

表 2

核桃中六六六, 滴滴涕测得结果

组 分	α -666	γ -666	β -666	δ -666	pp'-DDE	op'-DDT	pp'-DDD	pp'-DDT
本底含量 (ppb)	72.3	15.4	20.7	3.51	7.67	10.4	10.0	12.8
21次测定平均值 (ppb)	69.2	14.6	19.1	3.37	7.63	11.6	10.0	13.7
相对标准偏差 (%)	3.2	4.4	5.3	6.8	6.0	4.8	4.2	5.5

定了回收率、六六六、滴滴涕各异构体标准加入量在 12~120ppb 之间, 其回收率经测定在 90~110% 之间, 说明方法准确度也很好。制得色谱柱进样 1200 余次, 柱效仍然不变。

柱温, 139℃; 汽化, 250℃; 柱前压力, 1.40 公斤/厘米²; 载气(N₂), 23 毫升/分, H₂, 50 毫升/分, 空气, 500 毫升/分, 记录仪 5 毫伏, 纸速 10×30, 一档。

参 考 文 献

- (1) J. F. Thompson et al., J. Ass. Off. Anal. Chem., 52, 1263 (1969).
- (2) 吴烈钧、徐秀芝, 分析化学, 8(5), 393 (1980).
- (3) 上海商检局, 茶叶中六六六、滴滴涕测定方法, 1980年。

(收稿日期: 1984年9月12日)

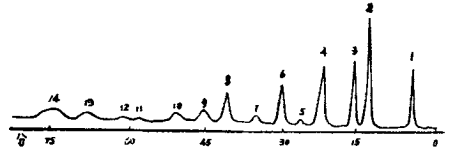


图 1 甲苯经过氯化产物分析色谱图

1. 甲苯, 2. 邻氯甲苯, 3. 对氯甲苯, 4, 5, 6, 7. 未知物, 8. 邻-氯甲苯, 9. 未知物, 10. 邻-二氯苯, 11, 12, 13, 14. 未知物。

氯甲苯异构体及其中间产物的气相色谱分析

金秀芬

(上海染料化工七厂)

(2) 对氯甲苯, 邻氯甲苯产品分离条件
柱温 90℃, 汽化 250℃, 载气(N₂) 27 毫升/分, H₂ 50 毫升/分, 空气 500 毫升/分, 柱前压力 1.40 公斤/厘米², 记录仪 5 毫伏, 纸速 10×30, 一档。

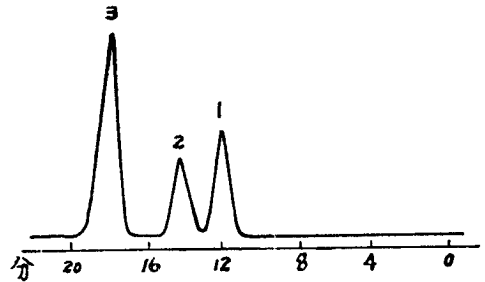


图 2 氯甲苯异构体色谱图

1. 邻氯甲苯, 2. 间氯甲苯, 3. 对氯甲苯

甲苯通氯气, 经过反应生成混合氯甲苯, 其中对氯甲苯约 70~35%, 邻氯甲苯约 50~60%, 间氯甲苯少量, 以及未反应甲苯约为 10~20%, 和 2~3% 多氯化物, 通过分离得到纯度 ≥ 96% 对氯甲苯, ≥ 98% 邻氯甲苯。由于氯化液组分复杂, 故采用一般分离异构体固定相得不到满足, 我们采用了国产固定液混合液, 它具有特效分离能力, 对氯甲苯异构体及一些多氯化物分离较好。

仪器 上海分析仪器厂 102 型或 100 型气相层析仪, 氢焰检测器。

试剂 苯: 分析纯; 甲苯: 分析纯; 邻氯甲苯: 化学纯(经提纯); 间氯甲苯: 实验试剂(经提纯); 对氯甲苯: 化学纯(经提纯); 邻-氯甲苯: 自制备; 邻-二氯甲苯: 自制备。

实验条件 层析柱, 蛇形玻璃柱, 直径 3 毫米, 柱长 3 米; 固定相比: 混合液: 301 釉化担体 = 15:85 (重量比)。

(1) 中间产物(氯化液)分离条件:

