

气相色谱方法优化

系列讲座

P A R T 2



方法优化的过程

- 选择合适的设备配置,包括进样口,检测器等
- 优化参数,保证在最短的分析时间内,达到符合要求的分离效果
- 验证并优化方法,达到检测所需的检测限,线性范围回收率,重现性的要求

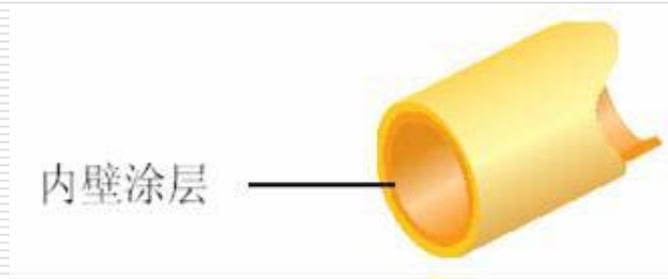


设备配置

- 参考文献,标准等,根据所要检测的样品类型,选择合适的色谱分离体系如柱类型,
 - 根据样品的含量,选择合适的进样口及进样口分流类型,对应的衬管
 - 选择合适的检测器
 - 分别讨论如下.
-

色谱柱的选择

- 查阅资料，使用别人的经验
- 相似性原则；也就是组分和固定相之间有某些相似性，如极性，官能团，化学键等。
- 利用麦氏参数帮助选择。
- 参考下表：



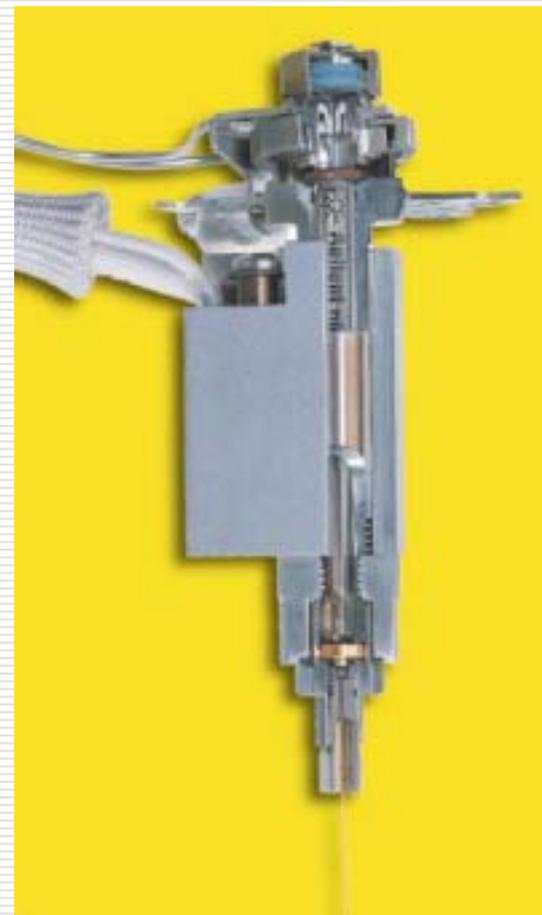
史提伦固定相	组成	极性	大致温度范围(°C) (等温程升) ^a	选择性类似的固定相	
一般应用					
HP-1ms, DB-1ms, HP-1, DB-1	胺, 烃, 农药, 多氯联苯, 酚类, 含硫化合物, 调味 剂及香料	100% 二甲基聚硅氧烷	非极性	60-325/350	BP-1, SPB-1, CP-Sil 5, Rtx-1, OW-1, SE-30, 007-1, ZB-1
HP-5ms, DB-5, HP-5	半挥发性化合物, 生物碱, 药物, 脂肪酸甲酯, 卤代化 合物, 农药, 杀虫剂	5% 苯基95% 二甲基聚硅氧烷	非极性	60-325/350	SPB-5, XTI-5, Mtx-5, CP-Sil 8CB, SE-54, Rtx-5, BPX-5, MDN-5, Rtx-5ms, BP-5, ZB-5
DB-5ms	半挥发性化合物, 生物碱, 药物, 脂肪酸甲酯, 卤代 化合物, 农药, 杀虫剂	5% 苯基 95% 二甲基亚芳基 硅氧烷		60-325/350	SPB-5, XTI-5, Mtx-5, CP-Sil 8CB, SE-54, Rtx-5, BPX-5, MDN-5, Rtx-5ms
DB-1301	芳氧化物, 醇, 农药, 挥发性有机化合物	6% 氧丙基 苯基94% 二甲基聚硅氧烷	中等极性	20-280/300	Rtx-1301, Mtx-1301, CP-130 1
DB-35, HP-35	CLP- 农药, 芳氧化物, 制药, 通用药物	35% 苯基65% 二甲基聚 硅氧烷	中等极性	40-300/320	Rtx-35, SPB-35, AT-35, Sup-Herb, MDN-35, BPX-35
DB-35ms	CLP- 农药, 芳氧化物, 制药, 通用药物	35% 苯基 65% 二甲基亚芳基硅 氧烷		50-340/360	Rtx-35, SPB-35, AT-35, Sup-Herb, MDN-35, BPX-35

