

气相色谱分析法模块之 任务 2: 气相色谱仪基本操作

教学任务

- 阅读说明书, 熟悉气相色谱仪的气路系统(含外气路), 连接气相色谱仪的气路并能操作气源、气路调节阀及气相色谱仪各气体调节钮;
- 操作气相色谱仪与色谱工作站;
- 认识气相色谱仪的基本组成部件及其作用;
- 练习进样操作;
- 编写气相色谱仪的操作规程。。

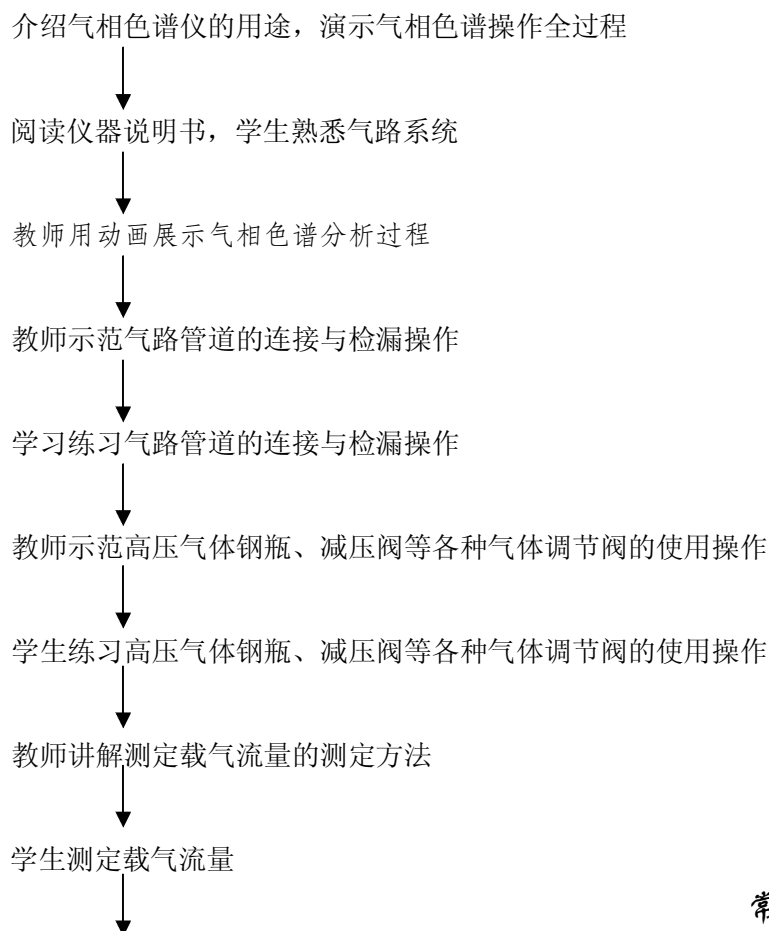
教学方法

- 引探法、讲练结合、独立编写操作规程

学时

- 每 20 人为一个教学单元, 2 人一台气相色谱仪, 整个任务需 8 学时。

教学设计



教师示范并讲解仪器开、关机操作，设置柱温、检测器温度及气化室温度等参数

↓

学生练习仪器开、关机操作，设置柱温、检测器温度及气化室温度等参数

↓

教师示范进样操作、色谱工作站使用操作

↓

学生练习进样操作、色谱工作站使用操作

↓

总结气相色谱仪的分析流程和组成部件的作用

↓

并行学习：GC7890F 型气相色谱仪的基本操作

↓

学生编写仪器操作规程

↓

课外思考与作业

↓

下次课程问题：如何测定丁醇异构体混合物中各组分的质分数？

课程引入

（以 20 人为一个学习组，教师可先简单介绍“气相色谱仪”的用途，然后演示用气相色谱法测定“市售白酒品质”的全过程）

- 气相色谱仪的用途
- 演示测定“市售白酒品质”的全过程
- 问题：气相色谱仪的操作过程如何分解？（教师事先准备一些问题，备用，如下所示：）
 - 气路的安装与检漏
 - 气体的打开与设置（高压气瓶、减压阀、净化器、稳压阀、稳流阀的使用）
 - 载气流量的测定
 - 气相色谱仪开机、关机
 - 各温度参数的设置
 - 进样操作
- 阅读仪器说明书，学生熟悉气路系统
- 气相色谱仪的分析流程展示（教师以动画的方式）

