

气相色谱耗材

心服务，新起点，致极限

目录

浙江月旭材料科技有限公司
Weich Materials (Zhejiang) Inc.

月旭浙江生产基地

气相色谱柱概述

1.1 月旭WM高性能系列毛细管柱	2
1.2 月旭WEL经济型系列毛细管柱	5
1.3 专用毛细管色谱柱	6
1.4 气相填充柱	7

气相药典应用

2.1 气相毛细管柱在中药饮片中的应用	8
砂仁	8
广藿香	8
八角茴香	8
油松节	9
千年健	9
小茴香	9
土木香	9
索马里乳香	9
埃塞俄比亚乳香	9
麝香	9
薄荷脑	10
丁香	10
艾叶	10
豆蔻	10
2.2 其他药典应用	10
阿莫西林残留溶剂	11
溶剂分离	11
丙二醇有关物质	11
丙二醇含量	12
甲氧基、乙氧基	12
三乙醇胺	12
聚山梨酯80中环氧乙烷和二氧六环	12
明胶空心胶囊中氯乙醇	13
明胶空心胶囊中环氧乙烷	13

气相配件

3.1 气体发生器	13
3.2 气相色谱备件	13
3.2.1 进样隔垫	13
3.2.2 石墨垫圈	15
3.2.3 各厂家气相色谱系统备件选择指南	15

2015版《中国药典》农药残留检测整体解决方案	16
-------------------------	----

技术参考

5.1 气相色谱柱的选择	23
5.2 毛细管色谱柱安装	24
5.3 气相柱故障排除	26

气相色谱柱概述

月旭科技多年专注于气相色谱的研发和生产，每根色谱柱在出厂前均经过严格的测试，并附有色谱柱评价报告，具有性能稳定、柱效高、柱间重现性好的优点。气相色谱柱分为经济型和高性能两种类型，能够满足不同客户的分析要求。

公司还可以为客户提供**样品分析、分析方法建立、色谱柱售前推荐、色谱柱售后支持、培训等服务**，让客户买的放心，用的舒心。

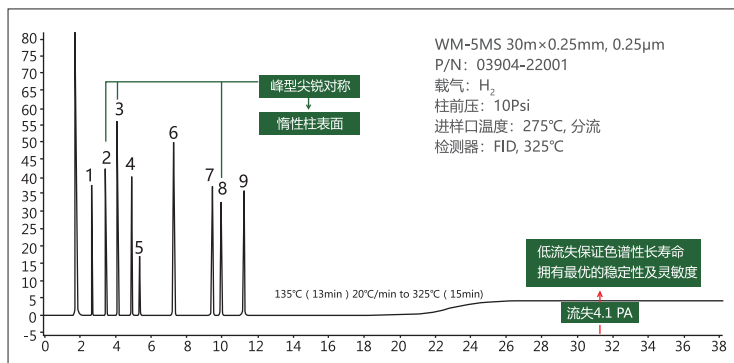
凭借良好的产品性能和完善的售后服务体系，公司的气相色谱柱已经广泛应用于各大高校、科研院所、制药、石油化工、酿造、环境保护等各行各业。

1.1 月旭WM高性能系列毛细管柱

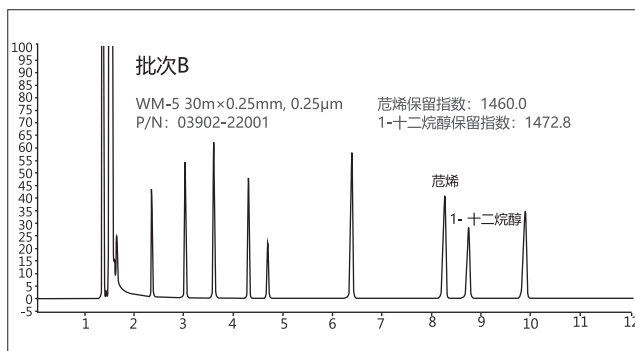
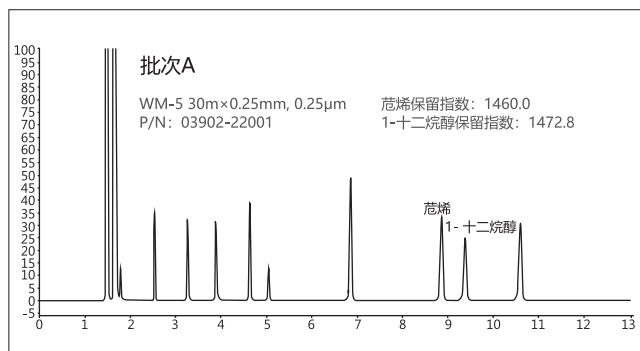
WM系列毛细管柱采用严格的制作工艺和性能检测，具有超惰性、低流失、高柱效、高选择性、稳定的重现性和长寿命等优点，性能同于或优于一些知名品牌。

(1) 超高惰性低流失GC/MS色谱柱

- ▶ 采用独特的表面脱活技术保证了色谱柱的超高惰性，分离组分峰型尖锐和对称；
- ▶ 独特的键合交联技术，使得色谱柱在较高温度下依然保持较低的流失水平，色谱柱稳定性好、寿命长。



(2) 优越的重现性



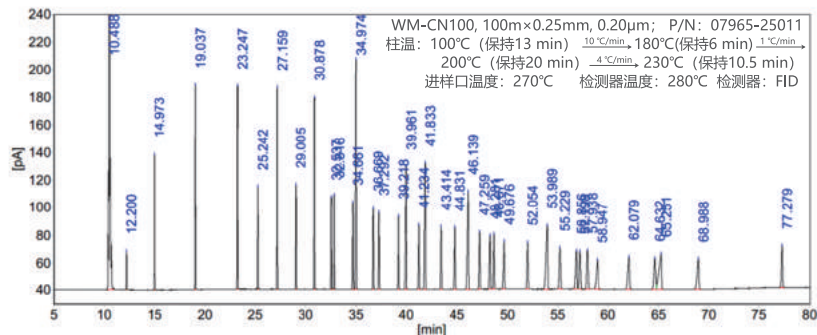
- ▶ 严格的混合标样测试保证了色谱柱惰性的一致性和优越的柱间重现性；
- ▶ 更高的检测灵敏度和更准确的分析结果。

(3) WM色谱柱优异性能样例

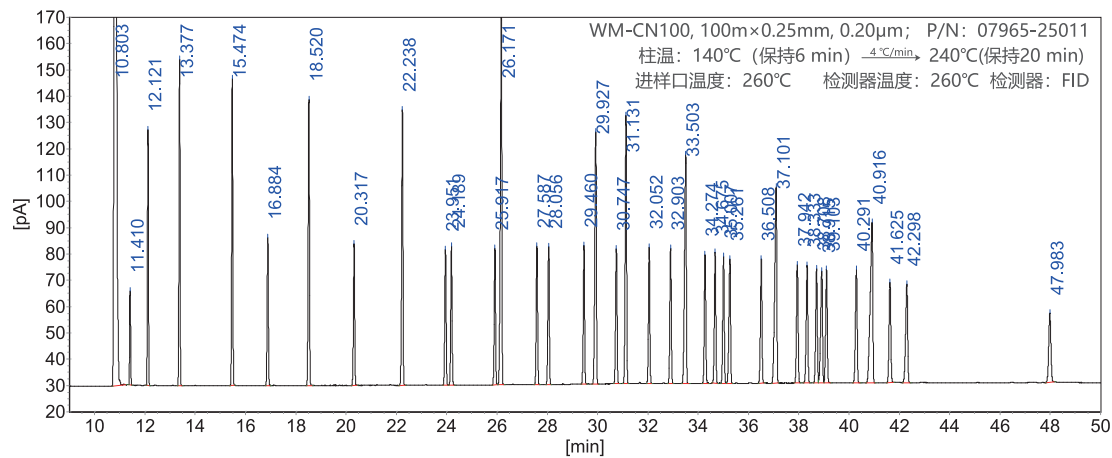
37种脂肪酸的测定

月旭科技推出37种脂肪酸专用柱，具有优异的分离性能和重现性。采用国标方法，实现了37种脂肪酸甲酯的完美分离；在此基础上，继续优化方法，在不损失分离度的前提下，分析时间大大缩短，降低了客户的分析成本。

参考GB 5009.68-2016:



方法优化：

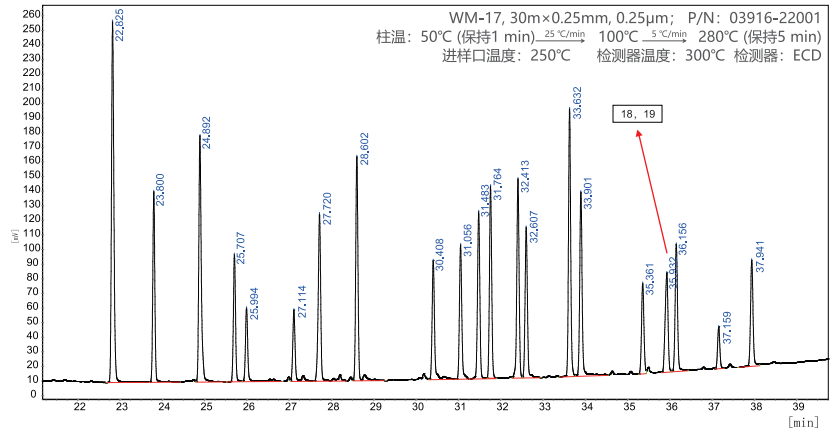


22种有机氯类农药残留的测定

月旭科技提供22种有机氯农药残留量测定法的整体解决方案，包括样品前处理、色谱分析、整套的产品以及技术支持，相对应的色谱分析柱和验证柱是进口同种规格色谱柱的理想替代柱。

参考《中国药典》2015年版：

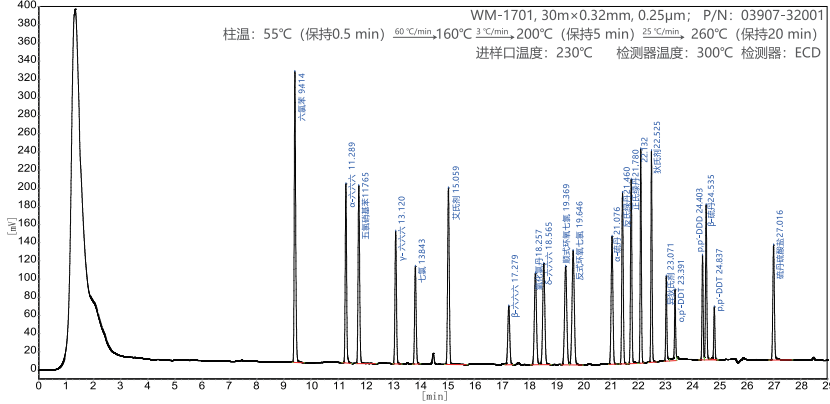
货号	规格描述	备注
03916-22001	WM-17 30m×0.25mm, 0.25µm	分析柱
03901-22001	WM-1 30m×0.25mm, 0.25µm	验证柱



峰序	组分	峰序	组分
1	六氯苯	12	反式氯丹
2	α-六六六	13	顺式氯丹
3	五氯硝基苯	14	α-硫丹
4	γ-六六六	15	p,p'-DDE
5	β-六六六	16	狄氏剂
6	七氯	17	异狄氏剂
7	δ-六六六	18	o,p'-DDT+ p,p'-DDD
8	艾氏剂	19	o,p'-DDT+ p,p'-DDD
9	氧化氯丹	20	β-硫丹
10	顺式环氧七氯	21	p,p'-DDT
11	反式环氧七氯	22	硫丹硫酸酯

(色谱图中组分的命名，是根据资料及经验推断，仅供参考)

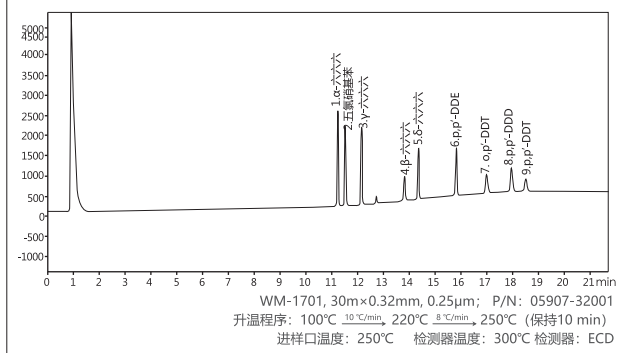
参考2015年版《中国药典》（一部）增补本拟增修订内容：



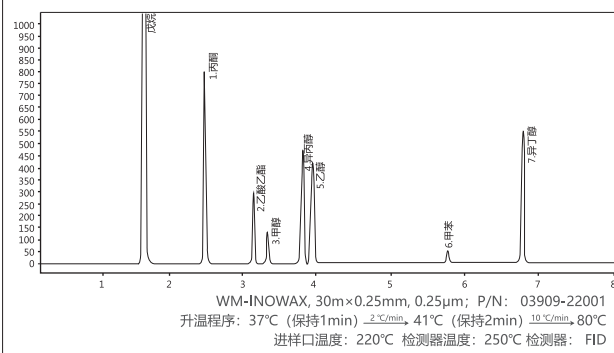
峰序	组分	峰序	组分
1	六氯苯	12	α-硫丹
2	α-六六六	13	反式氯丹
3	五氯硝基苯	14	顺式氯丹
4	γ-六六六	15	p,p'-DDE
5	七氯	16	狄氏剂
6	艾氏剂	17	异狄氏剂
7	β-六六六	18	o,p'-DDT
8	氧化氯丹	19	p,p'-DDD
9	δ-六六六	20	β-硫丹
10	顺式环氧七氯	21	p,p'-DDT
11	反式环氧七氯	22	硫丹硫酸酯

(色谱图中组分的命名，是根据资料及经验推断，仅供参考)

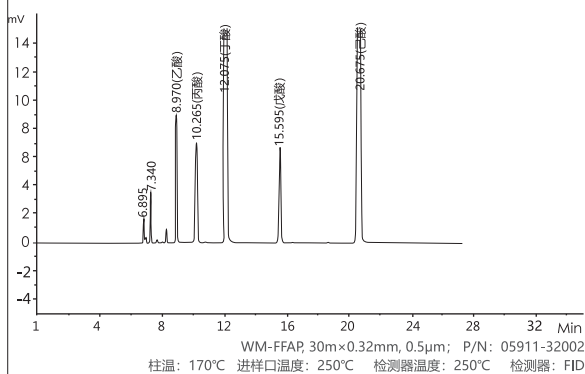
9种有机氯类农药残留的测定



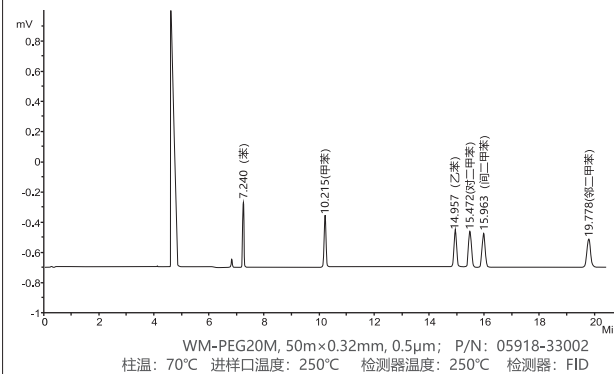
具有优异的选择性和分离度的WM-INOWAX柱



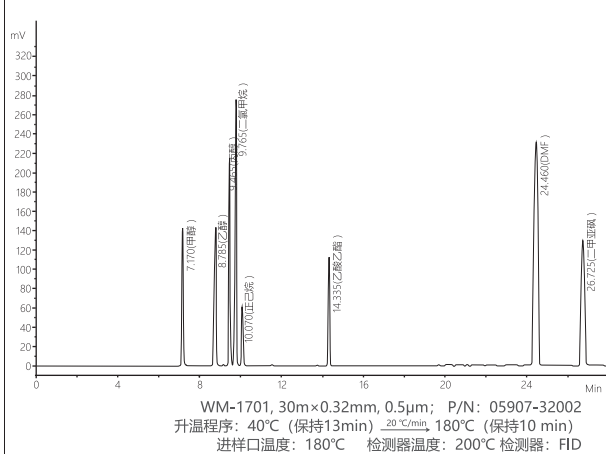
有机酸的分析



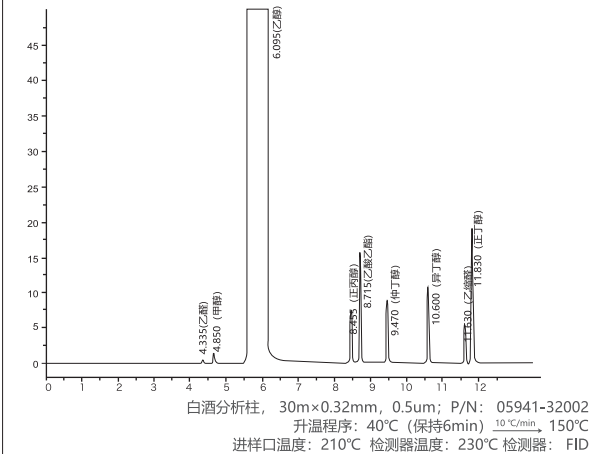
苯系物的分析



有机溶剂残留测定



乙醇中挥发性杂质的检测



WM高性能系列毛细管柱与国外产品对应一览表

固定液	USP代码	相似固定液
WM-1	G2	DB-1, HP-1, OV-1, BP-1, Rtx-1, OV-101, SBP-1, CP-Sil 5CB
WM-1MS	G2	DB-1MS, HP-1MS, OV-1MS, OV-1MS
WM-5	G27	BP-5, ZB-5, CP-Sil 8CB, DB-5, HP-5, SPB-5, Rtx-5, OV-5

