢气流量 50ml/min，空气流量 350ml/min。

顶空取样瓶：标示 50ml 的三角烧瓶（经标定容积为 60ml），用包有聚四氟乙烯薄膜的胶塞密封。

注射器：1mL，气密性好。

试剂：1) 残留溶剂标准 RSS：丙酮、甲醇、异丙醇、己烷、二氯甲烷、二氯乙烷、三氯乙烯等，经气相色谱分析基本上是一个峰。2) 内标物：丁酮（MEK），经气相色谱分析基本上是一个峰。3) 稀释剂：邻苯二甲酸二甲酯(DMP)减压蒸馏除去干扰成分。

标准溶液:用 RSS、MEK 和 DMP 配成 100g/g 的标准溶液和 200g/g 的内标溶液。

顶空标准样:在一系列顶空取样瓶中，分别称取适量的标准溶液和 2g 内标溶液，用 DMP 加到 20g，制成顶空标准样系列。盖紧胶塞，置于 60℃恒温水浴中，加热平衡一小时。

色谱图

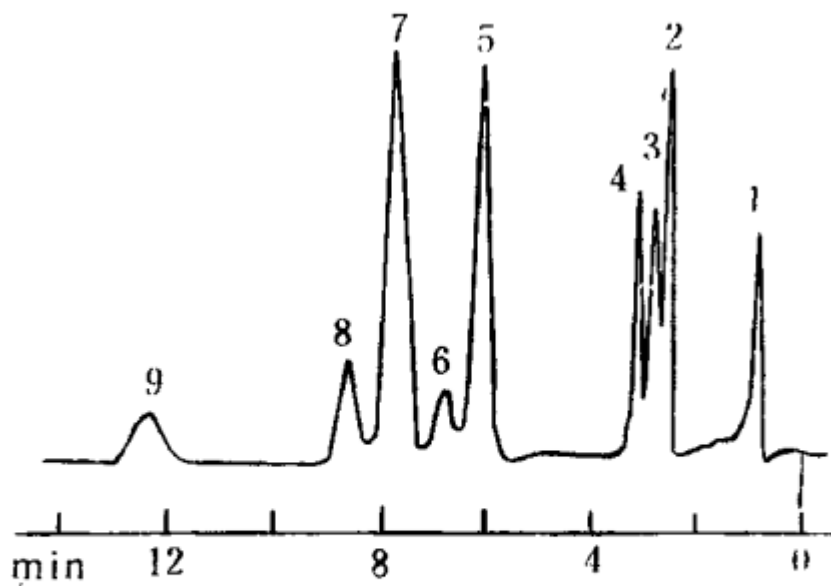


图2 残留溶剂标准色谱图

1. 甲醇, 2. 丙酮, 3. 异丙醇, 4. 二氯甲烷, 5. 丁酮(内标), 6. 醋酸乙酯, 7. 己烷, 8. 二氯乙烷, 9. 三氯乙烯。

第四十七章 二氯二氢硅的气相色谱法分析

色谱条件

双气路气相色谱仪；工作站；检测器为热导检测器（工作电流为 100mA）。

操作条件

检测室温度为 100℃；汽化室温度为 80℃；层析室温度为 36~38℃；载气为纯度 ≥99.999% 的氢气；载气流量为 40ml/min；色谱分离柱为 Φ3 × 3000mm 不锈钢柱，其填充物为硅油：101（102）白色硅烷化担体（40~60 目）=30：100。