气路系统的基本操作

（本过程教师可采用“现场演示”与“图片”结合的方式来引导学生操作使用 GC9790J 型气相色谱仪的气路系统和外气路系统，同时要求教师在学生完成操作训练的过程中同时简单介绍气相色谱仪气路系统各组成部件的作用。）

□ 气路的安装与检漏训练

- 钢瓶与减压阀的连接。
- 减压阀与气体管道的连接。
- 气体管道与净化器的连接。
- 净化器与 GC9790J 型气相色谱仪的连接。
- 检漏操作：用毛笔将皂液涂于各接头处，看是否有气泡溢出。若有，则表示漏气；若无，则表示不漏气。

□ 气体的打开与设置训练：

- 逆时针打开载气 (N₂) 钢瓶总阀，顺时针调节减压阀“T 形杆”至压力表显示输出压力为 0.4MPa。
- 按逆时针方向打开净化器开关。
- 调节载气柱前压 1 稳压阀对应圈数为 3.0 圈（想想为什么不是柱前压 2），对应载气流量约为 30mL/min。

□ 载气流量的测定训练：

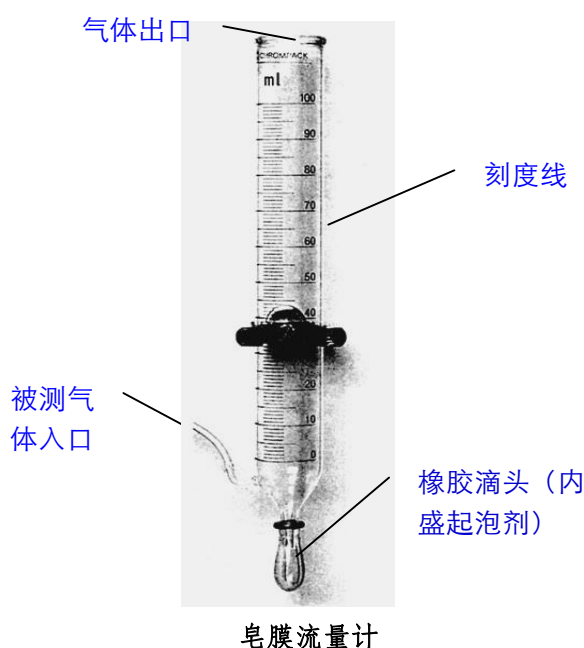
（教师可以“实物”和具体操作介绍这几种载气的流量测定方法）

- 了解载气流量测定的几种基本方法：

- ◇ 转子流量计
- ◇ 刻度稳压阀
- ◇ 电子流量计
- ◇ 皂膜流量计

- 认识皂膜流量计：

- 用皂膜流量计测量稳流阀不同圈数下载气的准确流量，并绘制稳流阀圈数~载气流量曲线。



气相色谱仪的基本操作

（本过程教师可采用“现场演示”与“图片”结合的方式来引导学生操作使用 GC9790J 型气相色谱仪，同时要求教师在学生完成操作训练的过程中同时简单介绍气相色谱仪各组成部分的作用。）

□ 气相色谱仪开机、关机

- 打开或关闭 GC9790J 型气相色谱仪的电源开关与加热开关：
- 注意：要求必须打开载气并使其通入色谱柱后才能打开仪器电源开关与加热开关，同理，必须关闭仪器电源开关与加热开关之后才能关载气钢瓶与减压阀。

□ 仪器各温度参数的设置训练

- 设置柱箱温度 60℃；
- 设置检测器温度 120℃；
- 设置汽化室温度 140℃。

□ 进样操作训练

➤ 进样操作步骤:

- ◇ 用丙酮、乙醇等溶剂清洗微量注射器 15 次以上。
- ◇ 用待测溶液清洗微量注射器 15 次以上。
- ◇ 气泡的排除。
- ◇ 准确吸取待测溶液。
- ◇ 进样。