安捷伦固定相	组成	极性	大致温度范围(°C) (等温程序)*	选择性类似的固定相
一般应用				
DB-1701, DB-1701P	农药, 杀虫剂, TMS 糖, 芳氯物	14% 氯丙基 苯基 86% 二甲基 聚硅氧烷	中等极性 20-280/300	SPB-1701, CP-Sil 19 CB, Rtx-1701, CB-1701, CM-1701, 007-1701, BPX-10
HP-50+, DB-17	药物, 乙二醇, 农药, 甙族化合物	50% 苯基 50% 二甲聚 硅氧烷	中等极性 40-280/300	Rtx-50, CP-Sil 19 CB, BPX-50, SP-2250
DB-17ms	药物, 乙二醇, 农药, 甙族化合物	50% 苯基 50% 二甲硅 亚芳基硅氧烷	40-320/340	
DB-200	溶剂残留, 农药, 杀虫剂	35% 三氯丙基 65% 二甲基 聚硅氧烷	极性 30-300/320	Rtx-200
DB-210		50% 三氯丙基 50% 二甲基 聚硅氧烷	45-240/260	
DB-225ms, DB-225	脂肪酸 甲酯, 酯酸酯, 中性兴奋剂	50% 氯基苯基 50% 二甲基 聚硅氧烷	极性 40-220/240	SP-2330, CP-Sil 43 CB, CM-225, Rtx-225, BP-225, 007-225
HP-INNOWax	醇, 游离有机酸, 溶剂, 矿物油, 调味剂 及香料	聚乙二醇	极性 40-260/270	BP-20, 007-CW, CP-WAX 52 CB, Stabilwax, Supelcowax-10
DB-WAX	溶剂, 乙二醇, 醇	聚乙二醇	极性 20-250/260	Rt-Wax
CAM	胺, 碱性化合物	聚乙二醇改性	极性 60-220/240	Carbowax Amine, Stabilwax-DB, CP-51 WAX