3. 实验结果

采用上述方法分析了我所研制的电子级二氯二氢硅，其结果是令人满意的，表 1 和图 4 分别为其分析结果和色谱图。

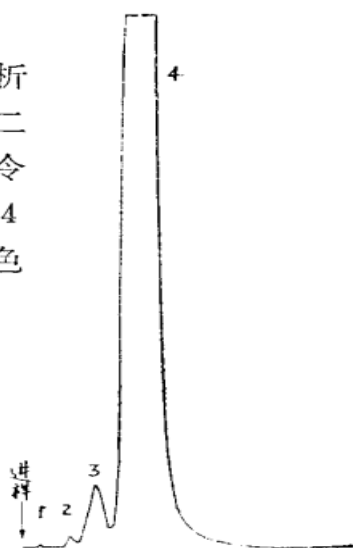


图 4 二氯二氢硅产品的色谱图

1. N_2 ; 2. SiH_3Cl ; 3. Si_xCl_y ; 4. SiH_2Cl_2

表 1 分析结果

序号	瓶号	组份							%
		$N_2 + SiH_4$	HCl	SiH_3Cl	Si_xCl_y	SiH_2Cl_2	$SiHCl_3$	$SiCl_4$	
1	0056	—	—	0.66	1.02	98.32	—	—	
2	0061	—	—	0.73	1.03	98.21	0.03	—	
3	111077	0.01	0.01	0.43	1.09	98.46	—	—	
4	443057	0.05	—	0.44	0.57	98.94	—	—	
5	443079	—	0.01	0.46	0.93	98.60	—	—	
6	443080	—	—	0.05	0.68	99.27	—	—	

第四十八章 小麦粉中过氧化苯甲酰与苯甲酸总量的毛细管气相色谱法测定

色谱条件

仪器和试剂

气相色谱仪配有色谱数据处理机，氢火焰离子化检测器；多头磁力搅拌器。

苯甲酸、乙醚、石油醚（60~90 °C）、冰乙酸和丙酮均为分析纯。3% 冰乙酸的酸性

混合溶剂：取 100mL 乙醚、300mL 石油醚混合，再加入 12mL 冰乙酸。

气相色谱条件

采用弹性石英毛细管色谱柱 DB-WAX 柱（60m × 0.32mm i.d, 液膜厚 0.25μm）；色谱

柱温度为 240°C，进样器温度为 250°C，检测器（FID）温度为 270°C；载气高纯氮，

柱前压 1.75kg/cm²，分流比 30:1。进样量 1.0μL。外标法定量分析。

色谱图

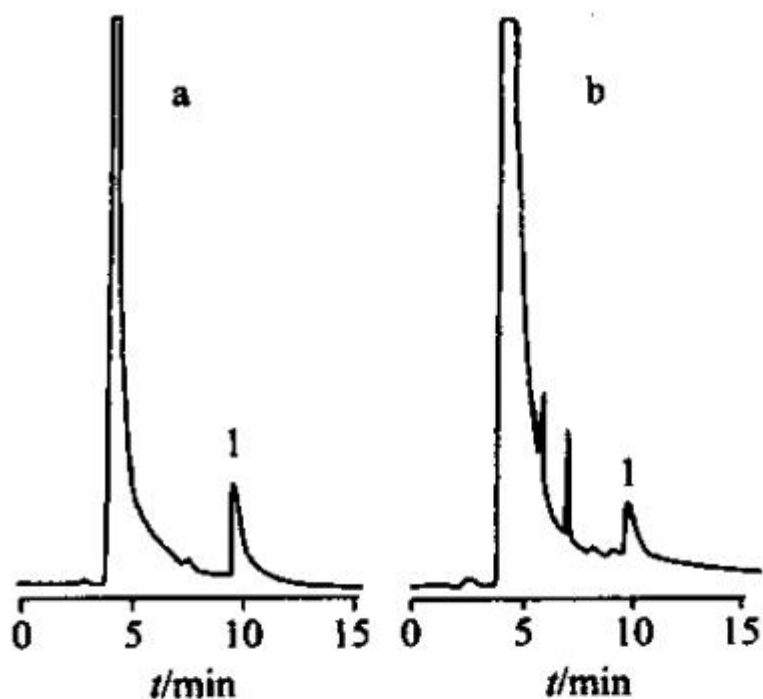


图 1 苯甲酸标准品(a)与样品(b)的气相色谱图

Fig. 1 Gas chromatogram of standard (a) and sample(b) of benzoic acid (BA)