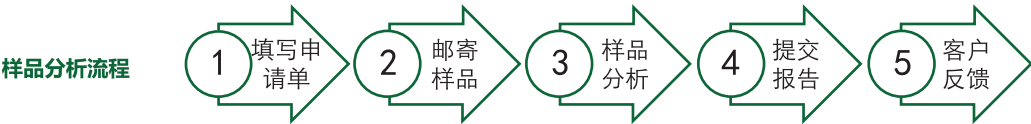
固定液	USP代码	相似固定液
WM-5MS	G27	ZB-5MS, DB-5MS, HP-5MS, OV-5MS
WM-35	G42	DB-35, HP-35, SPB-35, Rtx-35, PE-35, AT-35
WM-1301	G43	DB-1301, HP-1301, PE-1301, Rtx-1301
WM-1701	G46	BP-10, CB-1701, CP-Sil 19CB, DB-1701, Rtx-1701
WM-225	G7	007-225, DB-225, BP-225, HP-225, CP-Sil 43CB, Rtx-225
WM-624	G43	007-624, AT-624, CP-624, DB-624, HP-624, Rtx-502.2, VOCOL
WM-INOWAX	G16	CP-Wax, DB-Wax, HP-Innowax, PE-Wax, Rtx-Wax
WM-FFAP	G35	BP-21, HP-FFAP, PE-FFAP, CP-FFAP, DB-FFAP, Nukol
WM-17	G3	DB-17, HP-17, HP-50, Rtx-50, AT-50, SPB-50, SP-2250

WM高性能系列毛细管柱选择指南

WM高性能型	固定相类型	极性	温度限 (°C)	应用范围
WM-1, WM-1MS	100%二甲基聚硅氧烷	非极性	-60 to 325/350	胺类、烃类、农药、多氯联苯、酚类、硫化物、香料香精
WM-5, WM-5MS	5%苯基, 95%二甲基聚硅氧烷	弱极性	-60 to 325/350	半挥发性物质、生物碱、药物、生物柴油(FAME)、卤代物、杀虫剂
WM-1301	6%氰丙基苯基, 94%二甲基聚硅氧烷	中等极性	-20 to 280/300	醇类、杀虫剂, VOC's、溶剂, 碘, 农药残留
WM-35, WM-35MS	35%苯基, 65%二甲基聚硅氧烷	中等极性	40 to 300/320	杀虫剂、醇类、滥用药物、分子药物
WM-17, WM-17MS	50%苯基, 50%二甲基聚硅氧烷	中等极性	40 to 300/320	药品、乙二醇、类固醇、除草剂、农药
WM-1701	14%氰丙基苯基, 86%二甲基聚硅氧烷	中等极性	-20 to 280/300	芳氯物、杀虫剂、除草剂
WM-624	6%氰丙基苯基, 94%二甲基聚硅氧烷	中等极性	-20 to 260	溶剂残留、挥发性化合物
WM-225	50%氰丙基苯基, 50%二甲基聚硅氧烷	中等极性	40 to 220/240	中性固醇、糖醇醋酸
WM-INOWAX	聚乙二醇	强极性	40 to 260/280	醇、溶剂、矿物油、调味剂及香料
WM-FFAP	硝基对苯二酸改性的聚乙二醇	强极性	50 to 260	醇、有机酸、醛、丙烯酸酯

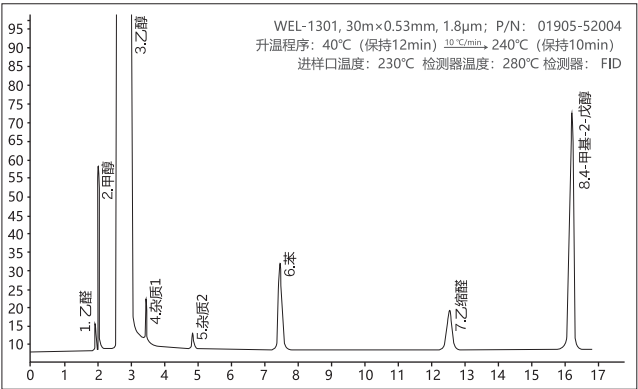
1.2 月旭WEL经济型系列毛细管柱

WEL系列毛细柱，每根色谱柱都经过严格的测试，并附有评价谱图，柱子柱效高、灵敏度高、性价比高、货期短，受到广大新老客户的青睐。我们可以为客户提供样品分析，让客户见证色谱柱的优越性能和我们的优质服务。我们还提供各种专用柱，对某些测试项目，柱效更高，分离性能更好，便于客户更好的定性和定量。

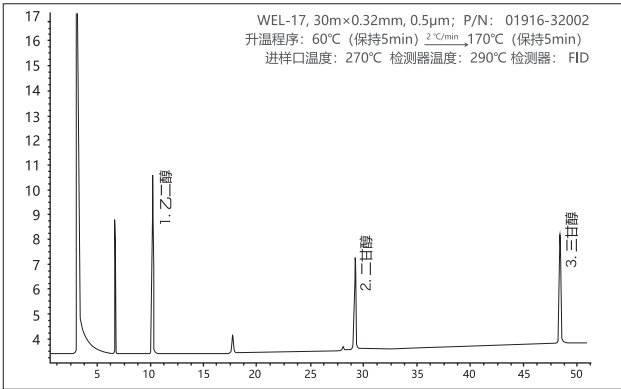


典型应用谱图

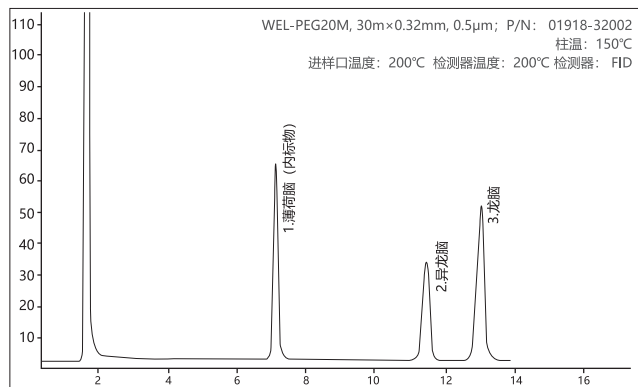
1) 乙醇中挥发性杂质的检测



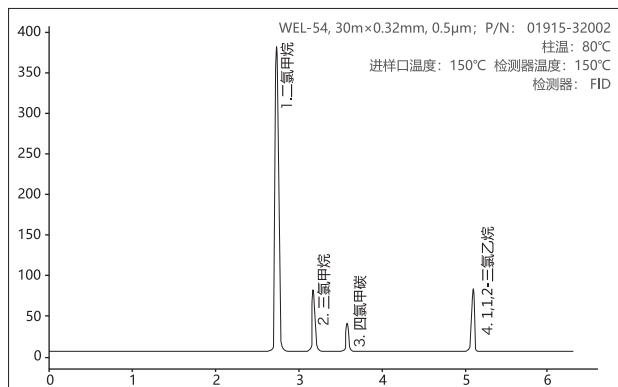
2) 聚乙二醇400中乙二醇、二甘醇和三甘醇的检测



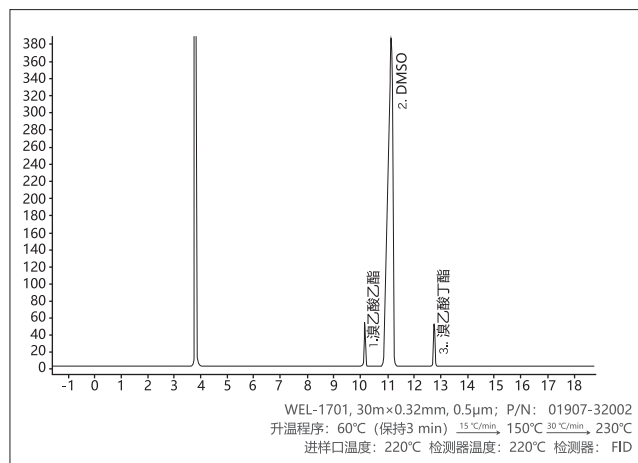
3) 冰片有效成分测定



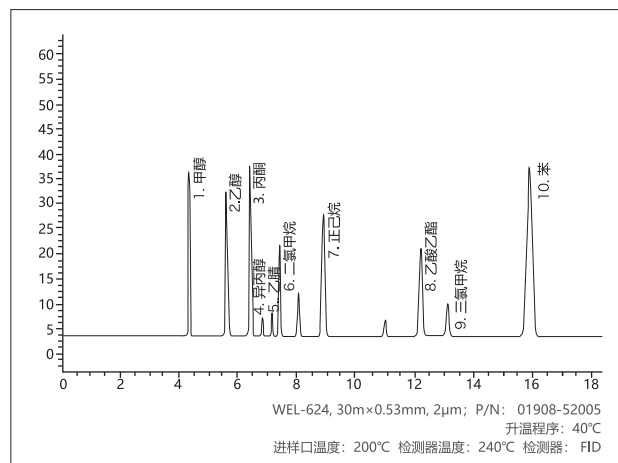
4) 含氯烷烃的分析



5) 溴乙酸乙酯的检测

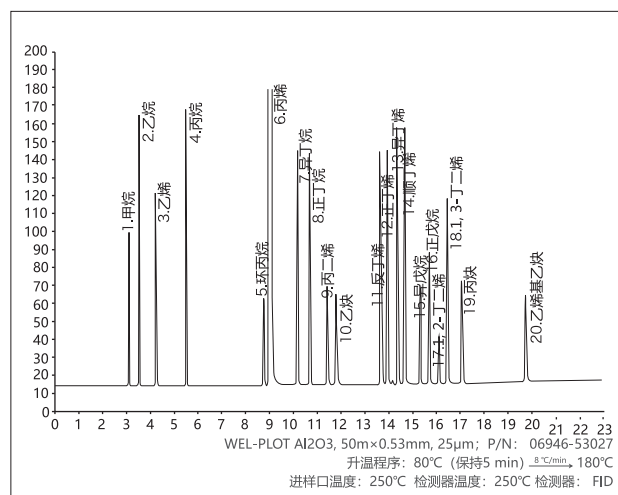
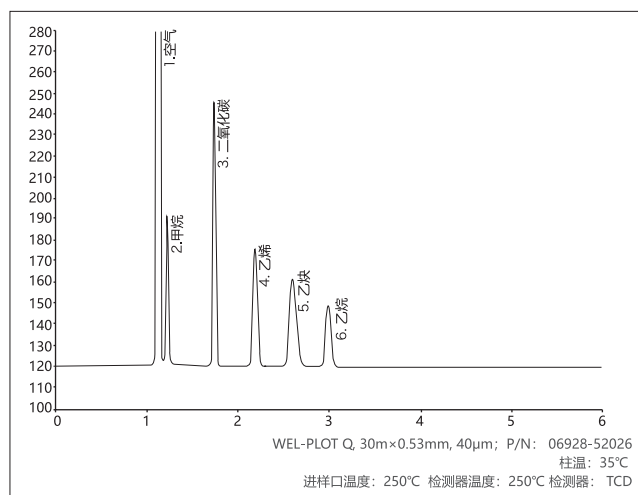


6) 有机溶剂残留测定



PLOT柱

PLOT柱是在管壁上黏合一层小颗粒物质，月旭科技采用独特的原位一体化合成技术制备高品质PLOT柱。常用的PLOT柱固定相有苯乙烯及其衍生物、分子筛和氧化铝，适用于永久性气体和低分子量烃类异构体的分离分析。

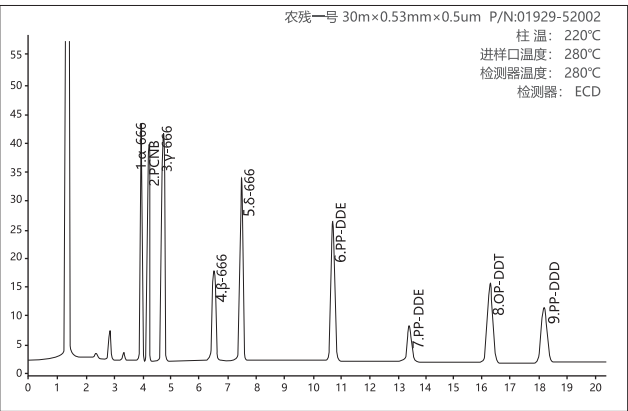


1.3 专用毛细管色谱柱

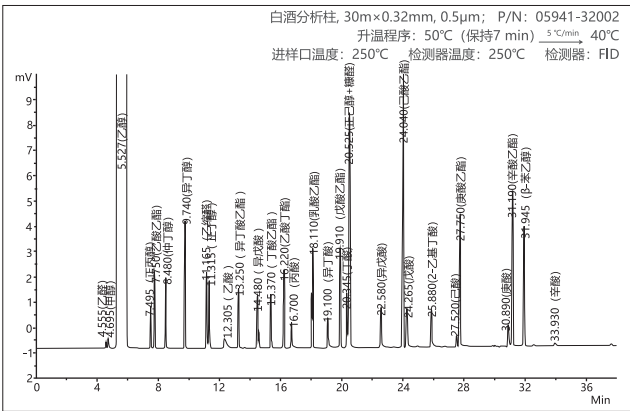
针对一些复杂样品的分离问题，月旭科技开发了具有独特性能的专用色谱柱，应用于农药分析、挥发性有机物分析、石油化工分析、白酒分析等多方面，分析时间短、分离效果佳、便于更好的定性和定量。

货号	名称	长度×内径×膜厚 m×mm×μm	应用
01929-32002	农残一号专用柱	30×0.32×0.5	有机氯农药
01929-52002		30×0.53×0.5	
01937-32002	农残二号专用柱	30×0.32×0.5	有机磷农药
01937-52002		30×0.53×0.5	
01932-22023	BPX-70	30×0.25×0.22	月见草油分析
05935-33003	TVOC专用柱	50×0.32×1.0	室内空气总挥发性有机物
01936-13002	PONA专用柱	50×0.20×0.5	汽油，柴油组分分析
01936-23002		50×0.25×0.5	
05935-33003	酒分析专用柱	30×0.32×0.5	白酒、啤酒成分分析