安捷伦固定相	组成	极性	最大温度范围 (°C) (等温/程升) ^a	选择性类似的固定相	
一般应用					
HP-FFAP, DB-FFAP	有机酸, 醇, 醛, 酮, 丙烯酸酯	聚乙二醇改性	极性	40-250	OV-351, SP-1000, Stabilwax-DA, 007-FFAP, Nukol
DB-23	脂肪酸甲酯 需要分离顺/反式(化合物)	50% 氰丙基-苯基 50% 二甲基-聚硅氧烷	极性	40-250/260	Rtx-2330, 007-23, SP-2330/2340/2380/2560
CycloSil-B	手性化合物 (一般用途)	30%-heptakis [2,3-di-O-methyl-6-O-t-butyl dimethylsilyl]- β -cyclodextrin in DB-1701	中等极性	35-260/280	LIPODEX C, Rt-BDEXm, B-DEX 110, B-DEX 120
HP-Chiral β 柱	手性化合物(用氮 选择性检测器NPD)	β -环糊精-苯基固定相	中等极性	30-240/250	LIPODEX C, Rt-BDEXm, B-DEX 110, B-DEX 122
PLOT 色谱柱的应用					
HP-PLOT 分子筛	永久和 惰性气体, 氮和氧 (在 35°C 下分离)	5Å 分子筛-沸石		从 60 到 300 Molesieve 5Å	Rt-Molesieve 13X
HP-PLOT Al ₂ O ₃ "KCl"	在天然气, 炼厂气, 燃气, 合成气, 二烯类 中的 C1-C6 烃	KCl 去活的氧化铝	极性最低	从 60 到 200 CP-Al ₂ O ₃ /KCl Plot	AluminaPlot, Rt-Alumina
HP-PLOT Al ₂ O ₃ "S"	在天然气, 炼厂气, 燃气, 合成气, 二烯类中 的 C1-C6 烃	"硫酸钠" 去活氧 化铝	中等极性	从 60 到 200	
GS-Alumina	在天然气, 炼厂气, 燃料气, 合成气, 二烯类中 的 C1-C6 烃	"硫酸钠" 去活氧 化铝	极性最强	从 60 到 200	
HP-PLOT Q	含异构体的烃类, 二氧化 碳, 甲烷, 空气/一氧化碳, 水, 极性溶剂, 含硫化合物	苯乙烯-二乙烯基苯		从 60 到 270/290 Supel-Q PLOT	PoraPlot Q/S, Rt-Q
HP-PLOT U	C1 到 C7 烃类, 二氧化碳, 甲烷, 空气/一氧化碳, 水, 氧化物, 胺类, 溶剂, 醇类, 酮类, 醛类	二乙烯基苯/二甲基丙 烯酸乙二醇酯		从 60 到 190	PoraPlot U
GS-GasPro	C1 到 C12 烃类, 二氧化碳, 微量硫, 氧化物气体, 无 机气体, 卤代烃, SF ₆ , 氧/氮(在 -80°C 分离)	专利权的键合硅 胺基		从 60 到 260/300	CP-SilicaPLOT
GS-CarbonPLOT	C1 到 C5 烃类, 二氧化碳, 空气/一氧化碳, 乙烯中	键合整体碳层		从 0 到 360	CP-CarboBond