1. 苯甲酸 (BA)。

第四十九章 静态顶空—气质联用法测定茶叶香气

主要仪器与原料

仪器：气相色谱质谱联用仪(GC—MS)，顶空进样器。

茶样：福建铁观音。

样品前处理

干茶：将茶叶碾碎，过40目筛，称取7.00g碾碎的茶样于20mL顶空进样瓶中，压紧瓶盖，等待进样。

茶汤：将茶叶碾碎，过40目筛，在具塞锥形瓶中称取20.00g碾碎的茶样，加入100mL煮沸的超纯水，迅速盖上塞子并缠上封口膜以防香气溢出。15min后将茶汤滤出，移取15mL至顶空进样瓶中，压紧瓶盖，等待进样。

仪器分析条件

顶空条件：进样环体积1mL，样品瓶加压压力20psi，加压时间0.2min，充气时间0.2min，进样时间1min，传输线温度150℃。

GC条件：进样口温度230℃，色谱柱为DB-WAX 60m×0.25mm×0.25μm毛细管柱，柱温从30℃以3℃/min的速率升至180℃保持10min，载气为纯度为99.999%的氦气，载气流量1.0mL/min，不分流。

MS条件：EI离子源，离子源温度230℃，电子能量70eV，质量扫描范围45~600amu。

色谱图