➤ 进样技术

- ◇ 进样时要求操作稳当、连贯、迅速。
- ◇ 进针位置及速度、针尖停留和拔出速度都会影响进样的重现性。
- ◇ 一般进样相对误差为 2~5%。

- 用 10 μ L 微量注射器在气相色谱仪 (GC9790J, 浙江温岭福立) 上练习进样操作, 清洗溶剂是乙醇, 样品是丙酮, 进样量 0.5 μ L。

□ 色谱工作站的操作训练

- 打开 FL9500 色谱工作站
- 设置分析方法
- 采样
- 停止采样
- 记录测试数据
- 关闭 FL9500 色谱工作站

气相色谱仪分析流程

(本过程教师积极“引导”学生对该“仪器基本操作”过程不理解之处提问, 可事先设计部分问题如①气相色谱仪的基本组成及各部分的作用②气相色谱分析流程等, 最后教师可在学生讨论的基础上作一个总结)

□ 问题: 气相色谱仪的基本组成?**□ 学生一边回答, 一边在仪器指出具体方位****□ 教师总结气相色谱仪的基本组成**

- 气路系统。气相色谱仪中的气路是一个载气连续运行的密闭管路系统, 其作用是提供连续运行且具有稳定流速与流量的载气与其它辅助气体。主要由钢瓶、减压阀、净化器、稳压阀、稳流阀等部件组成。
- 进样系统。其作用是将样品定量引入色谱系统, 并使样品有效地气化, 然后用载气将样品快速“扫入”色谱柱。主要包括进样器和气化室。
- 分离系统。主要由柱箱和色谱柱组成, 其中色谱柱是核心, 主要作用是将多组分样品分离为单一组分的样品。
- 检测系统。其作用是将经色谱柱分离后顺序流出的化学组分的信息转变为便于记录的电信

号，然后对被分离物质的组成和含量进行鉴定和测量，是色谱仪的“眼睛”。主要有 FID 检测器与 TCD 检测器。

- 数据处理系统。最基本的功能是将检测器输出的模拟信号随时间的变化曲线，即将色谱图绘制出来。目前使用较多的是色谱数据处理机与色谱工作站。
- 温度控制系统。在气相色谱测定中，温度的控制（主要对色谱柱、气化室与检测器三处的温度进行控制）是重要的指标，它直接影响柱的分离效能、检测器的灵敏度和稳定性。

□ 问题：气相色谱仪的分析流程？

□ 学生讨论、教师总结

- N_2 或 H_2 等载气（用来载送试样而不与待测组分作用的惰性气体）由高压载气钢瓶供给，经减压阀减压后进入净化器，以除去载气中杂质和水分，再由稳压阀和针形阀分别控制载气压力（由压力表指示）和流量（由流量计指示），然后通过气化室进入色谱柱。
- 待载气流量，气化室、色谱柱、检测器的温度以及记录仪的基线稳定后，试样可由进样器进入汽化室，则液体试样立即汽化为气体并被载气带入色谱柱。
- 由于色谱柱中的固定相对试样中不同组分的吸附能力或溶解能力是不同的，因此有的组分流出色谱柱的速度较快，有的组分流出色谱柱的速度较慢，从而使试样中各种组分彼此分离而先后流出色谱柱，然后进入检测器。
- 检测器将混合气体中组分的浓度（mg/mL）或质量流量（g/s）转变成可测量的电信号，并经放大器放大后，通过记录仪即可得到其色谱图。

并行学习：GC7890F 型气相色谱仪的操作训练

（教师将学生引入另一个气相色谱实验室，里面有几台 GC7890F 型气相色谱仪）

- 问题：你能操作使用其它型号的气相色谱仪（如 GC7890F）吗？
- 给学生仪器使用说明书，学生自学说明书，对不理解的问题可提问，教师当场解答。
- 学生独立完成仪器的操作训练
- 学生编写仪器（GC7890F）操作规程（可作为课后作业）

布置作业

- 基本操作训练不熟练的同学，可利用“实验室开放”的机会重复练习。
- 了解本实验室其它型号的气相色谱仪，如 GC900A（上海科创色谱仪器有限公司生产），利用“实验室开放”的机会独立完成其基本操作的训练。
- 查阅资料，了解目前常州武进地区最常用的气相色谱仪的型号，认识该仪器并编写相关操作规程。

下次课程问题：

- 丁醇异构体混合物中含有性质非常接近的叔丁醇、仲丁醇、异丁醇与正丁醇等 4 种化合物。你能测定该混合物中各组分的质量分数吗？（提示：可采用气相色谱法进行测定）