

烃的校正因子。

3. 采用分析脂肪醇时测定的正构醇的校正因子, 作为脂肪叔胺中正构醇的校正因子。

4. 仲醇的校正因子取相同碳数的正构醇的校正因子。

5. 未能定性的组分归为杂质, 二种样品的杂质总面积的含量约5%左右。取已知组分的平均校正因子作为杂质的校正因子。

6. 用归一化法计算得到各组分的重量百分浓度, 认定所有杂质为一个组分, 其总面积作为该“组分”的面积。

**致谢:** 本工作的质谱部分得到了朱大模同志的帮助, 谨致谢意。

### 参 考 文 献

- (1) 大连企业标准, 《脂肪叔胺》, 辽大Q11-85。  
 (2) Р. В. Галовня и др., Ж. Анал. Хим., 24, 1406

(1974).

- (3) Р. В. Галовня и др., Ж. Анал. Хим., 25, 2241(1975).  
 (4) Р. В. Галовня и др., Ж. Анал. Хим., 26, 764(1976).  
 (5) Р. В. Галовня и др., Ж. Анал. Хим., 35, 1976(1980).

*Analysis of C<sub>11</sub>-C<sub>13</sub>, C<sub>18</sub>-C<sub>19</sub> Industrial Fatty Tertiary Amines by Capillary GC* Luo Chunrong, Lin Bingcheng, Li Haohun and Lu Peichang, Dalian Institute of Chemical Physics, Academia Sinica Dalian Chromatographic R & D Centre of China; Sun Xuemei and Xu Zhenbang, Dalian Fatty and Oil Chemistry Factory

As important raw materials in fine chemical industry, fatty tertiary amines are always used to produce many kind of cationic surfactants. In order to establish analytical methods of total components in fatty tertiary amine, the products were separated with a 32m×0.25mm methylvinyl-silicone rubber cross-linked capillary column. Both GC and GC/MS were used for quantitative and qualitative analysis. Meanwhile, the response values of many components on FID were also taken into account. In this way the qualitative and quantitative results of more than 95 percent of the total components were obtained.

## 气相色谱最优化分离多种有机磷农药

王琴孙 陈端美

(南开大学元素有机化学研究所, 天津)

### 引 言

多种有机磷农药的色谱分离, 一直是农药残留分析的重要方面, 我们利用气相色谱FPD检测器, 根据 R. J. Laub 等<sup>(1-3)</sup>提出的气相色谱窗图最优化方法, 选择较好的窗图, 对12种有机磷农药进行了分离, 发现当用86%的4% DC-200Chromosorb W. HP 100-120 目加14%的4%QF-1 Chromosorb W. HP 100-120 目的固定相机械混合时, 对12种有机磷农药的难分离物质对, 可提高其分离度或达到完全分离。

### 实 验 部 分

(一) 仪器: 岛津 GC-9A 气相色谱仪, FPD检测器,

CR-2A(x) 数据处理机。

(二) 气相色谱操作条件: 选用色谱柱为长 2.1 m 玻璃柱, 柱内径 3.2 mm, 汽化温度 230℃, 色谱柱温度 220℃, 检测器温度 230℃, 空气流量 180ml/min, 氢气流量 78 ml/min, 氮气流量 75ml/min。

(三) 窗图法最优化实验:

(1) 在4% DC-200Chromosorb W.

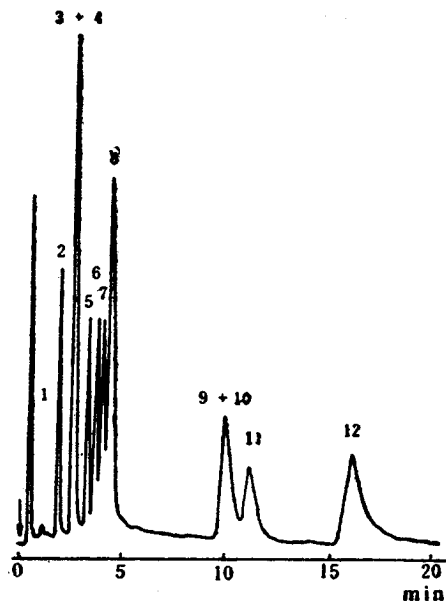


图 1 4%DC-200色谱柱(I)上12种有机磷农药色谱分离图

农药成分: 1. 速灭磷; 2. 蔬果磷; 3. 乐果;  
4. 二嗪农; 5. 甲基对硫磷; 6. 皮蝇磷;  
7. 马拉松; 8. 对硫磷; 9. 三硫磷(氧类  
似物); 10. 乙硫磷; 11. 三硫磷; 12. 苯硫磷.