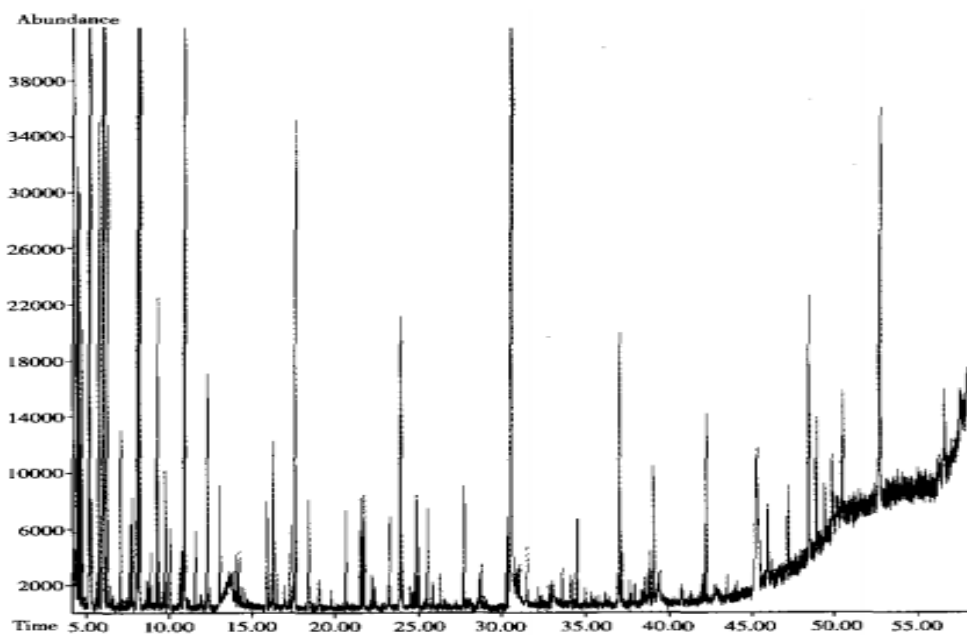


图 1 干茶最优试验条件下的气相色谱图

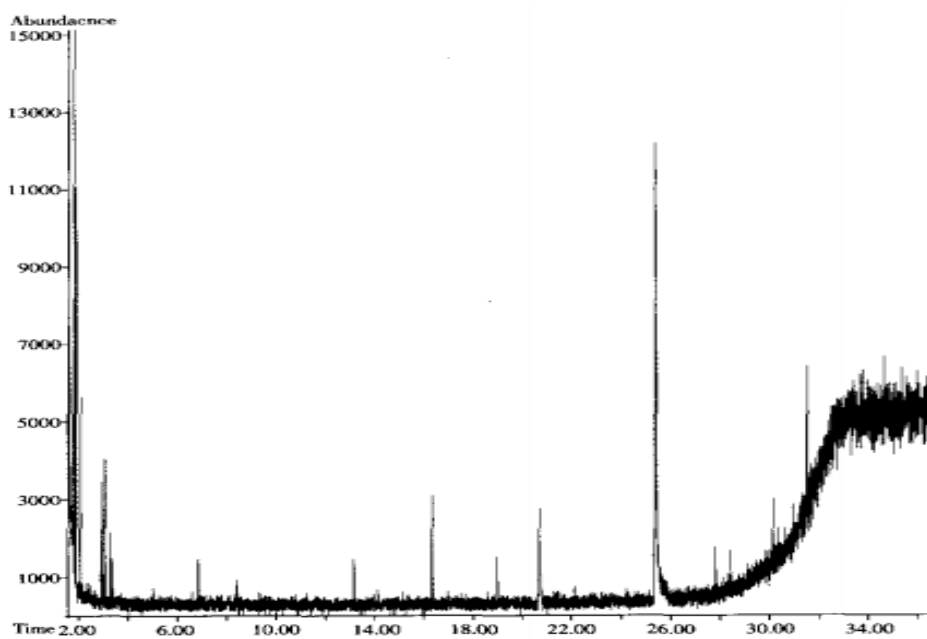


图 2 茶汤最优试验条件下的气相色谱图

第五十章 甲基丙烯酸甲酯-甲基丙烯酸正丁酯均聚共混物和无规共聚物的裂解 色谱定量分析

色谱条件

气相色谱仪配备 FID 检测器。裂解条件是：温度 450~700°C，时间 2 秒。色谱条件是：20%DEGS 柱（101 白色硅烷化担体），柱温 105°C，载气为氮气，流速 40ml/min。

色谱图

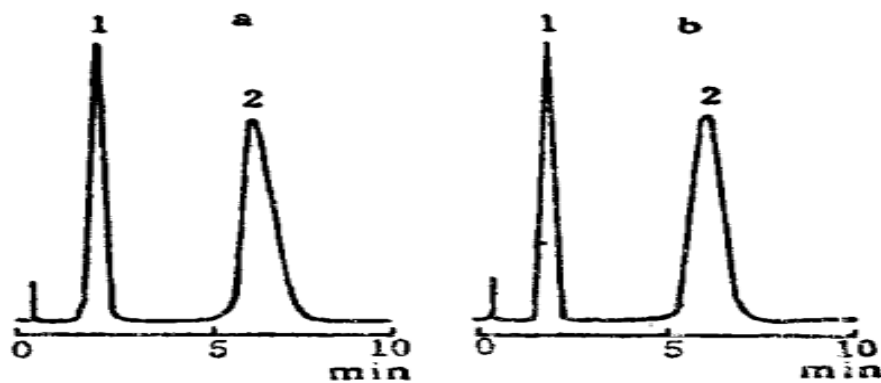


图 1 共混物和共聚物的典型裂解色谱图(570℃)
a. 共混物(PBMA=59.3wt%), b. 共聚物(BMA=59.5wt%) 1. MMA, 2. BMA.

第五十一章 气相色谱定量分析单糖的研究

色谱条件

仪器：气相色谱仪，2m × 4mm 不锈钢色谱柱，分别填装 3%XE-60/102，3%OS-138/102 和 3%XE-60/102(1.4m)+3%OS-138/102(0.6m)固定相。