表 1 样品分析结果

样品名称	样品组成 (%)				
	甲 苯	邻氯甲苯	间氯甲苯	对氯甲苯	多氯化物
中间产物	15.7	51.00	微量	31.09	2.74
邻氯甲苯	—	98.65	—	0.35	—
对氯甲苯	—	0.93	1.92	97.15	—

定量方法 样品直接进样分析, 采用面积归一化法, 配制标准样品测定相对 f_i 值。

在实验过程中的中间产物样品, 由于甲苯与氯甲苯组分变化很大, 故我们在分析过程中经常要选

择仪器的不同的灵敏度，所以对仪器的各点灵敏度用标准样品进行校正。

结论 采用国产混合液晶分析氯甲苯异构体，不但分离效率高，稳定性好，而且由于它的晶相温度范围大，所以我们在实际使用中，分析氯化液中间产物时由于样品中含有高沸点物质，就采取提高柱温，在分析产品时将柱温降低，我们经过三年多的实际应用，效果良好，这样既可一柱二用，又可节省一台色谱仪，解决了仪器不足困难。

(收稿日期：1933年10月)

三角形层析法是一种分离效果较好的层析方式

陆云福

(浙江省台州地区公安处)

薄层层析中，如何缩短层析时间，改善 R_f 值较大化合物的分离效果，减少层析过程中的斑点扩散，提高检出灵敏度等问题，是薄层层析中急待解决的。

近来，我们针对薄层层析工作中存在的上述问题，采用三角形层析法进行实验。结果表明：三角形层析法方法简单，能缩短层析时间，提高检出灵敏度，特别对 R_f 值大而 R_f 值又相近的某些物质，可改善分离效果，如镇静药的太尔登与氯丙嗪，有机磷农药甲基1605和马拉松，在通常层析条件下分离效果不太理想(1)，应用三角形层析法，则获得较好的分离效果。

(一) 操作步骤

取普通18.5厘米×18.5厘米层析硅胶板，用针状工具将板划成等腰三角形(如图)，在三角形底边的中点或靠近中点的位置上，按常规分别点入太尔登和氯丙嗪，甲基1605和马拉松样品，同时，在普通层析板上点入相同的样品量。将这两块板放在不饱和箱中展开，取出显色作实验对照。

(二) 实验结果

结果由图1、2可知，三角形层析法较普通层析法在相同的实验条件下，具有以下优点：在相同

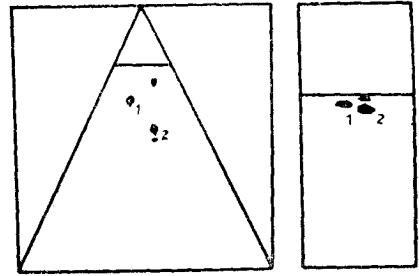


图1 甲基1605、马拉松层析谱图

1. 甲基1605, 2. 马拉松。展开剂：苯：石油醚：丙酮=7:2:1；显色剂：醋酸—溴酚兰。

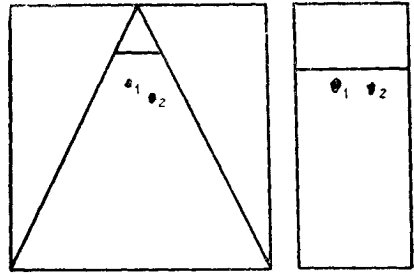


图2 太尔登、氯丙嗪层析图

1. 太尔登, 2. 氯丙嗪。展开剂：苯：环己烷：乙胺=15:75:20；显色剂：三氯化铁—硫酸。

的展开时间内，展开前沿升高，缩短了展开时间，改善了分离效果， R_f 值不同程度地减小，但样品间 R_f 值的差值增加，由于斑点集中，提高了检出灵敏度。

(三) 讨论

两种或两种以上组合的混合展开剂，其中一种溶剂的沸点要低些，溶剂间沸点的差值较大，较普通层析法改变层析板上展开剂的极性，造成在不同部位展开剂的浓度梯度；三角形层析法主要适用于普通层析法分离 R_f 值较大而 R_f 值又近似的两种物质；三角形层析法两底角的角度大小，影响着层析时间的长短，底角随角度由大到小，层析时间则逐渐缩短；该展开法点样量较普通层析法少，太多引起斑点拖尾；在同块板上点样种类不能太多，一般情况下，以2至3个样品为好。

参考文献

- (1) 公安部人民警察干部学校编，《刑事毒物分析》，北京群众出版社，1979年，112页，181页。

(收稿日期：1934年10月22日)