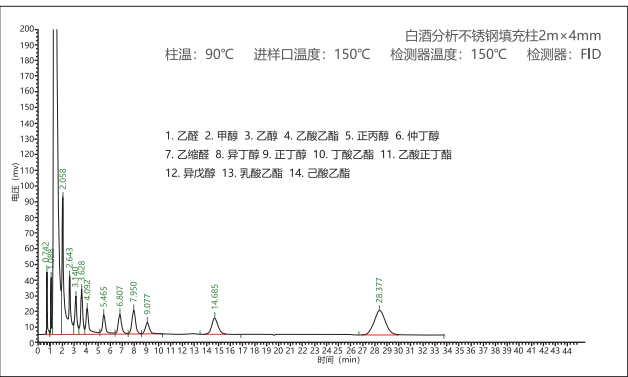
有机氯农残分析



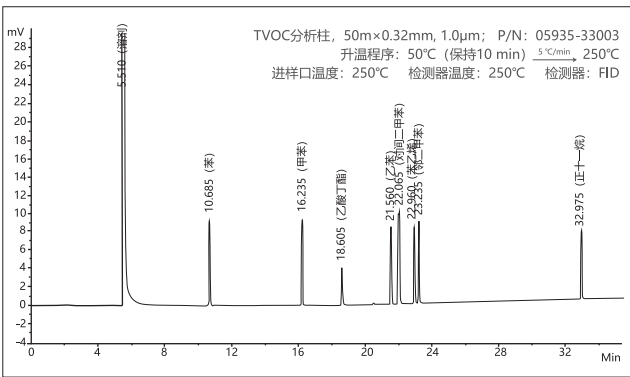
白酒分析



白酒分析 2



TVOC分析



1.4 气相填充柱

- 固定液:** OV-1、OV17、OV101、OV225、SE30、SE52、SE54、PEG-400、PEG-600、PEG-1500、PEG-4000、PEG-6000、PEG-20M、DEGS、EGA、EGS、QF-1、FFAP、DNP、DBP、β,β-氧二丙腈、硅油、阿皮松、角鲨烷、DC系列等。
- 担体:** 进口硅藻土(如Chromosorb)系列、国产硅藻土系列、有机载体等。
- 吸附剂及高分子微球:** Porapak系列、Proasil系列、GDX系列、HDG系列、DC系列、分子筛、碳分子筛、石墨化碳黑、硅胶、氧化铝等。
- 规格:** 内径2~4mm, 长度0.5~9m。
- ◇ 订做填充柱, 请注明: 色谱仪型号; 柱管类型; 固定相名称及配比; 担体种类及目数; 柱内径及长度; 分析何种样品。
 - ◇ 可为用户提供各种类型的空填充柱管。

填充柱订货说明

1.填充柱柱管尺寸表

材质	3mm(OD), 2mm(ID)	4mm(OD), 3mm(ID)	1/8(OD), 2.0mm(ID)	1/16(OD), 1.0mm(ID)
不锈钢				
玻璃				
聚四氟乙烯				

2.填料说明

担体：（如 Chromosorb WAW DMCS）			目数：		
固定液 A：	涂渍量：	%	固定液 B：	涂渍量：	%

3.仪器型号

(如安捷伦7890A/岛津2014C)

4.尺寸：

长：	外径：	内径：
----	-----	-----

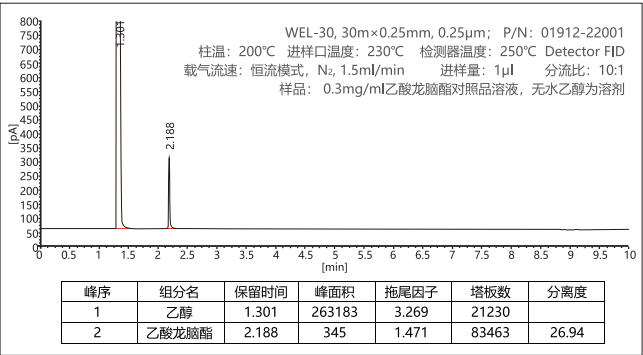
注：
订购填充柱前，首先要确认气相色谱仪器有填充柱进样口，
订做不锈钢填充柱时，请提供仪器型号和填充柱外径；
订做玻璃填充柱时，请提供仪器型号及进样器和检测器之间的中心距离

气相药典应用

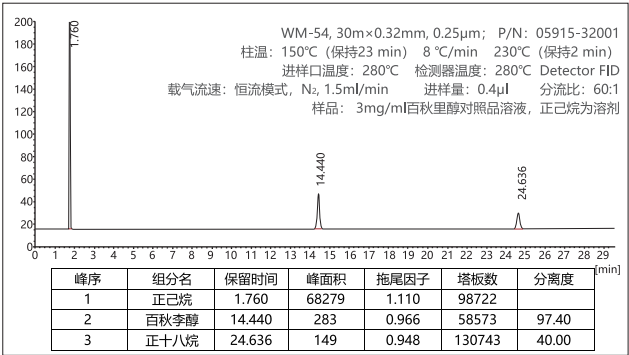
2.1 气相毛细管柱在中药饮片中的应用

针对2015版《中国药典》规定，并结合客户实际需求，月旭科技特别推出药典检测气相应用谱图集。月旭科技气相色谱柱完美地符合药典对于柱效、分离度和拖尾因子等参数的各项要求，并且具有良好的质量稳定性和优异的批间重现性，为制药企业监控药品质量提供有力的保障。

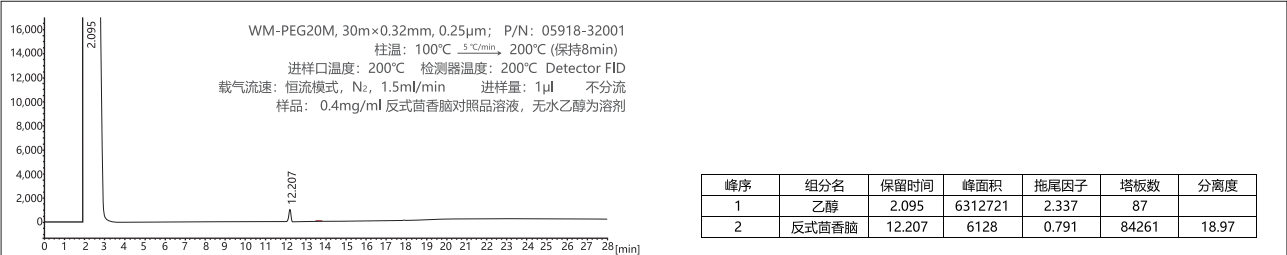
砂仁



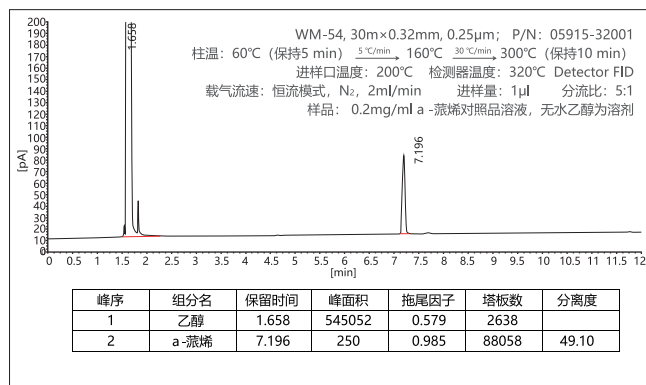
广藿香



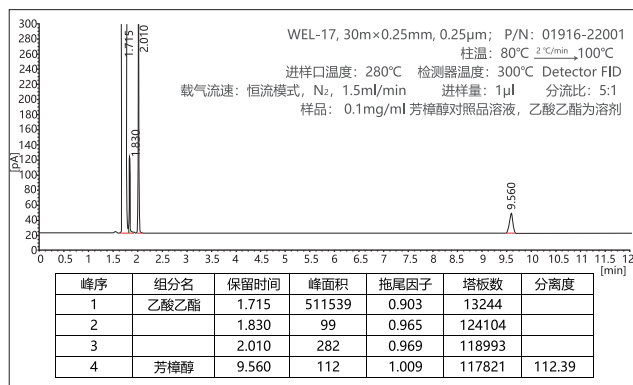
八角茴香



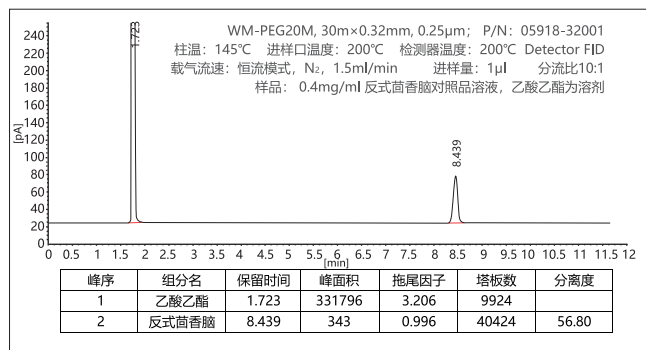
油松节



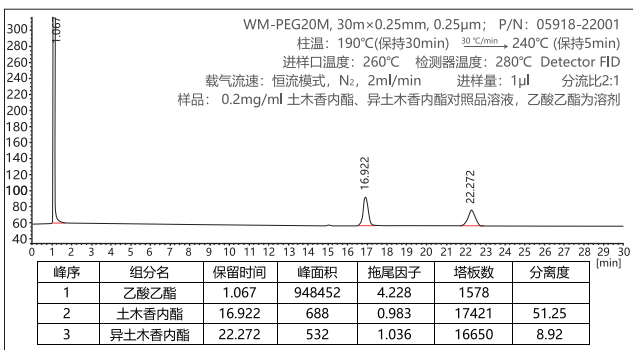
千年健



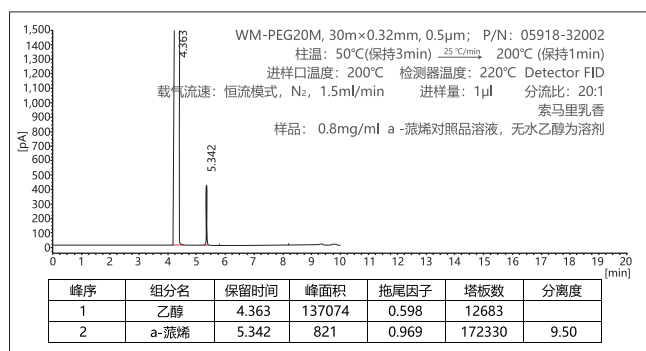
小茴香



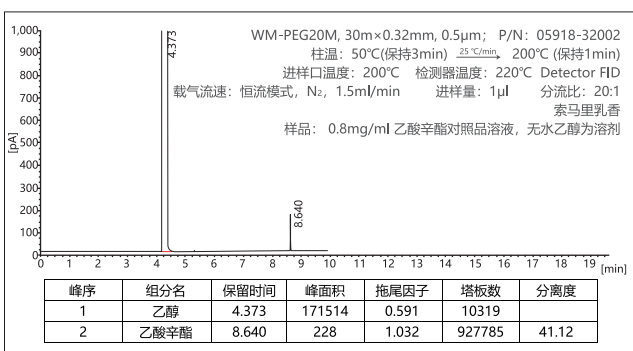
土木香



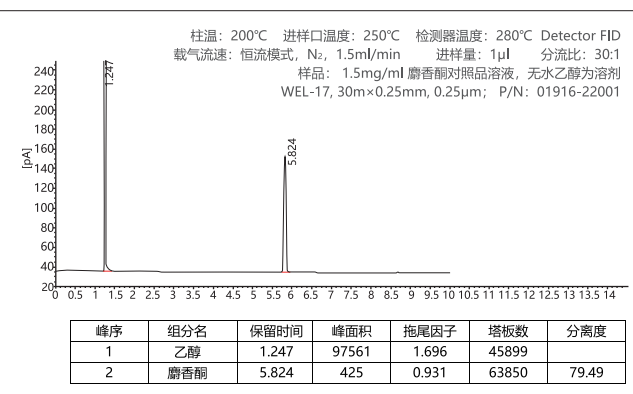
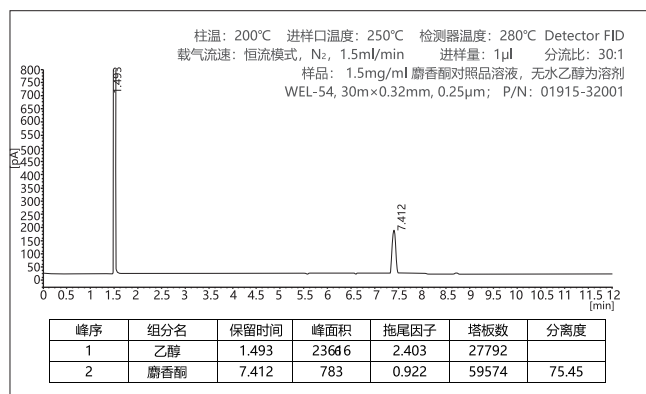
索马里乳香



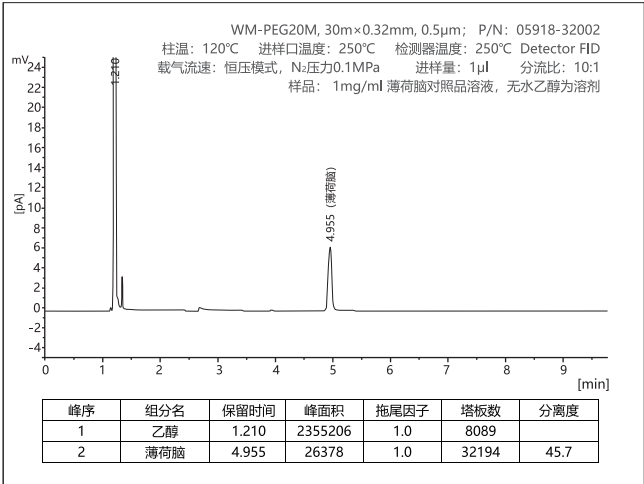
埃塞俄比亚乳香



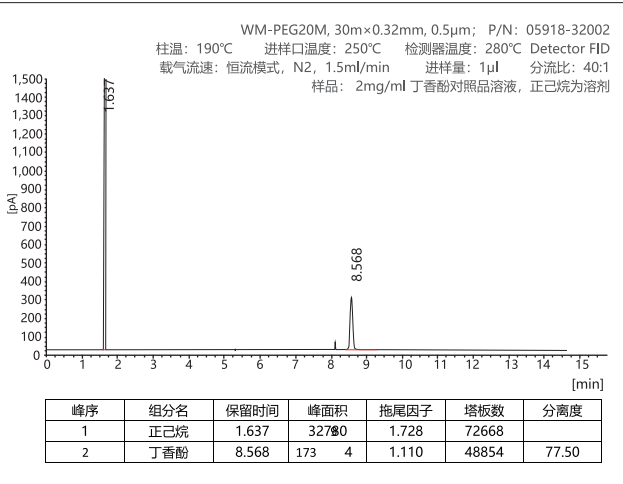
麝香



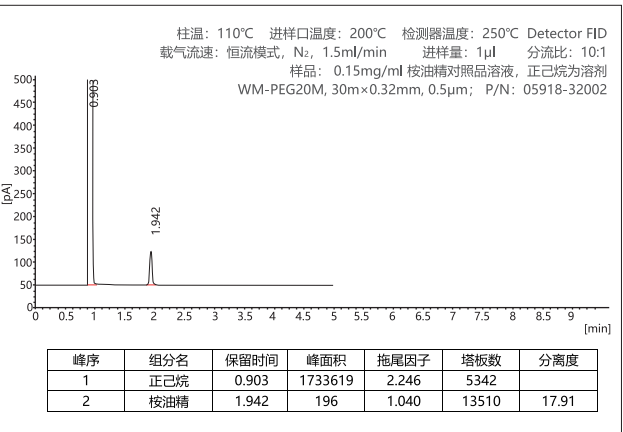
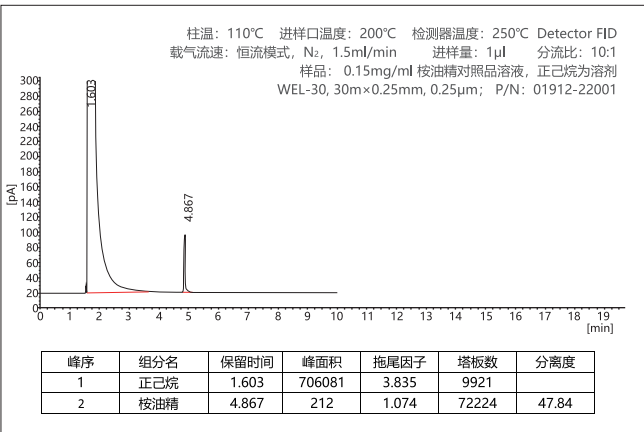
薄荷脑