进样口: 衬管的选择

- 衬管容积
- 衬管的处理或去活问题
- 衬管的设计特点都可能影响载气流通过进样口或样品的蒸发



进样口衬管

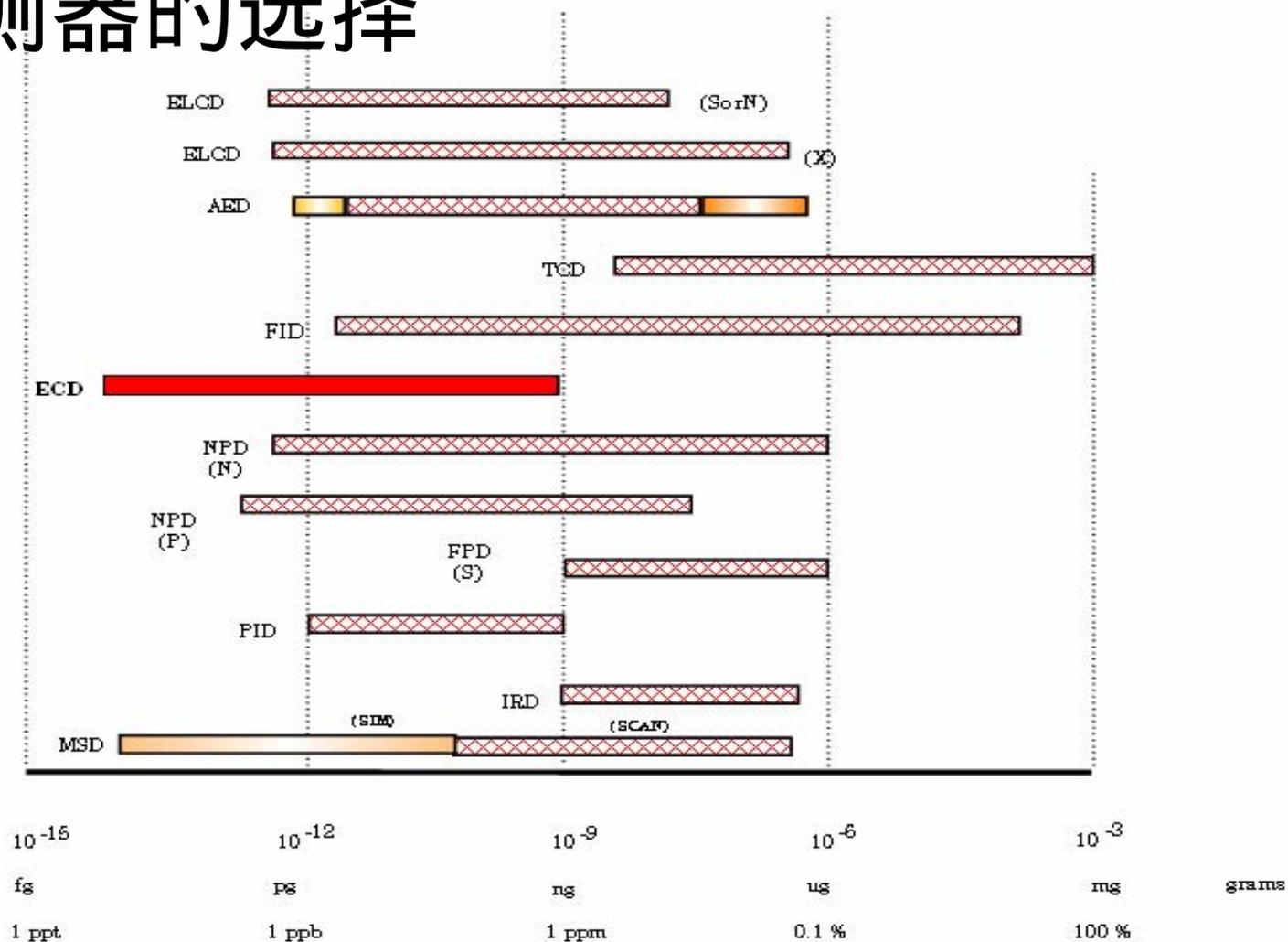
名称	衬管 体积 (μL)	单位		
		1个/包	5个/包	25个/包
分流/不分流进样口衬管				
衬管, 通用分流/不分流, 玻璃纤维, 锥型, 去活的	870	5183-4711		
			5183-4712	
				5183-4713
不分流进样口衬管				
衬管, 不分流, 单锥型, 玻璃纤维, 去活	900	5181-3316		
			5183-4695	
				5183-4696
衬管, 不分流, 双锥型, 无玻璃纤维, 去活	900	5062-3587		
			5183-4693	
				5183-4694
衬管, 不分流, 单锥型, 无玻璃纤维, 去活	800	5181-3315		
			5183-4705	
				5183-4706



进样口衬管

名称	衬管 体积 (μL)	单位			
		1个/包	5个/包	25个/包	
分流进样衬管					
衬管, 分流, 低压,	870	5183-4647			
玻璃纤维, 锥型, 惰性			5183-4701		
				5183-4702	
分流进样衬管	990	19251-60540			
衬管, 分流, 玻璃纤维, 未去活化			5183-4691		
				5183-4692	
用于手动进样的分流进样口衬管	800	18740-80190			
分流, 带套杯, 无玻璃纤维			5183-4699		
				5183-4700	
衬管, 分流, 带套杯, 玻璃纤维,	800	18740-60840			
填充(有电子压力控制[EPC]时不推 荐使用)用于手动进样			5183-4697		
				5183-4698	

检测器的选择



更多精彩 > > > > . .

□ 待续