分析条件：汽化温度 250℃；检测器温度 230℃；氮气流速 30ml/min；柱温 200℃和 210℃。

色谱图

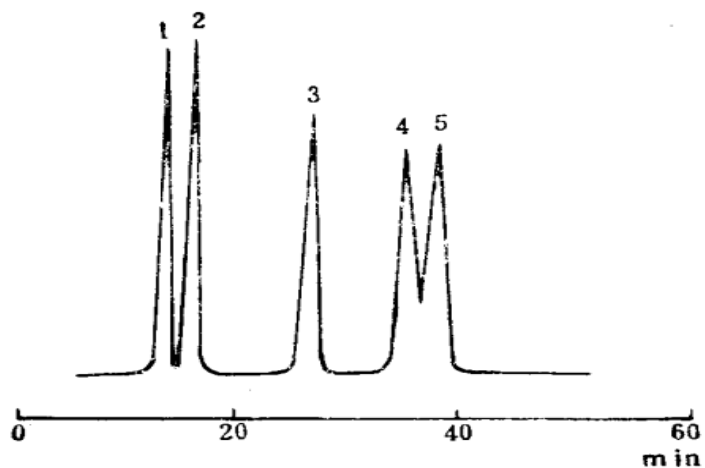


图 1 3%XE-60色谱柱糖腈乙酰酯流出图

1. 阿拉伯糖，
2. 木糖，
3. 甘露糖，
4. 葡萄糖，
5. 半乳糖。

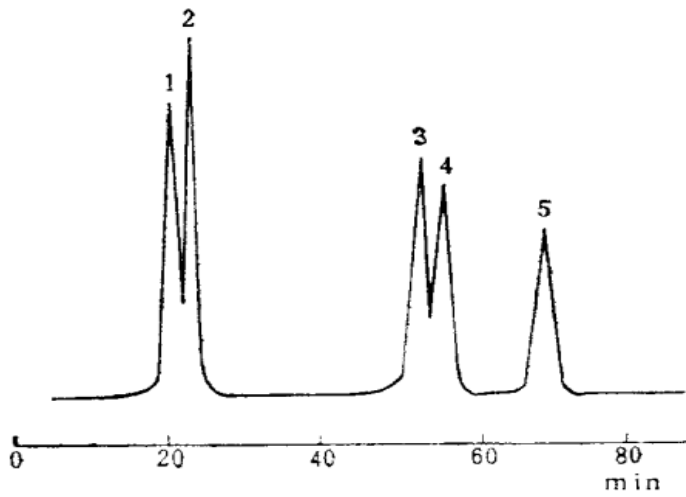


图 2 3%OS-138色谱柱糖腈乙酯流出图

1. 阿拉伯糖, 2. 木糖, 3. 甘露糖, 4. 葡萄糖,
5. 半乳糖。

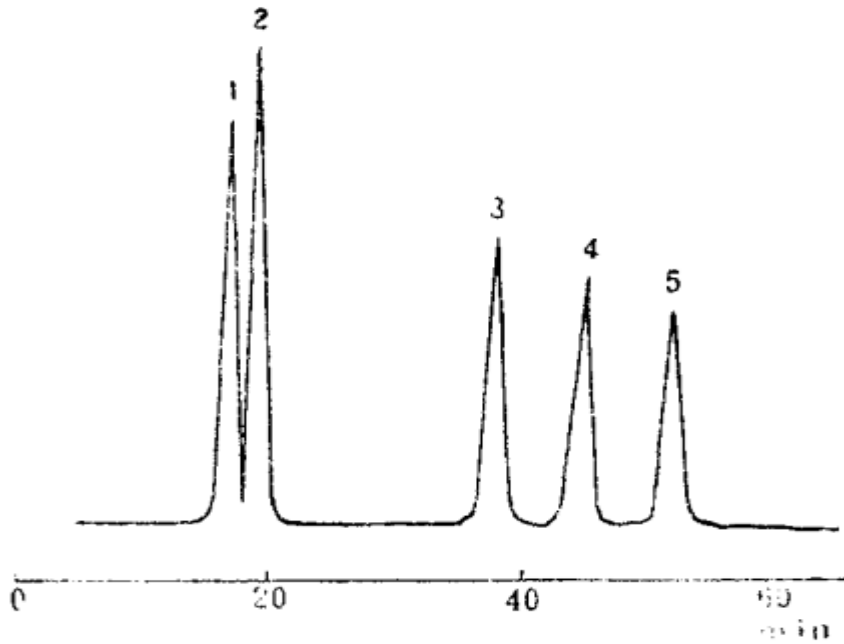


图 3 3%XE-60(1.4m)+3%OS-138(0.6m)色谱柱
糖腈乙酯流出图

1. 阿拉伯糖, 2. 木糖, 3. 甘露糖, 4. 葡萄糖,
5. 半乳糖。

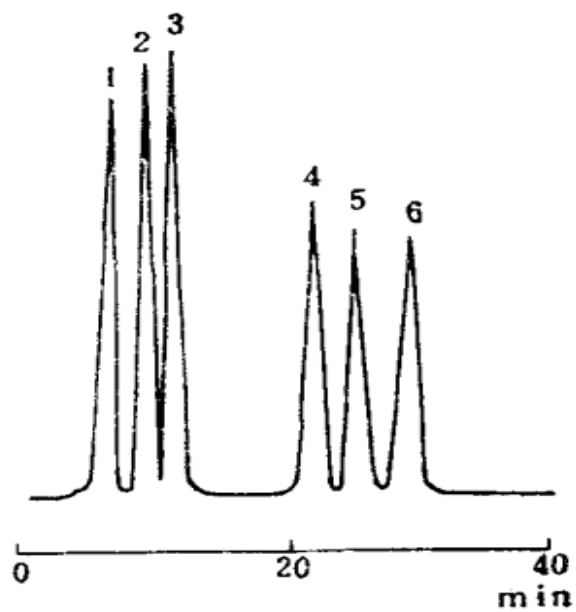


图 4 3%XE-60(1.4m)+3%OS-138 (0.6m)
色谱柱糖腈乙酰酯流出图

1. 内标, 2. 阿拉伯糖, 3. 木糖, 4. 甘露糖,
5. 葡萄糖, 6. 半乳糖.

第五十二章 气相色谱法测定生物柴油样品中脂肪酸甲酯和脂肪酸甘油酯的含量

仪器与试剂

气相色谱仪, 带有冷柱头柱上进样系统, 氢火焰离子化检测器; 色谱工作站;

Ultra-ALLOY-DX30 不锈钢毛细管色谱柱(5 m X 0. 53mm X 0. 15 um)。