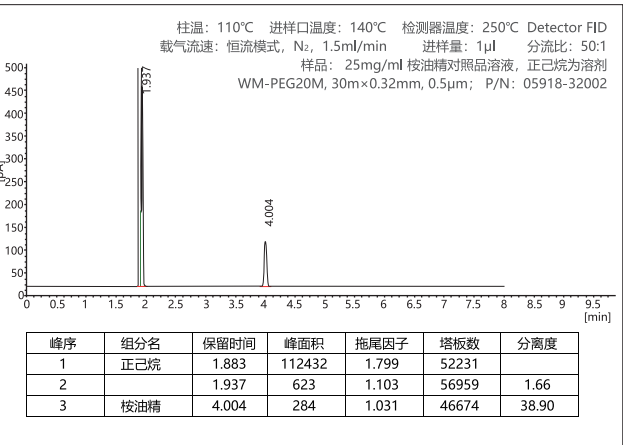
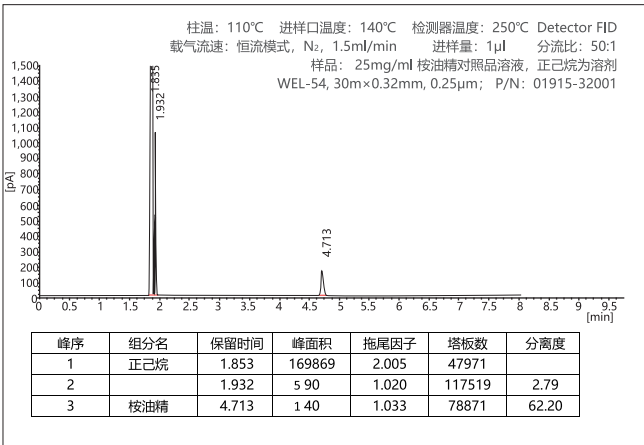
丁香



艾叶



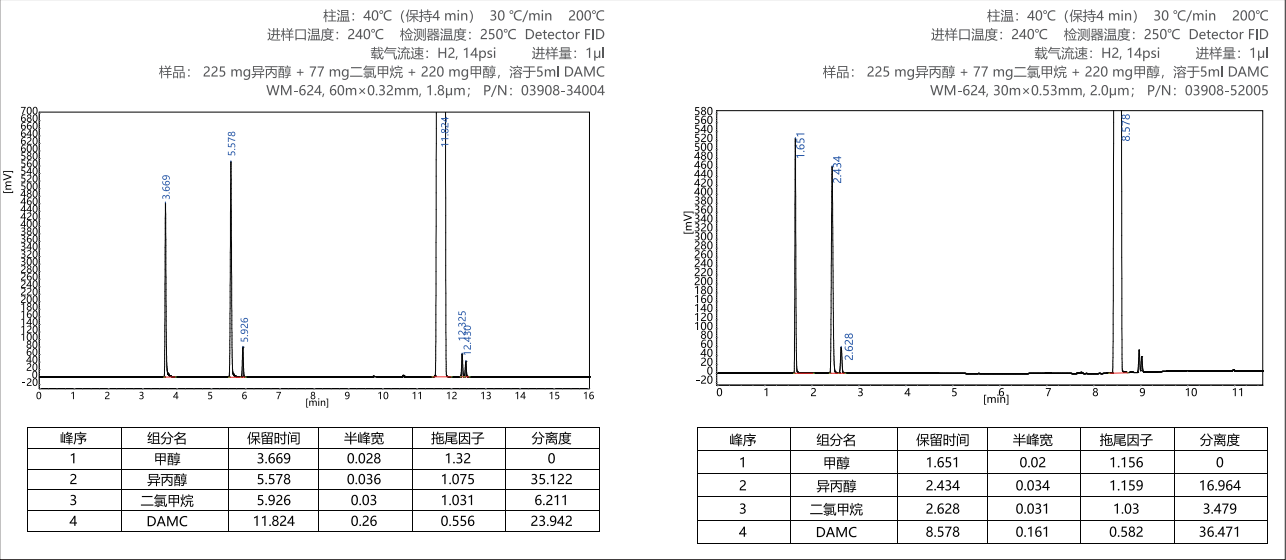
豆蔻



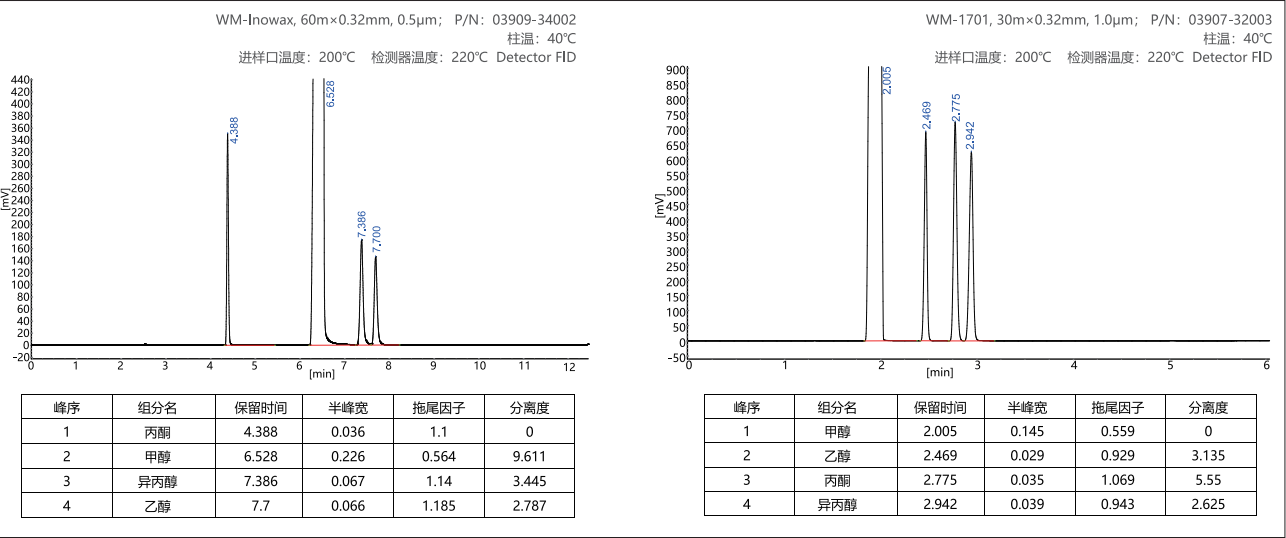
2.2 其他药典应用

阿莫西林残留溶剂

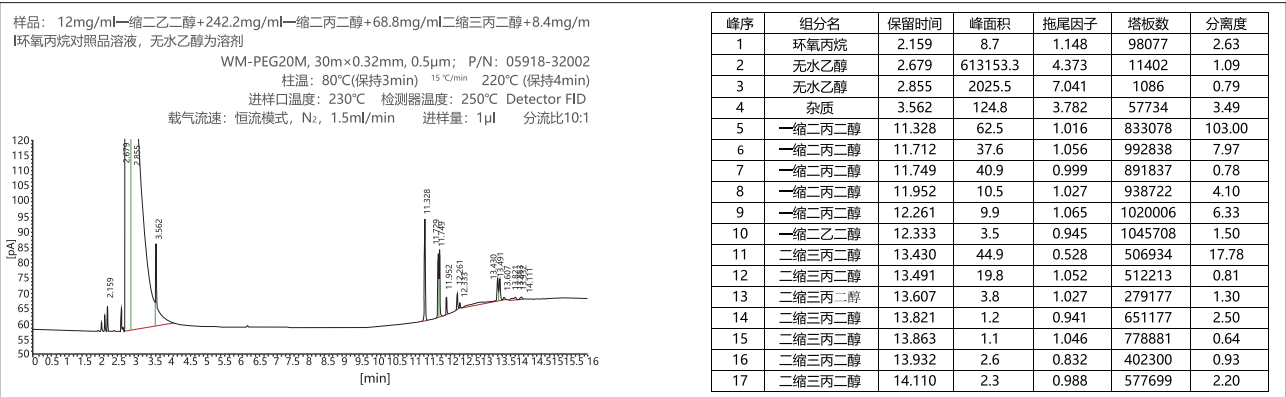
阿莫西林残留溶剂



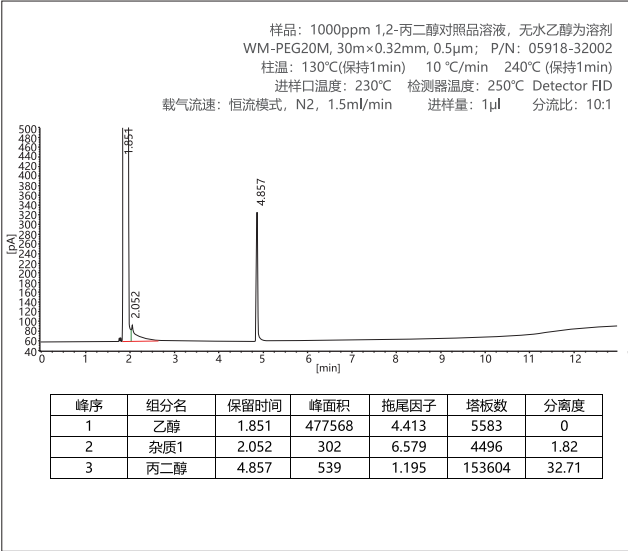
溶剂分离



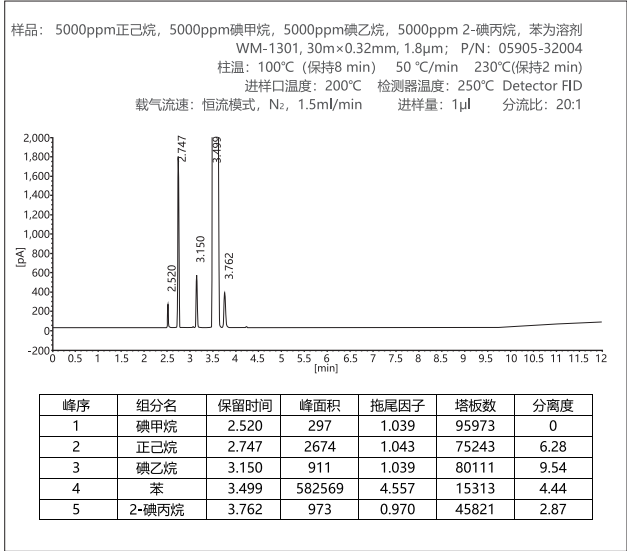
丙二醇有关物质



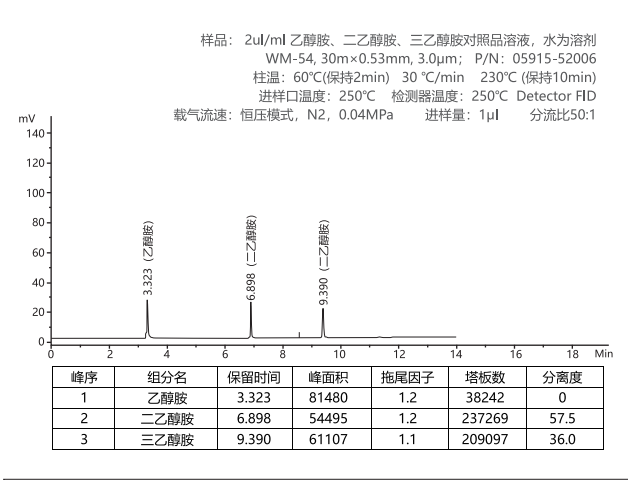
丙二醇含量



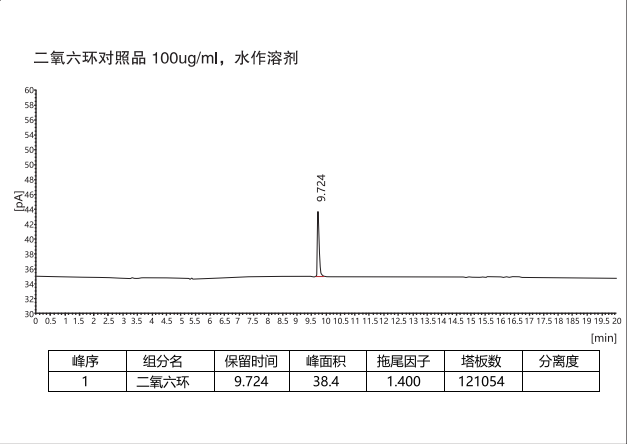
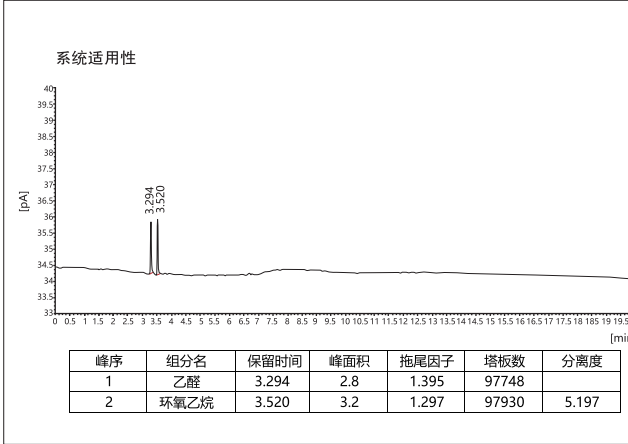
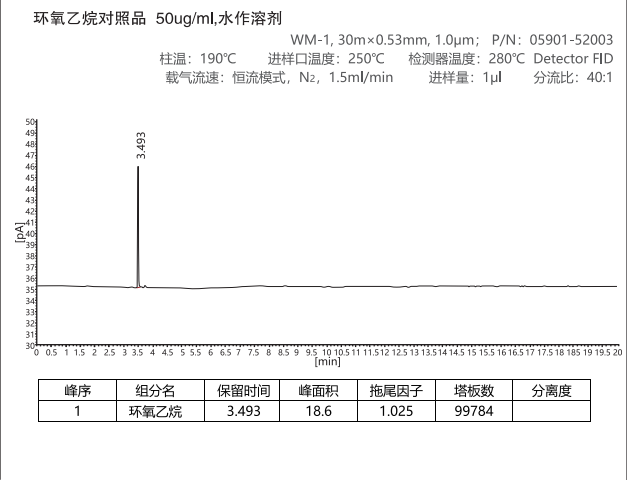
甲氧基、乙氧基