HP 100—120目色谱柱(I)上测定12种有机磷农药的保留时间及其色谱分离图(见图1)。

(2) 在4% QF-1 Chromosorb W. HP. 100—120目色谱柱(II)上测定12种有机磷农药的保留时间及其色谱分离图(见图2)。

(3) 根据所作窗图选出在86%的4% DC-200的色谱柱(I)加14%的4% QF-1色谱柱(II), 把它们机械混合得色谱柱(III), 测定了12种有机磷农药的保留时间及其色谱分离图(见图3)。

### 结果与讨论

(一) 自图1与图2, 根据改进的窗图最优化方法<sup>(2)</sup>, 则可直接用保留时间求出各溶质于相对保留时间的各 $\alpha^0$ 值; 使其对二元固定相的不同百分重量配比  $W_A$ 作线性图(见图4)。

由图4中标出各难分离物质对在不同

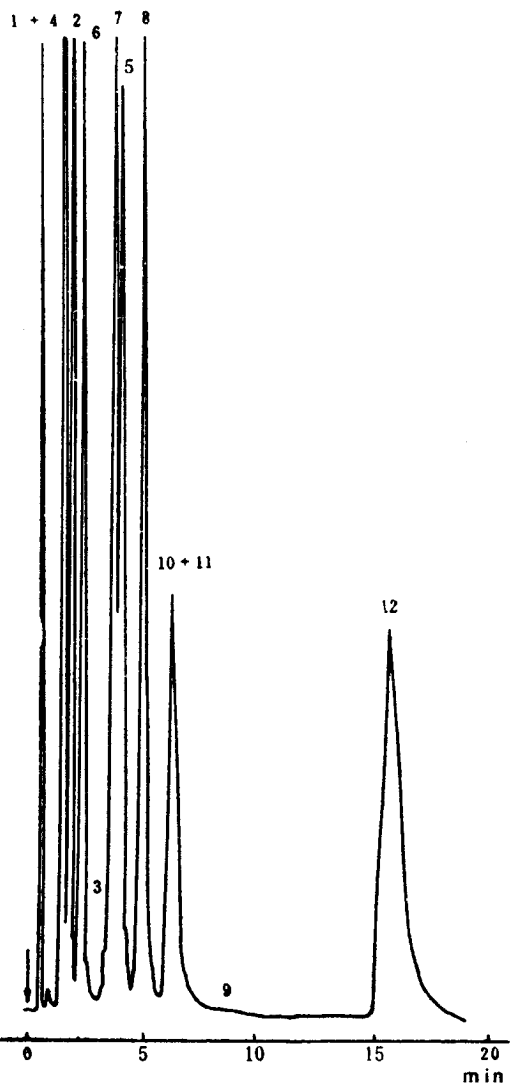


图 2 4%QF-1色谱柱(II)上12种有机磷农药色谱分离图

$W_A$ 时的各 $\alpha$ 值作图, 由每二条曲线的交点, 即可得窗图(见图5)。

(二) 由窗图得到:

(a) 86%的4% DC-200加14%的4% QF-1 Chromosorb W. HP.

(b) 53%的4% DC-200加47%的4% QF-1 Chromosorb W. HP.

这二种混合配比的固定相全可选为最优化条件, 我们采用(a)的配比即色谱柱(III)为最佳分离条件, 从计算结果看出难分离物质对可达到完全分离或提高其分离度, 结果列于下表:

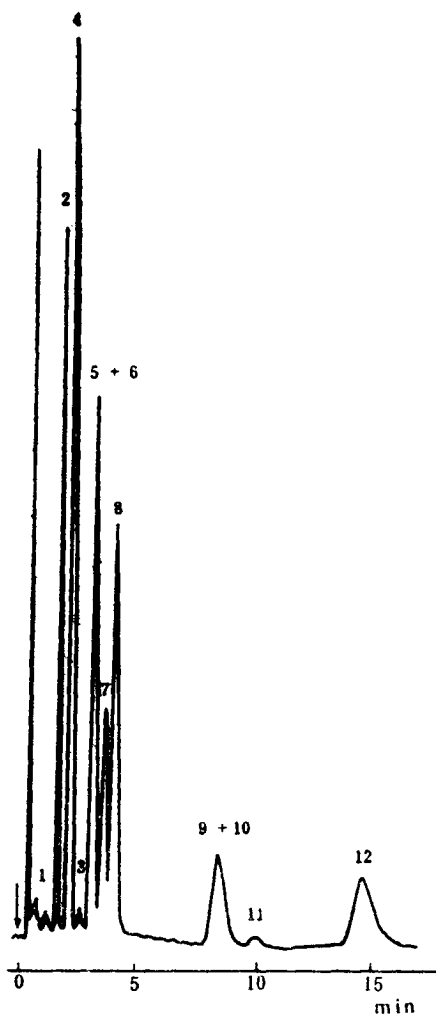


图3 86%的4%DC-200+14%的4% QF-1 色谱柱(Ⅱ)上的12种有机磷农药的色谱分离图

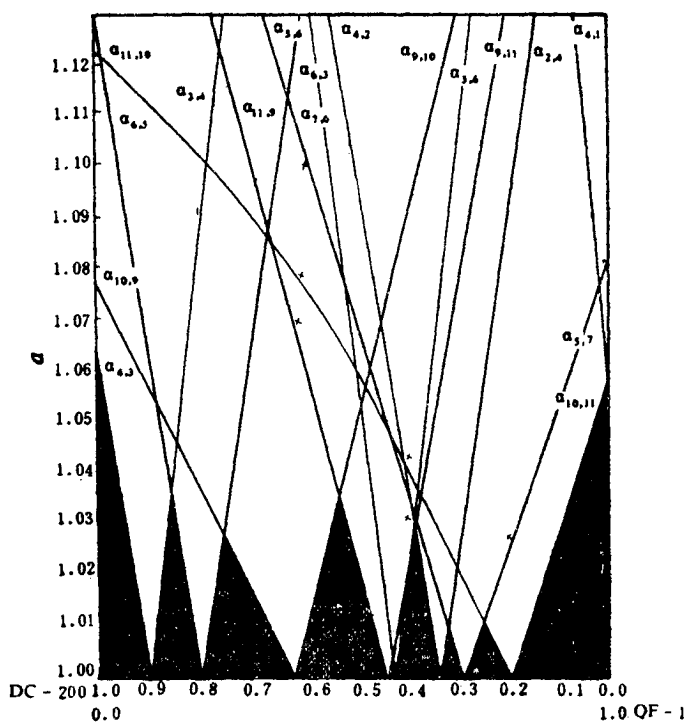
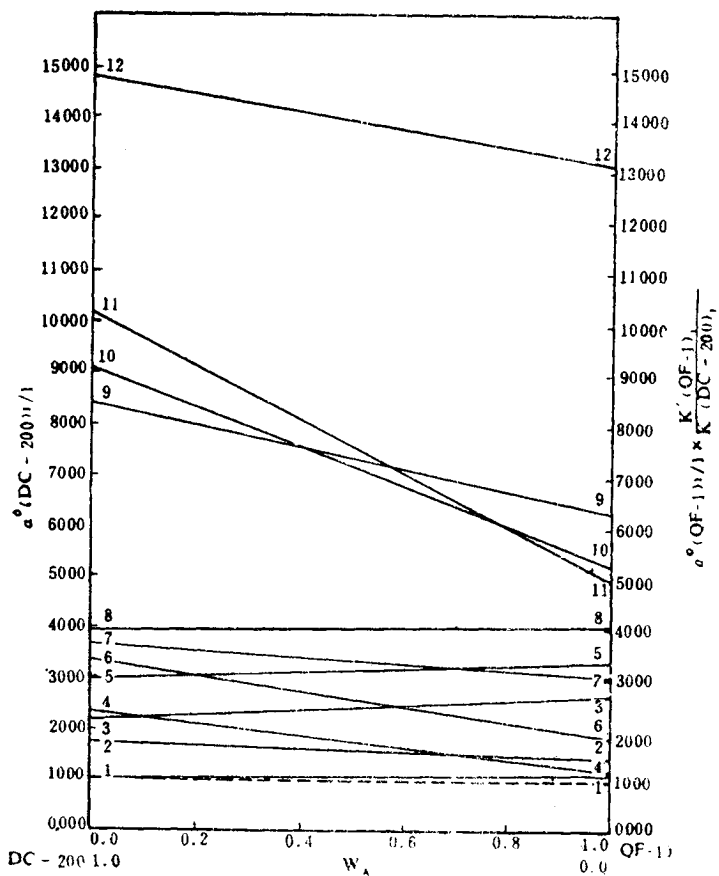