油酸甲酯(含量大于 99%, Fluka 试剂); 单油酸甘油酯(含量大于 99%, Fluka 试剂); 1,

3-二油酸甘油酯(含量大于 99%, Sigma 试剂); 三油酸甘油酯(含量大于 99%, Fluka

试剂); C₅~C₁₀₀ 正构烷烃混合物; 双低菜籽油; 转基因大豆油。

色谱条件

检测器: FID, 温度 380°C, 氢气 30 mL / min; 空气 350 mL / min; 氮气 25 mL / min。

载气: 氮气, 5 mL / min。色谱柱温度: 初温 50°C, 升温速率 8°C / min, 终温 380°C。

进样量: 1uL(样品稀释为 1%)。

色谱图

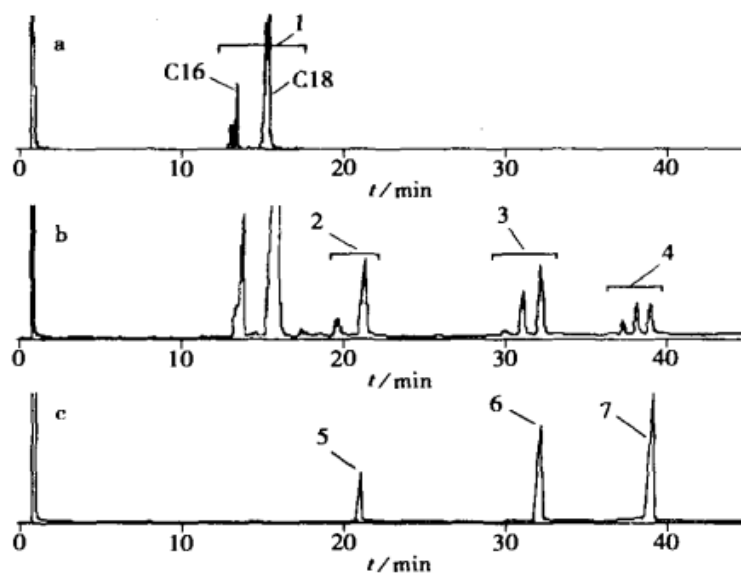


图 1 脂肪酸甘油酯分析色谱图

Fig. 1 Chromatogram of fatty acid glycerides

- a. 制备脂肪酸甲酯 (prepared fatty acid methyl esters) (FAME); b. 反应产物 (esterification products); c. 标样混合物 (mixture of standards); 1. 脂肪酸甲酯 (fatty acid methyl esters) (FAME); 2. 脂肪酸甘油单酯 (monoglycerides); 3. 脂肪酸甘油二酯 (diglycerides); 4. 脂肪酸甘油三酯 (triglycerides); 5. 油酸甘油单酯 (monoolein); 6. 油酸甘油二酯 (diolein); 7. 油酸甘油三酯 (triolein)