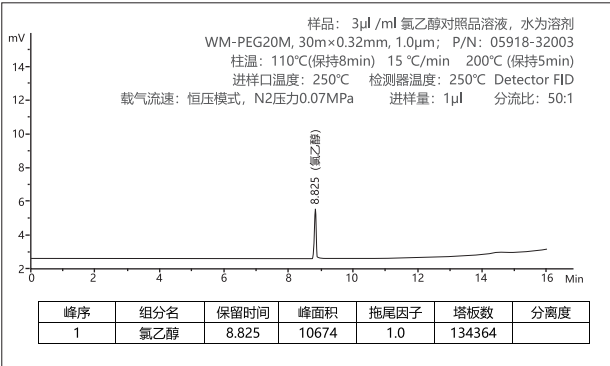
三乙醇胺



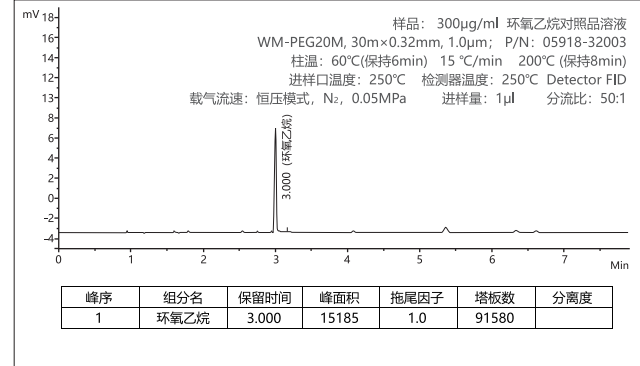
聚山梨酯80中环氧乙烷和二氧六环



明胶空心胶囊中氯乙醇



明胶空心胶囊中环氧乙烷



气相配件

3.1 气体发生器

产品简介: 气体发生器, 操作简单方便, 安全可靠, 打开电源, 即可产生压力稳定的高纯载气, 适用于国内外各个厂家的气相色谱仪, 是气体钢瓶的理想替代品。

产品名称	型号	图片
高纯氢气发生器	GH-300	
高纯氢气发生器	GH-500	
高纯氢气发生器	GH-400	
高纯氢气发生器	GH-600	
高纯氮气发生器	GN-300	
高纯氮气发生器	GN-500	
低噪音空气泵	GA-2000A	
低噪音空气泵	GA-5000A	
低噪音空气泵	GA-3000	

产品名称	型号	图片
氮气空气一体机	NA-300A	
氮气空气一体机	NA-500A	
氢气空气一体机	HA-300A	
氢气空气一体机	HA-500A	
氮氢空一体机	GX-300A	
氮氢空一体机	GX-500A	

3.2 气相色谱备件

产品简介: 美国进口, 质量可靠, 与各类气相色谱仪(安捷伦、岛津、铂金埃尔默、赛默科技、布鲁克等)完全匹配。

3.2.1 进样隔垫

隔垫污染或者高温下流失, 会导致鬼峰; 隔垫漏气, 会导致保留时间增长、柱头压力降低、检测器信号噪音增大; 气相色谱仪在日常使用过程中建议经常更换进样隔垫。

表3.1 进样隔垫的常见故障及排除方法

现象	可能原因	应对方法
额外峰/圆丘峰	隔垫流失	断开进样器加热器后, 如果额外峰消失, 建议换用高温隔垫, 或者降低进样口的温度进行分析。
大峰后基线变化	在进样时和进样后的短时间内隔垫处泄漏严重, 一般是由于使用直径较大的进样针引起的	更换隔垫并且使用直径较小的进样针
大峰后基线变化	载气在进样隔垫处或色谱柱连接处发生泄漏	检查是否存在泄露, 如有, 更换隔垫, 或者拧紧色谱柱连接处

进样隔垫维护建议:

- 隔垫的使用温度不超过推荐的温度范围
- 使用自动进样器
- 使用针尖锐利的进样针
- 定期检查和更换
- 如果有隔垫吹扫功能就使用之

表3.2 进样口隔垫分类

进样垫种类	流失性	寿命	温度上限
BTO [®] （流失性与温度优化隔垫）	√√√	√	至400 ° C
Advanced Green 3 [™] （高级绿色隔垫）	√√	√√	至350 ° C
Marathon [™] （长寿命隔垫）	√	√√√	至350 ° C

(√√√ = 最好 √√ = 很好 √ = 好)

流失性与温度优化隔垫（BTO[®]）



- 扩展的温度范围，流失最低
- 最高使用温度400℃
- 每批隔垫都经过GC-FID进行流失检验
- 等离子体处理可消除在进样口处的粘连和污染
- 预老化，即取即用
- 包装在清洁的玻璃瓶中
- 最适合用于低流失、“质谱”级毛细管柱

高级绿色隔垫（AG3[™]）



- 真正的长寿命、耐高温绿色隔垫
- 高使用温度350℃
- 每片隔垫承受更多次的进样
- 等离子体处理可消除在进样口处的粘连
- 是竞争厂商所谓绿色隔垫的高性能替代品
- 包装在清洗过的玻璃瓶中，确保清洁而方便

长寿命隔垫（Marathon[™]）



- 自动进样器的最佳隔垫，最适合于昼夜运行
- 最高使用温度350℃
- 预穿孔可避免穿刺形成碎屑，延长寿命
- 每个隔垫可承受高达400次进样
- 等离子体处理可消除在进样口处的粘连
- 包装在清洗过的玻璃瓶中，确保清洁方便

隔垫流失性比较
A) BTO隔垫
B) AG3隔垫
C) 竞争厂商的高温红色隔垫
D) 竞争厂商的低流失绿色隔垫

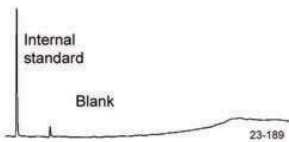
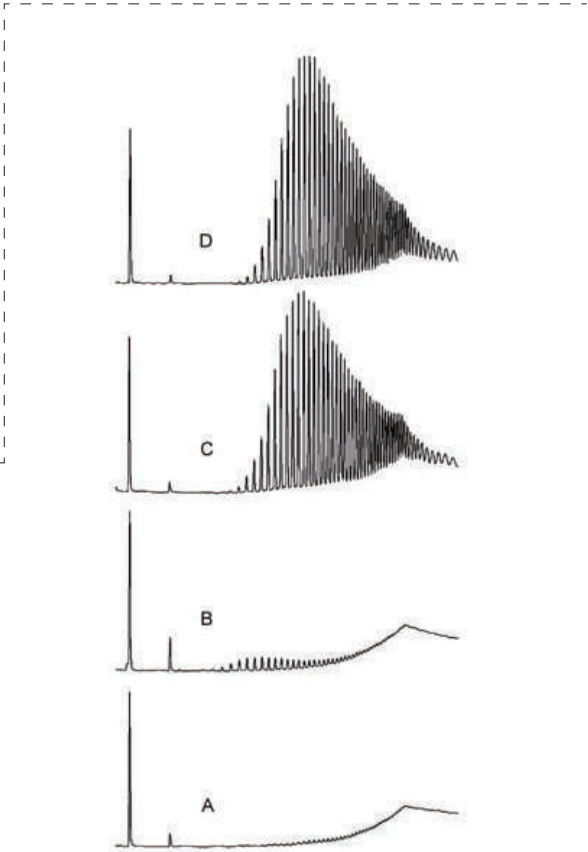


图3.1 隔垫流失性比较



3.2.2 石墨垫圈

密封垫圈使用不当，导致色谱峰不一致，分析结果不可靠。具体来说，不合适的密封垫圈，会使空气和其它污染物通过色谱柱密封处渗入仪器系统，严重的影响柱效和检测器性能。为了保持最佳性能，每更换一次色谱柱或对色谱柱进行维护时，都要更换密封垫圈。

要最大程度地减少问题的发生，安装密封垫圈需要注意以下几点：

- 不要拧得太紧——手指拧紧柱螺帽，然后再用扳手拧紧
- 防止污染，保持清洁
- 重新使用之前，用放大镜检查密封垫圈是否有裂缝、碎片或其它损坏
- 当安装新的色谱柱或者进样口/检测器部件时更换密封垫圈

密封垫圈选择指南

密封垫圈种类	温度上限	用途	优点	局限性
石墨 (100%) 	450°C	• 毛细管色谱柱通用 • 适合于FID 和NPD • 推荐用于高温和冷柱头进样分析	• 易于使用，稳定密封 • 更高的温度上限 • 容易取下	• 不推荐用于MS和对氧敏感的检测器 • 质软，容易变形或损坏
Vespel/石墨 	400°C	• 毛细管色谱柱通用 • 推荐用于MS和对氧敏感的检测器 • 最可靠的无泄漏连接	• 机械性能稳定 • 寿命长	• 不能重复使用 • 在高温下会流动 • 必须经常重新拧紧
100% Vespel 	350°C	• 恒温操作 • 可重复使用，也很容易取下 • 是连接金属或者玻璃的优异密封材料	• 机械性能稳定 • 长寿命 • 可重复使用，也很容易取下	• 程序升温几次后可能泄露 • 在高温下会流失 • 必须经常重新拧紧

3.2.3 各厂家气相色谱系统备件选择指南

货号	产品名称	规格型号	包装	图片
01831-298717	进样隔垫	BTO®, 7/16" (11 mm) 中心导针孔	50/pk	
01831-246225	进样隔垫	AG3™, 7/16" (11 mm) 中心导针孔	50/pk	
01831-239297	进样隔垫	Marathon™, 7/16" (11 mm) 中心导针孔	50/pk	
01831-211165	石墨垫圈	0.25-0.32mm毛细管柱 对应 安捷伦 货号 (5080-8853)	10/pk	
01831-211168	石墨垫圈	0.53mm毛细管柱 对应 安捷伦 货号 (500-2118)	10/pk	
01831-211105	石墨垫圈	0.25-0.32mm毛细管柱 对应货号： 布鲁克 (CR211105) /PE (09903700)	10/pk	
01831-211108	石墨垫圈	0.53mm毛细管柱 对应货号： 布鲁克 (CR211108) /PE (09920141)	10/pk	

货号	产品名称	规格型号	包装	图片
01831-211208	石墨垫圈	0.53mm毛细管柱 对应货号：PE (09903394)	10/pk	
01831-211175	石墨垫圈	0.25-0.32mm毛细管柱 对应岛津货号 (221-32126-05)	10/pk	
01831-211178	石墨垫圈	0.53mm毛细管柱 对应岛津货号 (221-32126-08)	10/pk	
01831-211984-10	石墨垫圈	0.25-0.32mm毛细管柱 对应赛默飞货号 (29053487)	10/pk	
01831-211988-10	石墨垫圈	0.53mm毛细管柱 对应赛默飞货号 (29053486)	10/pk	

2015版《中国药典》农药残留检测整体解决方案

第一法：有机氯类农药残留量测定法-色谱法

9种有机氯类农药残留量测定法

1.方法简介

均质后的样品，经水和丙酮提取后加入氯化钠及二氯甲烷使两相分层；取有机相浓缩后用石油醚复溶，经浓硫酸磺化处理，取有机相减压浓缩并用石油醚复溶供GC-ECD分析测定。

2.样品制备

1

精密称量均质后的样品2g于100ml具塞锥形瓶中，加20ml水浸泡过夜；

2

精密加入丙酮40ml，超声处理30分钟（前后需用丙酮补足减少的重量）；

3

加入氯化钠6g，二氯甲烷30ml，超声处理15分钟（前后需用二氯甲烷补足减少的重量）；

4

静置使分层，将有机相转移至装有适量无水硫酸钠的100ml具塞锥形瓶中，放置4小时；

5

精密量取35ml，40℃减压浓缩至近干，加少量石油醚（60~90℃）转换几次；

6

石油醚溶解并转移至10ml具塞离心管中，石油醚（60~90℃）稀释至5ml；

7

小心加入硫酸1ml，振摇1分钟；

8

3000rpm离心10分钟，精密量取上清液2ml，置带刻度的浓缩瓶中；

9

40℃减压浓缩至近干，加石油醚（60~90℃）定容至1ml供GC-ECD分析。

3.色谱分析

GC色谱条件

色谱柱：WM-1701（30m×0.32mm×0.25μm），

柱温：100℃（0min）10℃/min→220℃（0min）8℃/min→250℃（10min）

载气：N₂

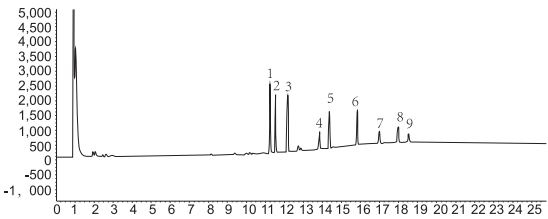
进样器：250℃，不分流进样

检测器：ECD 300℃

色谱峰：1-α-六六六；2-五氯硝基苯；3-γ-六六六；4-β-六六六；

5-δ-六六六；6-p,p'-DDE；7-o,p'-DDT；8-p,p'-DDD；9-p,p'-DDT

9种有机氯标准溶液GC-ECD谱图



4.相关产品

均质后的样品，经水和丙酮提取后加入氯化钠及二氯甲烷使两相分层；取有机相浓缩后用石油醚复溶，经浓硫酸磺化处理，取有机相减压浓缩并用石油醚复溶供GC-ECD分析测定。

货号	产品描述	价格 (元)
05907-32001	WM-1701 30m×0.32mm×0.25μm 1支	3600
00821-72027	20ml棕色螺旋口存储瓶27.5×57mm 100pk	400
00821-31224	本色隔垫22×1.5mm黑色实心聚丙烯螺旋盖100pk	320
SD-782	多功能电动搅拌机大容量粉碎机1台	1500
MFS001	不锈钢筛子355±13μm 50目1只	80
QH-10	100ml 玻璃具塞锥形瓶1只	25
JA2003	电子分析天平 1mg-200g 1台	4700
KQ5200B	超声波清洗机 10L, 40KHZ, 200w, 加热功率400W 1台	4780
QH-10	100ml 玻璃具塞锥形瓶1只	25
N-1100D-WD	埃朗旋转蒸发仪通用型1套	17640
00000-30010	10ml螺口尖底离心管, 100支/包	160
KA-1000	安亭低速台式离心机4000转/分 15ml×8 1台	2000
TJ-50	刻度的浓缩瓶25/24接口50-100ml 1ml 定量 1只	80
A502200	可视氮吹仪室温+5-150℃ 12针 1台	8300
86211	气相进样针1μl 1支	780

标准品货号	标准品名称	CAS号	规格	价格 (元)
C14071000	α-六六六	319-84-6	0.1g	630
C14072000	β-六六六	319-85-7	0.1g	630
C14073000	γ-六六六	58-89-9	0.25g	555
C14074000	δ-六六六	319-86-8	50mg	1335
C12041000	p,p'-DDE	72-55-9	0.1g	450
C12031000	p,p'-DDD	72-54-8	0.25g	480
C12081000	o,p'-DDT	789-02-6	50mg	1260
C12082000	p,p'-DDT	50-29-3	0.1g	630
C16730000	五氯硝基苯	82-68-8	0.25g	630



22种有机氯类农药残留量测定法

1.方法简介

均质后的样品，经水和乙腈提取后用盐析包使两相分层；取乙腈相浓缩后用环己烷-乙酸乙酯（1:1）溶液复溶，经凝胶色谱净化再经佛罗里硅土小柱净化，净化后的样品减压浓缩后用异辛烷复溶供GC-ECD分析测定。