图5 12种有机磷农药色谱窗图



→图4 12种有机磷农药

对 $W_A$ 的性线图

(左)  $\alpha^{(DC-200)}i/1$ ,

(右)  $\alpha^{(QF-1)}i/1 \times \frac{k'(QF-1)_i}{k'(DC-200)_i}$

表1 难分离物质对的分离度

固定液	难分离物质对	分离度	难分离物质对	分离度	难分离物质对	分离度
纯-200	100%的4%DC	7,8	0,5672	10,11	0,914	3,4
混合	86%的4% DC-200加14%的4% QF-1	7,8	0,8036	10,11	1,465	3,4

(三) 窗图5中于纯固定相 $W_A = 0$ 处, 曲线相交所得的 $\alpha$ 值虽比混合固定相为高, 但它为一难分离对, 是二个组分的 $\alpha$ 值; 而混合固定相处的 $\alpha$ 值为二个难分离对, 是4个组分的 $\alpha$ 值, 故应选择混合固定相处曲线交点的最高处作为最佳分离条件。

(四) 对窗图法中个别尚未分开的物质对, 认为与样品的性质及所选择二元固定相液相的极性有关, 可根据所要求的分离对象, 从窗图中选用不同重量配比的混合固定

相来分离; 或改变固定液极性使其达到分离的目的

致谢: 工作中得到朱昌寿同志帮助, 谨致谢意。

### 参 考 文 献

- (1) R. J. Laub and J. H. Purnell, J. Chromatogr., 112, 71(1975).
- (2) R. J. Laub and J. H. Purnell, J. Chromatogr., 155, 1(1978).
- (3) S. G. A. I. Ali and J. H. Purnell, J. Chromatogr., 302, 119(1984).

(收稿日期: 1986年5月3日)

Optimization of Gas Chromatographic Separation of Multi-Organophosphorus Pesticides Wang Qinsun and Chen Duanmei, Institute of Elemento Organic Chemistry, Nankai University, Tianjin

The gas chromatographic optimization strategy described by the method of the window diagram is successfully applied for the separation of a twelve component mixture of organophosphorus pesticides. The procedure is illustrated with DC-200 and QF-1 stationary phase columns.

## 2,6-二甲酚合成产物的色谱分析

俞 燕 君

(北京市化工研究院)

2,6-二甲酚是工程塑料聚苯醚(PPO)的单体, 它是由苯酚和甲醇在催化剂存在下高温反应生成。在合成过程中, 根据所用催化剂不同而得到不同甲基取代位置的产物。虽然主要产物是由催化剂决定, 但是不可避免地还会产生其它的甲酚、二甲酚、三甲酚的异构体及副产物。甲酚类化合物存在多种异构体, 组分复杂, 化学性质相近。对它们的分离测定一直是分析工作者十分关心和感兴趣的问题<sup>(1, 2)</sup>。用一般填充柱色谱难以获得满意的分离效果。本方法采用高柱效的OV-17 SCOT毛细管色谱柱分离甲酚类化合物得到了较好的结果。用色谱—质谱联用技术及已知纯样对照, 分别对合成液中各个主要组分进行了定性鉴定, 用校正归一化法定量计算。

### 实 验 条 件

气相色谱仪为改装的SP-2305毛细管色谱仪, C-RIB微处理机; FID检测器; 色谱柱: OV-17 SCOT毛细管柱, 60m × 0.35mm, 理论塔板数17万左右(以正十四烷作测定组分)。载气(N<sub>2</sub>): 0.86ml/min, 尾吹55ml/min, 分流比60:1, 柱温175℃。

### 实验结果与讨论

(一) 定性分析 通过色谱—质谱联用计测定了样品中各组分的分子量及分子式。由于GC—MS对同分异构体的鉴定有一定的困难, 因此, 对样品中主要组分进一步用纯品对照定性。其定性结果如表1。样品分离图如图1, 各异构体的纯品分离图如图2。