第五十三章 气相色谱法测定液氧中微量乙炔含量

主要仪器及材料

气相色谱仪经改装, 成为专用色谱仪。

CD P- 4S 数据处理机。

GCD- 300A 全自动氢气发生器。

专用进样器, ZF- 针型调节阀。

吸气瓶, 乳胶管。

色谱操作条件

初始柱温 100°C, 恒温 4min, 以 10°C/min 升到 130°C, 130°C 恒温 2min。

气相色谱测定液氧中微量乙炔含量的最佳操作条件如表 1

大口径毛细管色谱柱	内径 0.53mm, 柱长 50m
固定液	Al ₂ O ₃ /S
检测器	高灵敏度氢火焰检测器 FID
柱温	程序升温, 如图 1
气化室温度	0°C
检测器温度	200°C
载气及流速	氮气, 30ml/min
空气流速	300ml/min
氢气流速	30ml/min
柱前压	14Psi
进样量	300ul
衰减	16
量程	12

色谱图

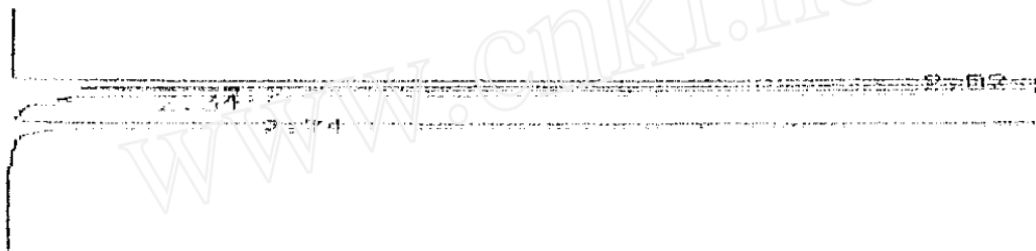


图 5 液氧样品谱图

第五十四章 气相色谱法分析水中的挥发性苯系物

主要仪器和试剂

气相色谱仪:上海灵华公司生产的 GC-9890A(配有 FID 检测器); 顶空进样器:上海灵华公司生产的 DK-100 顶空进样器; 积分仪:上海思达公司生产的 SD-2020 工作站。

苯、甲苯、乙苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯均为色谱纯标准物质; 氯化钠:分析纯; 纯水:不含苯系物; 高纯氮气、空气、氢气。

色谱条件

色谱柱:HP-1(交联甲基聚硅氧烷) 30m×0.32mm×0.25 μ m; 柱温:40℃保持 3min,10℃/min 升温至 130℃,保持 2min; 进样口温度:200℃; 检测器温度:250℃; 柱头压:4619kPa。

顶空进样器条件

样品温度:40℃; 进样针温度:40℃; 传输线温度:40℃; 气相循环时间:20min; 加热时间 40min; 加压时间:015min; 进样时间:015min; 抽样时间:015min。

第五十五章 气相色谱法同时测定白酒中的特征性香气成分

主要仪器与试剂

气相色谱仪: 6890 型,配 FID 检测器、自动进样器;乙醇: GR 级;乙酸乙酯、甲醇、丙酸乙酯、2-丁醇、丁酸乙酯、丙醇、异丁醇、1-丁醇、异戊醇、己酸乙酯、乳酸乙酯、β-苯乙醇、辛二酸二乙酯:纯度不小于 99%;3-甲硫基丙醇:纯度为 98%;庚二酸二乙酯:纯度不小于 96. 0%;壬二酸二乙酯:纯度不小于 90%。

色谱条件

色谱柱: HP- Innowax(30m×0.32mm i. d, 0.5 μ m); 柱温: 初始温度 30°C, 保持 6 min, 以 15°C/min 速度升至 150°C, 再以 25°C/min 升至 220°C,保持 2min;进样口温度: 200°C;检测器温度:230°C;载气:高纯氮,分流比为 20 : 1,流速为 1.5mL/min;进样量: 1.0 μ L。