2.样品制备

1

精密称量均质后的样品1.5g于50ml离心管中，加10ml水浸泡2小时；

2

精密加入乙腈15ml，剧烈震荡提取1分钟；

3

加入QuEChERS盐析包（4g无水硫酸镁+1g氯化钠），剧烈震荡1分钟；

4

4000rpm低温离心1分钟，精密移取乙腈相10ml，40℃减压浓缩至近干；

5

用乙酸乙酯-环己烷（1:1）溶液10ml分次转移至10ml量瓶中，定容至10ml；

6

取5ml上清液用凝胶色谱净化，色谱柱为Welch Bio-beads S-X3 400*25mm；

7

收集18-30min的净化液，40℃减压浓缩至近干，加1ml正己烷复溶；也可根据检测器判断有机氯出峰情况收集洗脱液

8

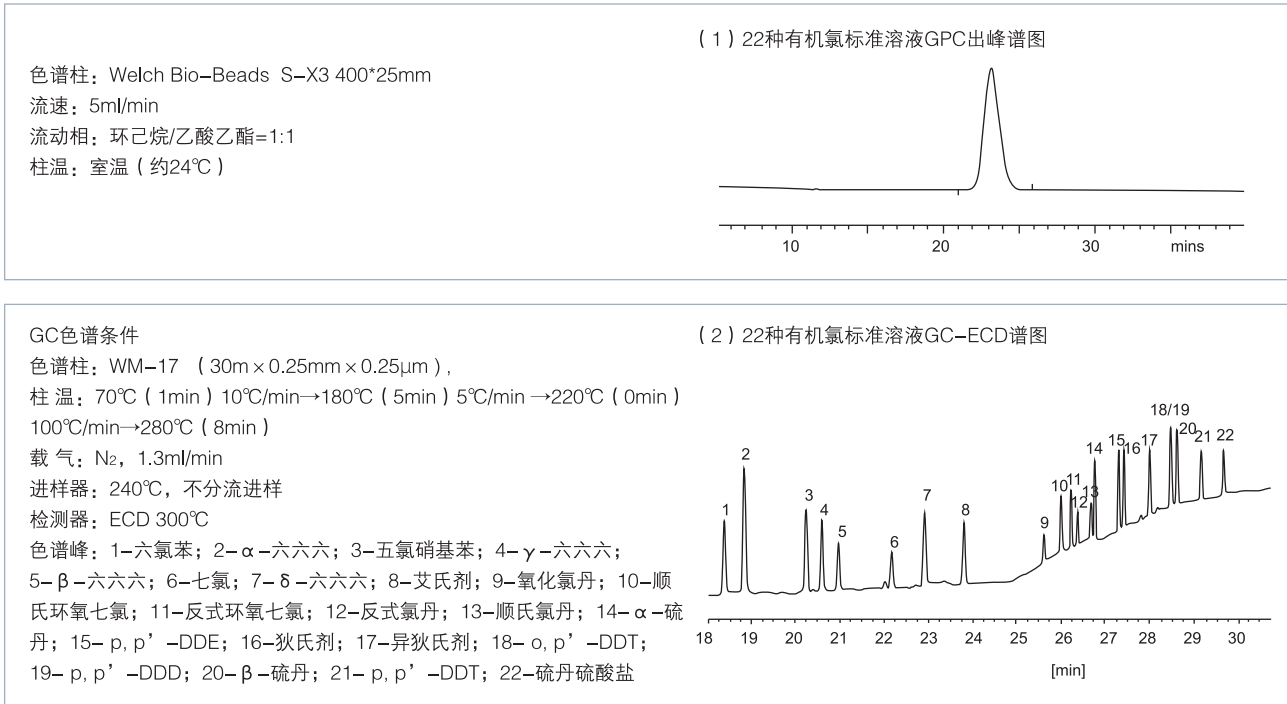
用佛罗里硅土小柱净化（Florisil PR 1000mg/6ml）

9

净化后的样品用氮吹仪浓缩至近干，加1ml异辛烷涡旋溶解供GC-ECD分析

注：本实验中采用的石油醚沸程为60-90℃

3. 色谱分析



4. 相关产品

货号	产品描述	价格 (元)
03916-22001	WM-17 30m × 0.25mm × 0.25μm 1支	4980
03901-22001	WM-1 30m × 0.25mm × 0.25μm 1支	4260
I103237-1L	异辛烷1L色谱纯	680
HR2014	多功能电动搅拌机大容量粉碎机 1台	1600
MFS001	不锈钢筛子, 355 ± 13μm, 50目1台	80
JA2003	电子分析天平 1mg-200g 1台	4700
CFT011500	离心管 50ml圆锥底消毒 JET 25支/包	44
00530-00000	QuEChERS定制盐析包 100袋/盒	998
TDL-40B	低速台式大容量多管离心机4000转/分50ml*8 1台	11600
711111330000	10ml移液器2-10ml 1支	680
MX-F	固定式混匀仪, 含VT1.1标准头 1台	620
KA-1000	低速台式离心机 4000转/分 15ml × 8 1台	2000
711111330000	10ml移液器 2-10ml 1支	680
00823-00001	月旭凝胶色谱柱Xtimate S-X3 400*25mm 1支	12000
00823-00002	月旭凝胶色谱柱 Bio-Beads S-X3 400*25mm 1支	16000
00823-10007	Xtimate S-X3凝胶 100g	3000
152-2750	Bio-Beads S-X3凝胶 100g	4000
GPC-S60	月旭凝胶色谱仪 (泵/检测器/进样阀/凝胶柱) 1台	108000
GPC-100FC	自动馏份收集器40孔每孔50ml定时收集 1台	22000
N-1100D-WD	东京理化旋转蒸发仪1套	17640
720060DL	移液器百得 100-1000μl 1支	680
00516-20007	Welchrom Florisil PR 1000mg/6ml 30pk	650
A502200	可视氮吹仪室温+5-150℃ 12针 1台	8300
86211	气相进样针 1μl 1支	780
LA18001037CY	22组分的有机氯农残混标 10 ng/μl 于环己烷, 1ml	询价

标准品货号	标准品名称	CAS号	规格	价格 (元)
C14160000	六氯苯	118-74-1	0.25g	450
C14071000	α -六六六	319-84-6	0.1g	630
C16730000	五氯硝基苯	82-68-8	0.25g	630
C14073000	γ -六六六	58-89-9	0.25g	555
C14072000	β -六六六	319-85-7	0.1g	630



标准品货号	标准品名称	CAS号	规格	价格 (元)
请咨询本公司	七氯	76-44-8	/	/
C14074000	δ -六六六	319-86-8	50mg	1335
C10090000	艾氏剂	309-00-2	/	/
030353-05	氧化氯丹	27304-13-8	100ng/ μ l 于环己烷, 1ml	945
C14101000	环氧七氯 (exo)	1024-57-3	10mg	780
C14102000	环氧七氯 (endo)	28044-83-9	10mg	780
C11202000	反-氯丹	5103-74-2	10mg	870
C11201000	顺-氯丹	5103-71-9	10mg	870
C13121000	α -硫丹	959-98-8	0.1g	750
C12041000	p,p'-DDE	72-55-9	0.1g	450
请咨询本公司	狄氏剂	60-57-1	/	/
请咨询本公司	异狄氏剂	72-20-8	/	/
C12031000	p,p'-DDD	72-54-8	0.25g	480
C12081000	o,p'-DDT	789-02-6	50mg	1260
请咨询本公司	β -硫丹	33213-65-9	/	/
C12082000	p,p'-DDT	50-29-3	0.1g	630
C13133000	硫丹硫酸酯	1031-07-8	0.1g	870

为什么选择凝胶色谱净化?

对比项目	凝胶色谱净化	手动层析净化
设备	凝胶色谱仪及相关附件	层析柱管、蠕动泵及相关附件
溶剂	恒流泵泵入	手动加入或蠕动泵泵入
上样	进样阀进样	手动上样
检测	在线连续检测	分段离线检测
收集	根据色谱图按时间段准确收集	将洗脱溶剂分段收集
人力	与 HPLC 操作类似, 无需人员值守	全过程需要值守
时间	根据方法而定, 一般30min-1h	费时费力, 难以控制
柱效	填料压紧, 柱效高	填料重力自然沉降, 柱效一般
流量准确性	流量控制精准	一般通过目测进行判断, 准确性低
结果精密性	好	差
安全性	溶剂流路密封, 安全性高	溶剂始终处于开放状态, 安全性低
评价	凝胶色谱仪采用自动化活化、上样、检测操作, 节省人力时间, 净化实验精密度和稳定性都很好, 此外可以有有效的保护实验人员的身体健康	

第二法：有机磷类农药残留量测定法-色谱法

1.方法简介

均质后的样品用乙酸乙酯冰浴超声提取，减压浓缩后，用石墨化碳小柱净化，浓缩复溶后用乙酸乙酯定容供GC-NPD/FPD分析。

2.样品处理

1

精密称取5g均质后（过三号筛）的样品至100ml具塞锥形瓶中，加入无水硫酸钠5g；

2

加乙酸乙酯50~100ml，冰浴超声提取3min，放置；

3

取上层液滤过，并对药渣进行一次重复提取，合并提取液；

4

乙酸乙酯洗涤药渣和滤纸，合并滤液，40℃减压浓缩至近干；

5

乙酸乙酯复溶并定容至5ml；

6

取1ml，石墨化碳小柱（250mg/3ml）净化
石墨化碳小柱净化：
活化：用乙酸乙酯50ml活化小柱，不收集；
上样：将1ml乙酸乙酯溶液加到小柱上，不收集；
洗脱：用正己烷-乙酸乙酯（1:1）混合溶液5ml洗脱，收集洗脱液；

7

将洗脱液置氮吹仪浓缩至近干；

8

用乙酸乙酯定容至1ml，涡旋使溶解，即得。

3.相关产品

货号	产品描述	价格（元）
05916-22001	WM-17（30m×0.25mm×0.25μm）1支	3878
05902-22001	WM-5（30m×0.25mm×0.25μm）1支	2929
00821-72027	20ml棕色螺旋口存储瓶 27.5*57mm 100pk	400
00821-31224	本色隔垫 22*1.5mm黑色实心聚丙烯螺旋盖 100pk	320
HR2014	多功能电动搅拌机大容量粉碎机 1台	880
MFS001	不锈钢筛子 355±13μm 50目 1只	80
S112275-500g	无水硫酸钠 500g农残级1瓶	380
HZB-12A	制冰机15kg/天 1台	1200
KQ5200B	超声波清洗机 10L，40KHZ，200w，加热功率400W 1台	4780
N-1100D-WD	埃朗旋转蒸发仪 1套	17640
00517-20012	Welchrom Carb 250mg/3ml 50pk	1620
A502200	可视氮吹仪室温+5-150℃ 12位 1台	8300
MX-F	固定式混匀仪，含VT1.1标准头1台	620
86211	气相进样针1μl 1支	780

标准品货号	标准品名称	CAS号	规格	价格（元）
请咨询本公司	对硫磷	56-38-2	/	/
请咨询本公司	甲基对硫磷	298-00-0	/	/
C12700000	乐果	60-51-5	0.1g	555
请咨询本公司	氧化乐果	1113-02-6	/	/
C10010000	乙酰甲胺磷	30560-19-1	0.25g	870
请咨询本公司	久效磷	6923-22-4	/	/
C12210000	二嗪磷	333-41-5	0.25g	480
请咨询本公司	乙硫磷	563-12-2	/	/
请咨询本公司	马拉硫磷	121-75-5	/	/
请咨询本公司	杀扑磷	950-37-8	/	/
请咨询本公司	敌敌畏	62-73-7	/	/
C10010000	乙酰甲胺磷	30560-19-1	0.25g	870

第三法：拟除虫菊酯类农药残留量测定法-色谱法

1.方法简介

均质后的样品用石油醚-丙酮混合溶液超声提取，经无水硫酸钠脱水后减压浓缩，然后用月旭拟除虫菊酯专用柱净化，浓缩复溶后用石油醚定容供GC-ECD分析。

2.样品制备

1

精密称取1-2g均质后（过三号筛）的样品至100ml具塞锥形瓶中；

2

加石油醚-丙酮（4:1）溶液30ml，超声提取15min；

3

转移提取液，并对药材样品进行两次重复提取，合并提取液；

4

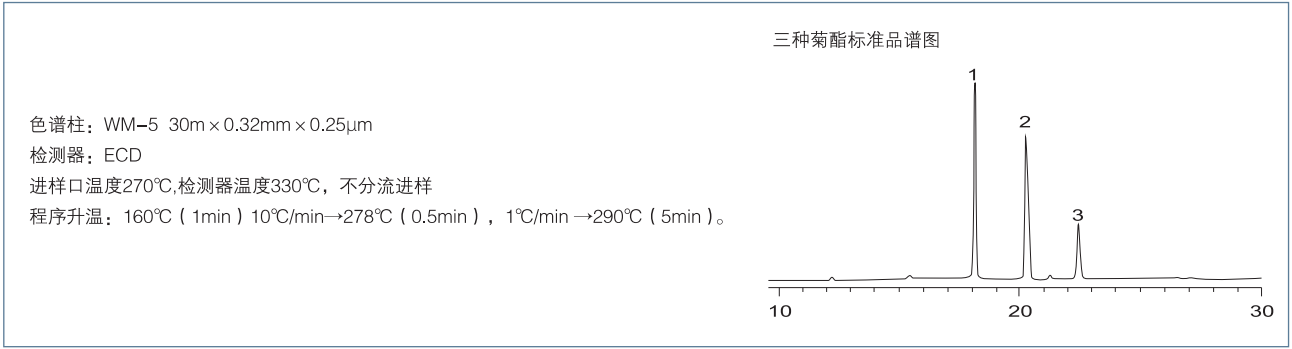
滤液经适量无水硫酸钠脱水后减压浓缩至近干；

5

用少量石油醚反复操作至丙酮除净，然后用5ml石油醚溶解；
拟除虫菊酯专用柱净化：
活化：用石油醚-乙醚（4:1）混合溶液20ml活化小柱，不收集；
上样：将5ml石油醚溶解液加到小柱上，收集流出液；
洗脱：用石油醚-乙醚（4:1）混合溶液90ml洗脱，收集洗脱液；
将样品流出液和洗脱液于40℃减压浓缩至近干；
再用石油醚4ml重复操作至乙醚除尽，用少量石油醚溶解并转移至5ml量瓶中，石油醚定容，摇匀，即得。

注：本实验中采用的石油醚沸程为60-90℃

3.色谱分析



4.相关产品

货号	产品描述	价格（元）
05902-32001	WM-5（30m×0.32mm×0.25μm）1支	3102
HR2014	多功能电动搅拌机大容量粉碎机 1台	880
MFS001	不锈钢筛子 355±13μm 50目 1只	80
JA2003	电子分析天平 1mg-200g 1台	4700
QH-10	100ml 玻璃具塞锥形瓶 1只	25
KQ5200B	超声波清洗机，10L，40KHZ 1台	4780
S112275-500g	无水硫酸钠 500g农残级 1瓶	380
N-1100D-WD	埃朗旋转蒸发仪通用型 1套	17640
00549-20041	Welchrom 菊酯类农药定制小柱 10g/60ml 10pk	840
86211	气相进样针 1μl 1支	780
C11890000	氯氰菊酯异构体混合物 CAS：52315-07-8 0.1g	550
C13630000	氰戊菊酯CAS：51630-58-1 0.25g	650
P-355N	溴氰菊酯CAS：52918-63-5 10mg	500

第四法农药多残留量测定法-质谱法

1.方法简介

均质后的样品用1%冰醋酸水溶液浸泡后加乙腈提取，然后加入盐析包使两项分层，离心后取上清液用QuEChERS净化管净化，浓缩定容后供气相色谱串联质谱或液相色谱串联质谱分析。

2.样品制备

1

精密称取供试品3g至50ml聚苯乙烯具塞离心管中；

2

加入1%冰醋酸溶液15ml，涡旋震荡浸泡30min；

3

精密加入15ml乙腈和100 μl内标溶液；

4

剧烈振荡提取5分钟

5

加入QuEChERS盐析包，剧烈震荡3min，冰浴中冷却10分钟；

6

4000rpm离心5min，取上清液9ml加入QuEChERS净化管剧烈振荡5min；

7

4000rpm离心5min，取上清液5ml40℃氮吹浓缩至约0.4ml，乙腈定容至1ml；

8

涡旋混匀后过0.22μm尼龙滤膜供仪器分析




3.相关产品

货号	产品描述	价格（元）
1.气相色谱-串联质谱法		
03904-22001	WM-5MS (30m × 0.25mm × 0.25μm) 1 支	5136
HR2014	多功能电动搅拌机大容量粉碎机 1 台	880
MFS001	不锈钢筛子 355 ± 13 μm 50 目 1 只	80
JA2003	电子分析天平 1mg-200g 1 台	4700
CFT011500	离心管 50ml 圆锥底 消毒 JET 25 支/包	44
A110250	多管涡旋混合仪 500-2500 rpm 1 台	10000
00528-00000	Welchrom QuEChERS AOAC 方法 萃取盐析包 100 包/盒	1522
MX-F	固定式混匀仪，含VT1.1 标准头 1 台	620
A110250	多管涡旋混合仪 500-2500 rpm 1 台	10000
HZB-12A	制冰机 15kg/天 1 台	1200
KQ5200B	超声波清洗机 10L, 40KHZ, 200w, 加热功率400W 1 台	4780
TDL-40B	低速台式大容量多管离心机 4000转/分 50ml*8 1台	11600
00581-20021	QuEChERS 定制净化管，50支/盒，15ml 净化管 (MgSO4 900mg, PSA 300mg, C18 300mg, 硅胶300mg ,Carb 90mg)	1800
KA-1000	安亭低速台式离心机 4000转/分 15ml × 8 1台	2000
711111330000	10ml 移液器 2-10ml 1 支	680
A502200	可视氮吹仪室温+5-150℃ 12 位 1 台	8300
00802-02101	Welchrom针式滤器 NY 13mm*0.22μm 100pk	140
2.液相色谱-串联质谱法		
00201-21023	XB-C18 150 × 3mm 3μm 1支	3100
F112034-100ml	甲酸色谱级，≥98% 100ml 1瓶	180
A100185-50g	甲酸铵色谱级，≥99.0% 50g 1瓶	880
00806-01001	月旭柱温箱 1 台	3800