色谱图

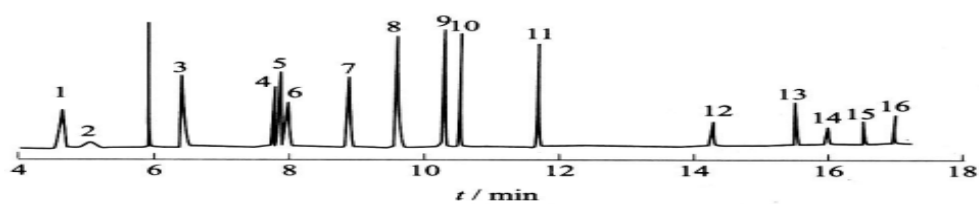


图 1 标准物质的色谱图

第五十六章 气相色谱法定量测定黄樟脑

色谱条件：

不锈钢柱充填涂 10%PEG 的白色担体，柱长 1.5 米× (I.D.) 3 毫米，柱温 150℃，等温分析，载气为氮，流速 30 毫升 / 分；检测器为氢火焰，其温度 250℃，氢 0.7 公斤 / 厘米²，空气 1 公斤 / 厘米²，注入口温度 200℃，灵敏度 10³×4。

积分仪工作条件：斜率 200 微伏 / 分，漂移 200 微伏 / 分，最小面积 200 微伏·秒，最小宽度 5 秒。

色谱图

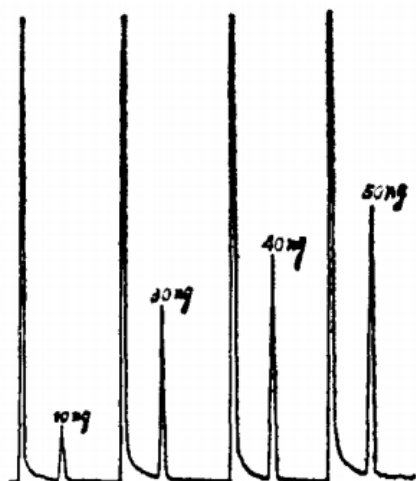


图 1 黄樟脑定量色谱图

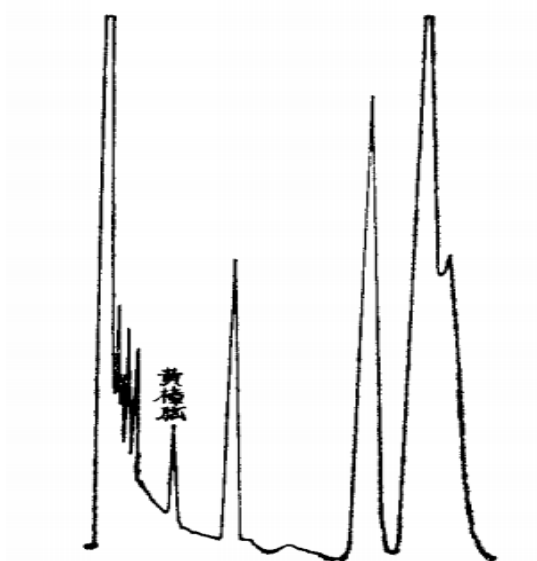


图 3 马辛油的气相色谱图

第五十七章 气相色谱分析三聚甲醛合成液

色谱条件

色谱柱：不锈钢 U 形管,柱长 2 米,固定相为天津化学试剂二厂。产 80 目 — 100 目 GDX-403。

载气流速：N₂ 30mL /min；氢气流速：45mL /min；空气流速：550mL /min；柱温 105℃；检测室温度：110℃（150℃格），汽化室温度：170（格）

甲酸甲酯：自制,纯度为 94.88%

甲缩醛：自制，纯度为 97.82%

甲 醇：上海试剂总厂,分析纯

丙 醇：上海化学公司工厂,纯度为 97%

三巨甲醛：自制,精三巨甲醛,纯度>99%

色谱图