技术参考

5.1 气相色谱柱的选择

在实际工作中，如果一个样品中的被分离组分有着足够的挥发性和热稳定性，那么分析时，应该首先选择气相色谱的分离模式。因为相对于液相色谱来说，气相色谱有着如下几个优点：柱效通常比液相色谱高一个数量级；分析速度快；重复性好；成本低。

如何正确选择毛细管柱

对于某种样品的分离问题，如何选择合适的毛细管色谱柱是一项非常重要的任务，这问题涉及到一系列的色谱柱选择原则问题，整体而言，这些选择原则是围绕以下三个要求进行：样品组分要有合适的保留值；组分间必须有足够的分离度；分析速度要快，分析时间短。

根据GC的基本原理和实际要求，需要从固定相、色谱柱内径、柱长和液膜厚度等几个主要影响因素来考虑。

5.1.1 固定相的选择

聚二甲基硅氧烷类的固定相具有很高的热稳定性，并且在 -60°C 到 350°C 的温度范围内均为液态，在气相色谱中得到广泛应用。当其他基团如 $-\text{CN}$ 基或者苯基取代硅氧烷的烷基时，所得到的固定相的极性就会改变，从而形成一系列极性和选择性的色谱柱。

聚乙二醇（PEG）是另一类应用广泛的极性固定相，其中，PEG 20M（分子量在2万左右）使用最多。聚乙二醇链的羟基与各种官能团发生化学反应，可以改变固定相的选择性，同时提高固定相的热稳定性。比如FFAP就是在PEG的末端连接了邻硝基对苯二甲酸，该固定相具有弱酸性，适合分离中性和偏酸性的化合物，而且该固定相的热稳定性提高到 250°C 。

选择固定相时，应考虑其选择性和极性。选择性是衡量固定相区分两种组分性质（化学或者物理）差异的能力，极性则取决于固定相的结构。各种的选择性如下图和表5.1，极性如表5.2。



表5.1 固定相的选择性

官能团	色散力	偶极力	氢键力
甲基	强	无	无
苯基	强	无或弱	弱
氰丙基	强	极强	中等
三氟丙基	强	中等	弱
聚乙二醇	强	强	中等

表5.2 固定相的极性

非极性				中等极性			强极性
WEL-1	WEL-5	WEL-35	WEL-17	WEL-1301	WEL-1701	WEL-225	WEL-WAX
WEL-101	WEL-52	WM-35	WEL-XE60	WEL-624	WM-1701	WM-225	WEL-PEG 20M
WEL-30	WEL-54		WM-17	WM-1301		WEL-930	WEL-INOWAX
WM-1	WM-5			WM-624			WEL-FFAP
WM-1MS	WM-5MS						WM-INOWAX
WEL-PONA							WM-FFAP

固定相的选择总结：

- (1) 非极性固定相比极性固定相的寿命更长，在分离度和分析时间满足要求的情况下，尽量选用极性小的固定相。
- (2) 通常选择极性与组分相近的固定相，但极性仅仅是影响分离的因素之一。
- (3) 如果不知道选择哪种固定相，也没有资料可以参考，可以先从WEL-1或者WEL-5开始测试。

5.1.2 色谱柱的内径

色谱柱的内径是影响柱效、保留、柱压和柱容量的重要因素。

柱效 (N/m) 与色谱柱的内径成反比关系。而分离度是柱效的平方根函数，理论上说，柱效加倍，分离度增大至原来的1.41倍。所以要想实现高柱效和分离度时，需使用直径较小的色谱柱。

保持恒定的温度条件下，色谱柱的内径越小，组分的保留越小。

色谱柱的柱头压力对色谱柱内径的变化很敏感，大约是色谱柱内径的负二次方函数。随着色谱柱内径的减小，色谱柱的柱头压力急剧增加。

一般情况下，色谱柱直径增大，色谱柱容量随之增大。各种色谱柱的典型柱容量如表5.3。

表5.3 色谱柱容量 (ng)

膜厚 (μm)	色谱柱内径 (mm)			
	0.18-0.20	0.25	0.32	0.53
0.10	20-35	25-50	35-75	50-100
0.25	35-75	50-100	75-125	100-250
0.50	75-150	100-200	125-250	250-500
1.00	150-250	200-300	250-500	500-1000
3.00		400-600	500-800	1000-2000
5.00		1000-1500	1200-2000	2000-3000

色谱柱内径的选择总结：

- (1) 对于0.18-0.25mm内径的色谱柱，具有较高的柱效。内径较小的色谱柱，柱容量较小，色谱柱柱头压较大。
- (2) 对于0.32mm内径的色谱柱，具有较大的样品容量。对于大体积进样或不分流进样较早流出的组分有更好的分离度。
- (3) 0.45mm内径的色谱柱，对于高载气流速的情况（如吹扫捕集、顶空进样器和阀进样应用），尤其适用。
- (4) 0.53mm内径的色谱柱，适用于配备大口径直接进样器时使用。它巧妙地兼顾了样品容量、柱效以及普通注射针柱上进样等优点，正在越来越多地替代填充柱。

5.1.3 柱长的选择

柱效 (N/m) 与柱长成正比关系。而分离度是柱效的平方根函数，理论上说，柱长加倍，分离度增大至原来的1.41倍。但是随着柱长的增加，分析时间延长，色谱柱的流失也会增加。加上色谱柱的成本随着柱长的加倍而加倍，因此提高柱效时，增加柱长是最后考虑的方法。

- (1) 25-30m长的色谱柱比较常用，一般情况下可以选用。
- (2) 10-15m长的色谱柱，特别适用于分离含较少组分或含易分离组分的样品。
- (3) 50-60m长的色谱柱，适用于分离含有多种组分的复杂样品。

5.1.4 色谱柱膜厚的选择

- (1) 对于内径0.18-0.32mm的色谱柱，膜厚为0.18-0.25μm时，适用于大多数分析。
- (2) 对于内径0.45-0.53mm的色谱柱，膜厚为0.8-1.5μm时，适用于大多数分析。
- (3) 厚膜色谱柱适用于分离挥发性组分。
- (4) 薄膜色谱柱适用于分析高分子量、高沸点组分。

5.2 毛细管色谱柱安装

色谱柱安装的好坏，直接影响分析的效果和色谱柱的使用寿命，所以将色谱柱准确无误地与进样口、检测器连接至关重要。毛细管色谱柱的安装步骤如下：

(1) 安装前准备工作

检查载气和气体过滤器，保证辅助气和检测器用气的通畅；检查色谱柱是否有损坏或者断裂；检查进样口，根据需要对进样垫和进样口衬管清洗或者更换。

(2) 切割色谱柱

将螺母和卡套装在毛细管柱的一端，然后将毛细管柱端口切平。

毛细管柱的切割：首先用手指顶住毛细管柱所需切割的部位，用相应的切割工具在毛细管外壁上划上标记；然后两手捏住距离标记1-2cm处的柱身，同时向外拉并弯折柱身；最后使用放大镜检查，以确保切割后的端口和管壁成直角，没有毛边或者残留的碎屑。

(3) 将色谱柱与进样口连接

通常情况下，色谱柱的顶端应该位于进样口衬管的中下部，较为理想的状态就是，当进样针穿过隔垫插入进样口后，针尖和色谱柱顶端的距离为1-2cm。

连接螺母的安装：色谱柱嵌入进样口之后，用手将连接螺母拧上，用手拧不动时，再用扳手1/4-1/2圈，保证安装的密封性。

(4) 接通载气

色谱柱和进样口连接好后，需接通载气，然后通过调节柱前压力获得适合的载气流速。柱前压与柱长、柱内径的关系如表5.4。

表5.4 色谱柱近似的柱前压 (Psig)

膜厚 (μm)	色谱柱内径 (mm)		
	0.25	0.32	0.53
15m	8-12	5-10	1-2
20/30m	15-25	10-20	2-4
50/60m	30-45	20-30	4-8
75m			5-10
105m			7-15

将色谱柱的另一端插入装有己烷的样品瓶中，载气接通后，瓶中出现稳定持续的起泡，说明连接正常，否则需重新检查载气装置、流量控制装置以及气路气密性。待问题解决后，从样品瓶中取出色谱柱，擦拭至色谱柱端口没有溶剂残留，准备下一步的安装。

注意事项：氢气作为载气时，一定要注意安全。当氢气在空气中的含量达到4%-10%时，就存在爆炸的危险，要加快气体的扩散。

(5) 色谱柱与检测器连接

色谱柱与检测器的连接，与步骤(3)大致相同。

注意事项：当检测器是ECD或者NPD时，为了使检测器能够在更短的时间内达到稳定，老化色谱柱时，先不要将其与检测器连接。

(6) 气体检漏

在色谱柱加热前，必须对气相系统进行检漏。电子检漏计，是对进样口和检测器进行载气检漏时，最为方便快捷的方法之一。

注意事项：对进样口和检测器进行载气检漏时，最好不要用Snoop等肥皂泡，以免其对系统造成污染或者损坏。

(7) 确定载气流量，对色谱柱安装进行检查

色谱柱安装后，进行载气流量的调节，或者通过分析非保留化合物的样品谱图，来验证进样口和检测器的安装是否正确。常见的非保留化合物如表5.5。

表5.5 常见的非保留化合物

检测器	化合物
FID	甲烷、丁烷
TCD	甲烷、丁烷、氩气、空气
ECD	二氯甲烷、SF ₆ 、CF ₂ Cl ₂
NPD	乙腈
PID	乙烯、乙炔
MS	甲烷、丁烷、氩气、空气

(8) 色谱柱的老化和测试

- 将柱温箱的温度设置为最高使用温度，或者高于最高分析温度20℃（以低者为准），在该温度下将色谱柱老化2-3小时。
- 正常情况下，初始阶段，基线呈持续上升趋势；到达老化温度后5-10min，基线开始下降，大概持续30-90min；最后基线稳定下来。
- 再次通过非保留物质样品进行测试，来确认载气的流速。

5.3 气相柱故障排除

5.3.1 气相柱性能下降的原因

(1) 色谱柱断裂

对于气相毛细管柱来说，聚酰亚胺涂层对易断而具有弹性的熔融石英管起保护作用，色谱柱很少发生自然断裂。平时需要注意避免色谱柱的标牌、柱温箱中的金属边缘以及其他有锋利边缘的物品划伤聚酰亚胺涂层，导致色谱柱断裂的现象。另外，与内径0.18-0.32mm的柱管相比，0.45-0.53mm的柱管更容易发生断裂。

(2) 热损坏

当分析温度高于色谱柱的最高使用温度，固定相和柱管内表面都会受到损坏，从而造成柱流失、柱效降低、峰型变差。热损坏是一个缓慢的过程，超出色谱柱温度上限操作较长的时间才会发生明显的损坏。但是有高浓度氧气的存在下，色谱柱的过热会造成色谱柱快速而永久性的损坏。

建议将柱温箱温度最大值设定为色谱柱的温度上限或者稍高于该温度上限，以避免色谱柱意外的过热。如果色谱柱发生了热损坏，可以将检测器端截掉10cm左右，老化，进行柱效测试，通常情况色谱柱不能完全恢复原来的性能，但可能仍然可以使用。热损坏之后的色谱柱寿命将缩短。

(3) 氧损坏

对大多数毛细管柱，氧气是一种有害物。在氧气存在的条件下，随着色谱柱温度的升高，固定相发生很快的降解，造成柱流失、柱效降低、峰型变差。与上述色谱柱热损坏对比，当发现色谱柱氧损害时，色谱柱已经受到了严重的损坏。特别对于极性毛细管柱，可造成色谱柱严重损坏的温度和氧气浓度都很低。

持续与氧气接触会发生氧损坏，短暂与氧气接触，比如一次空气进样是不会有问题的。

载气的纯度或载气流路的泄露是氧气暴露的源头，所以保持系统无氧和无泄漏是防止色谱柱氧损坏的最佳选择。建议定期对气路检漏、使用高纯载气、定期更换氧气捕集阱以及及时更换气体钢瓶。

(4) 化学损坏

对色谱柱产生化学损坏的化合物主要是无机或矿物酸和矿物碱。酸包括盐酸（HCl）、硫酸（H₂SO₄）、硝酸（HNO₃）、磷酸（H₃PO₄）和铬酸（CrO₃）。碱包括氢氧化钾（KOH）、氢氧化钠（NaOH）和氢氧化铵（NH₄OH）。这类物质的挥发性不高，容易残留在色谱柱的前端，不及时清除的话，它们会损坏固定相，导致柱流失、柱效降低、峰型变差。其中，盐酸和氢氧化铵对固定相的损害最小。这两种物质对色谱柱的损坏往往伴随着水的存在。这两种损坏常常随着样品中存在的水而出现。如果在一定的条件下，色谱柱对水很少保留或不保留，HCl和NH₄OH在色谱柱中的滞留时间就会很短，对色谱柱的损坏就会减弱。

已经报道的对色谱柱产生化学损坏的有机化合物只有全氟酸这类化合物，包括三氟乙酸、五氟丙酸和七氟丁酸。这类物质的浓度达到1%或者更高才会对色谱柱固定相产生损坏。大多数问题出现在不分流或大口径色谱柱直接进样。

化学损坏常局限于色谱柱前端，将色谱柱前端截掉0.5-1m，往往能消除色谱问题。在更严重的情况下，可能需要截掉更长的色谱柱。使用预柱或者保留间隙管可以最大程度的减小色谱柱的化学损坏，不过需要定期更换预柱。

(5) 色谱柱被污染

色谱柱污染也是气相分析中经常遇到的问题。色谱柱的污染物分为两类：非挥发物和半挥发物。非挥发物残留在色谱柱中，分布在色谱柱内表面，影响组分在固定相中的分配，另外，非挥发物也会和活性组分（包含羟基、氨基、巯基或者醛基的化合物）相互作用，导致活性组分峰型拖尾，响应者下降。半挥发性污染物也会在色谱中积聚，造成峰型、响应强度和基线问题。

色谱柱污染来源有很多种，样品是最常见最直接的来源。如生物体液、土壤、废水和地下水，都含有大量的不挥发和半挥发成分。柱上进样、不分流进样或者大口径直接进样，样品中的半挥发物和不挥发物更容易累积在柱子中，导致色谱柱污染。

完全彻底的样品净化是防止污染的最好方法，使用保护柱或保护间隙管通常会降低污染的程度。

5.3.2 故障排除指南

问题1：拖尾峰及解决方法

1. 进样器衬管污染：清洗衬管，或将柱进气端去掉1~2圈使用；
2. 柱或进样器温度太低：升温（不超过最高温度）；
3. 进样量太大导致过载：调一下尾吹流量和分流比；
4. 两个化合物共洗脱：减小柱温升高速率，提高分离度；提高灵敏度，减少进样量；
5. 柱损坏：更换色谱柱；
6. 柱污染：从柱进口端去掉1~2圈，再重新安装；如果不行，需要老化柱子；再者，用溶剂清洗色谱柱，但该方法只适用于键合交联固定相；
7. 溶剂相极性不匹配：较早流出的峰或者靠近溶剂前沿的峰更容易发生拖尾，改变样品溶剂。

问题2：前沿峰及解决方法

1. 进样体积（注意是进样体积）超载：减小进样体积；
2. 两个化合物共洗脱：减小柱温升高速率，提高分离度；提高灵敏度，减少进样量；
3. 样品分解：降低进样口温度，采用失活处理的衬管；
4. 样品冷凝：有必要可以提高进样口温度和柱温。

问题3：不出峰及解决方法

1. 进样针漏气或者堵塞：清洗或更换进样针；
2. 进样垫漏气：更换进样垫；
3. 进样口温度太低：提高进样口温度，保证样品完全气化；
4. 柱温太低：提高柱温，避免样品在柱中冷凝；
5. 自动进样时，样品中的样品量不足，样品针不能吸取样品：通常情况下，样品量应在0.8–1.2ml；
6. 色谱柱与进样口、色谱柱与检测器的连接处堵塞或者漏气：检漏，如有必要重新安装；
7. 如果是FID检测器，可能是火焰熄灭，或者极化电压没有加上：检查并重新点火；
8. 记录仪线路接错或损坏：检查线路或者更换记录仪。

问题4：基线不稳及解决办法

1. 载气不足：检查载气压力，如低于500psi，及时更换气瓶；
2. 载气纯度不够或气路污染：更换气瓶，或使用气体净化装置；
3. 载气的流速不在仪器的限定范围之内：测量流速，并根据仪器使用手册进行调整；
4. 进样器或者检测器污染：清洗；
5. 进样垫泄露：更换进样垫；
6. 衬管污染：清洗衬管，更换石英棉；
7. 色谱柱流失或污染：更换衬管；或将色谱柱进口端截去1–2圈；或老化处理。

问题5：基线噪音过大及解决办法

1. 进样器或者检测器污染：清洗进样器，更换衬管和进样垫；清洗检测器；
2. 载气纯度不够或污染：使用高纯度气体；检查气体净化器是否出现过期或者漏气；
3. 载气流速不合适：将气体流速调整为推荐值；
4. 检测器有泄露：检查，排除泄露；
5. 进样垫降解：更换进样垫。

问题6：峰展宽及解决办法

1. 进样技术：采用快速平稳的进样技术；
2. 载气流速：采用推荐的载气流速；
3. 样品浓度大：降低样品浓度；
4. 样品溶剂影响：当采用ECD检测器时，不能采用二氯甲烷等溶剂；
5. 色谱柱被污染：把色谱柱前端切去1–2圈。

问题7：保留时间波动及解决办法

1. 载气流速改变：检查载气流速；
2. 柱温改变：检查色谱柱温度；
3. 色谱柱规格改变：检查色谱柱规格型号的一致性；
4. 进样器泄露：检漏；
5. 进样隔垫泄露：更换隔垫；
6. 气路堵塞：清洗或更换气路管线。

问题8：分裂峰及解决办法

1. 混合的样品溶剂：将样品溶剂更改为单一溶剂；
2. 色谱柱安装不正确：重新安装色谱柱；
3. 进样针污染：清洗进样针；
4. 样品在进样器中降解：降低进样器温度，保证样品气化但不能发生分解。

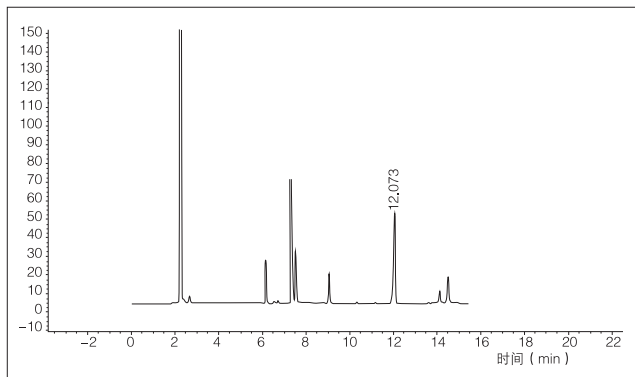
5.3.3 故障排除案例分析

一般故障排除需要几个步骤：确认问题，收集信息，思考计划，测试，修理，记录。

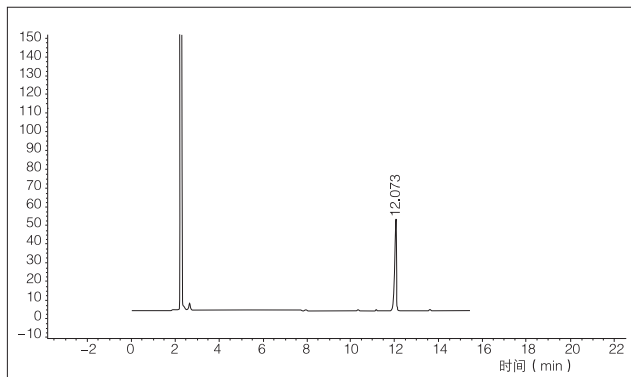
一、鬼峰

(1) 确认问题:

问题谱图



参考谱图



✕ 有鬼峰

✕ 第二次进样结果相同

(2) 收集信息

- 系统EPC，手动进样，S/SL进样口，FID
- 所有操作参数正确
- 没有其他现象
- 用另一台气相FID，使用同一气源，同一支色谱柱做同一批样品没有问题
- 仪器近期没有做过维护

(3) 思考计划

鬼峰可能来源：样品、溶剂、进样针、气体钢瓶、气体净化管、气路管线、进样口、色谱柱、检测器；

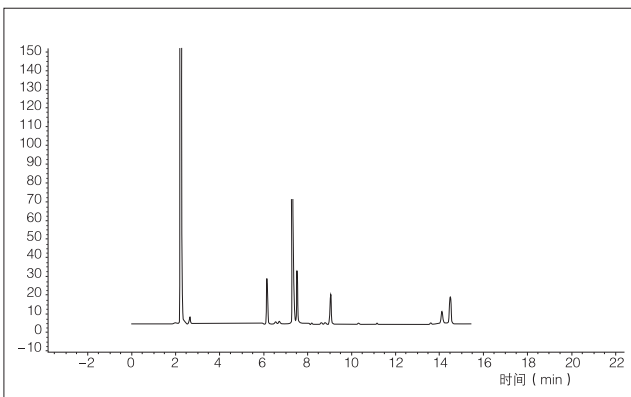
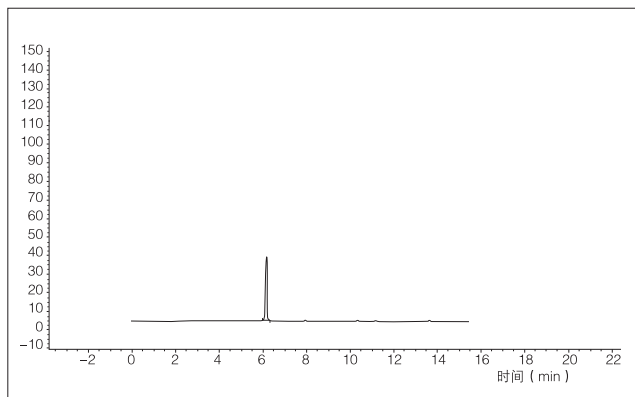
用另一台气相FID，同一支色谱柱做同一批样品没有问题，排除溶剂、样品、气体钢瓶、气体净化管、气路管线、色谱柱的问题；

下边实验需进一步排查进样针、进样口、检测器污染问题；

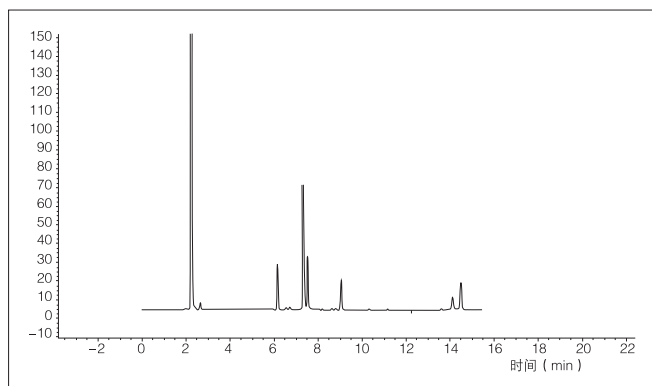
(4) 测试结果

- 空白运行（不进样）：有鬼峰，污染最有可能受改变温度影响的区域——进样口、检测器；

- 溶剂空白（只进溶剂）：有鬼峰，意味着污染可能在溶剂通过的区域或者溶剂本身——进样针、进样口、检测器；



- 更换进样针并进行溶剂空白：有鬼峰，意味着污染可能在溶剂通过的区域或者溶剂本身，但不是来源于进样针——进样口、检测器



总结：经排查，剩下进样口和检测器两个区域

(5) 修理

- 进样口维护：更换进样隔垫、更换衬管和石英棉；
- 检测器维护：清洗喷嘴。

(6) 记录

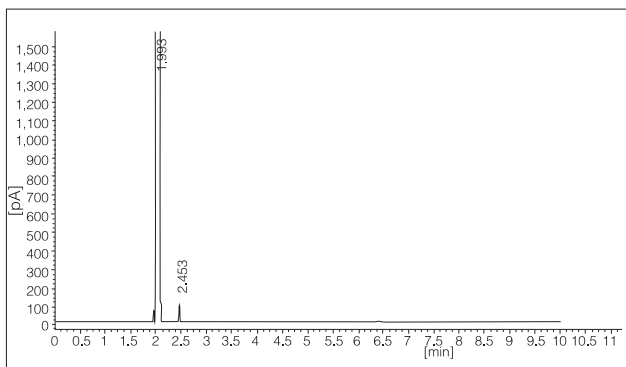
- 系统性能恢复到参考条件

二、不出峰

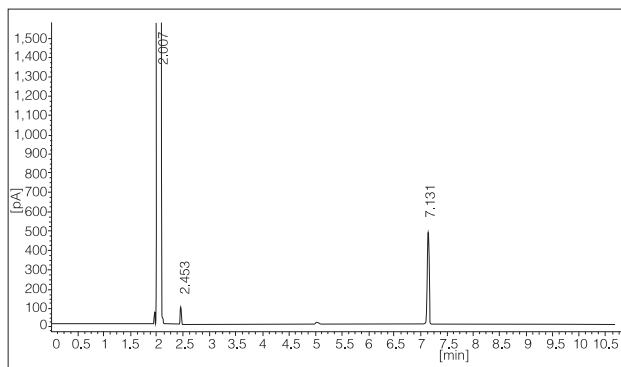
不出峰的原因通常有采集错误信号，进样针，柱子安装问题，FID没点火，检测器灵敏度

(1) 只有溶剂峰

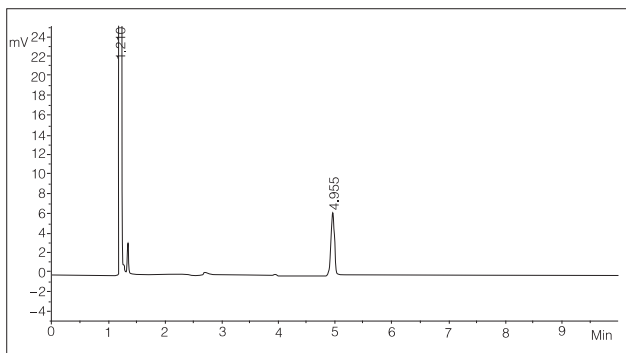
问题谱图



升高柱温谱图



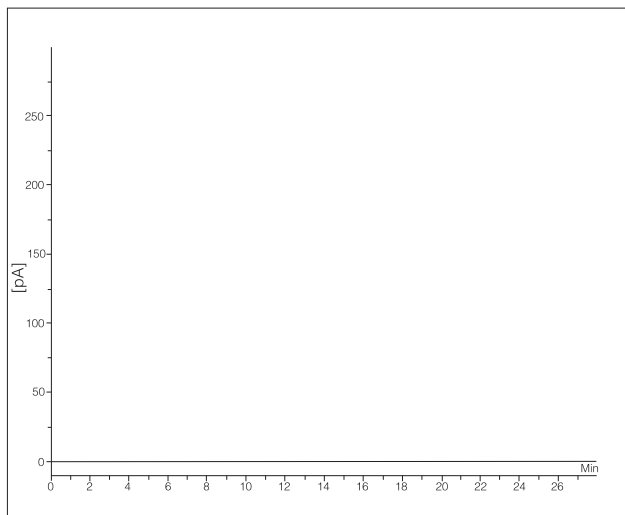
增大柱前压（另一台气相色谱仪）谱图



总结：不出峰原因，工作站设置采集时间不够

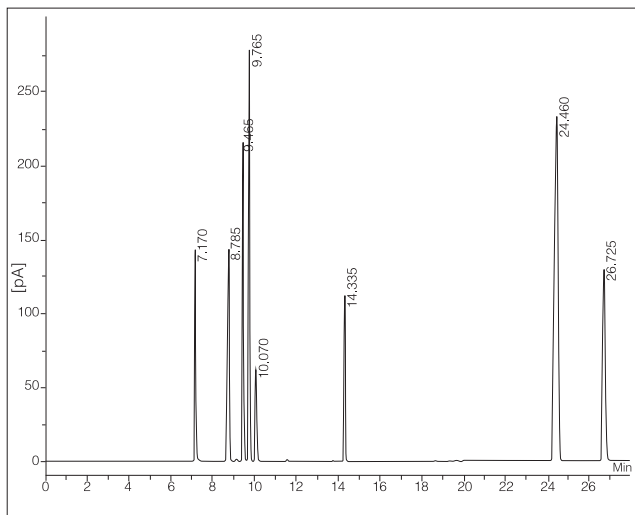
(2) 水做溶剂 (FID检测器)

问题谱图



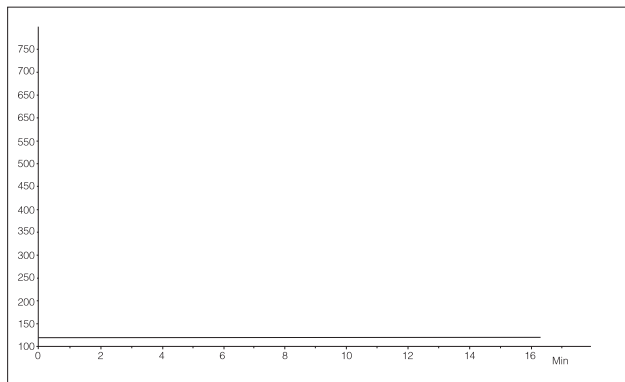
总结：不出峰原因，气相色谱仪检测器灵敏度达不到检测要求

增大样品浓度谱图



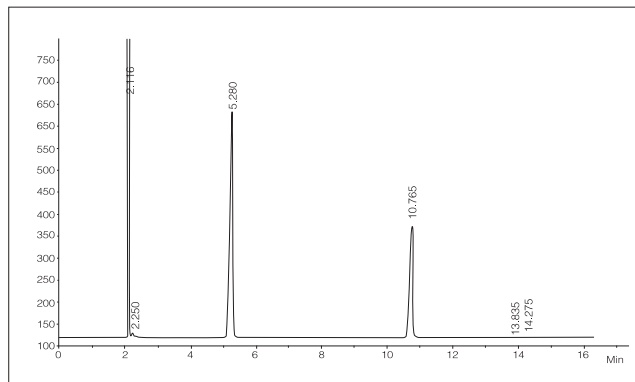
(3) 溶剂峰也没有

问题谱图



总结：不出峰原因，柱子没有安装到位，柱子和进样口或者检测器连接处有漏气。

重新安装柱子谱图



月旭科技（上海）股份有限公司

地址：上海市松江区明南路85号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园10号楼

邮编：201203

网址：<http://www.welchmat.com>

客服电话：400-810-6969

传真：021-50276769



心服务，新起点，致极限