

## 参 考 文 献

- (1) 唐学渊等, 1964年全国测试基地年会报告集  
(超纯气体和痕量气体测试), 国家科委超纯  
气体分析测试基地专业组, 中国科学院新技术

局, P.38,1965.

- (2) A.W.Mosen, et al., Anal. Chem., 32(1)  
141 (1960).  
(3) 大越纯雄, 高压ガス(日), 9(5), 1(1972).  
(收稿日期: 1985年12月8日)

## 失效的高分子多孔小球 GDX-102 柱内在线氧化改质再生

汤 国 安

(湖南省常德地区安乡县卫生防疫站)

应用高分子多孔小球 GDX-102 作固定相, 以气相色谱法来测定酒中的甲醇、杂醇油及乙醇含量等卫生学指标, 已是比较成熟的分析方法。我们发现, 一般在直接进样 100 次 (每次 0.5—1.0  $\mu$ l) 后, 柱效有所降低; 超过 150 次后, 柱效明显降低; 进样 200 次以上, 则因乙醇峰拖尾严重而不易作杂醇油等微量成份的分析, 只能测定乙醇浓度。

参照有关文献(3), 我们对失效的 GDX-102 柱进行柱内在线氧化改质再生, 经反复试验比较, 得满意结果。分离效果好, 柱效比失效柱高, 也比原柱高。

### 实 验 部 分

(一) 仪器: SP-2305 全型气相色谱仪, 氢焰离子化检测器。

(二) 试剂: GDX-102, 60—80 目 (天津化学试剂二厂)。

醇标准液: 用色谱纯试剂配制含甲醇、异丙醇、正丙醇、异丁醇、正丁醇、异戊醇、正戊醇均为 0.5mg/ml 的 50% (V/V, 20 $^{\circ}$ C) 乙醇溶液。

(三) 色谱条件: 3 mm  $\times$  2 m 玻璃柱, 固定相 GDX-102 (在 180 $^{\circ}$ C 通 N<sub>2</sub>, 100ml/min 老化 10 hr)。N<sub>2</sub> 90ml/min, H<sub>2</sub> 40ml/min, 空气 500ml/min, 柱温 145 $^{\circ}$ C, 检测温度 210 $^{\circ}$ C, 汽化温度 200 $^{\circ}$ C, 静电计 10<sup>10</sup> $\Omega$  (3 档) 衰减 1/8, 记录仪纸速 300mm/hr。醇标准液进样量 0.5 $\mu$ l。

### 实 验 结 果

使用新装 GDX-102 柱分析醇标准液, 得色谱图 1。新柱分析样品 154 次 (白酒 77 次、果酒 49 次、啤酒 12 次及汽酒 16 次) 后, 进醇标准液得色谱图 2。

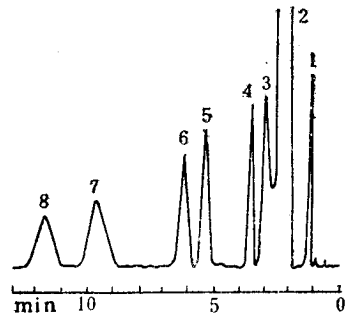


图 1 新柱色谱图

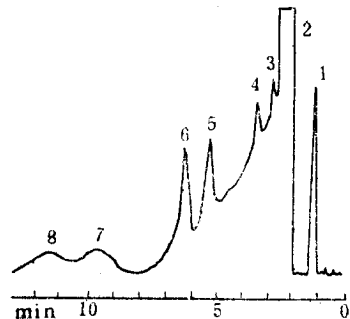


图 2 失效柱色谱图

将载气改为空气, 10ml/min, 柱温180℃, 检测室温度、汽化温度不变, 使柱内 GDX-102 氧化改质10hr, 然后将载气恢复为N<sub>2</sub>100ml/min, 冲洗老化 8 hr. 再将仪器调回原色谱条件进醇标准液, 得图 3。

另制备一根进各种酒样 160 次后而失效的同规格GDX-102柱, 通高纯氮(N<sub>2</sub>>99.999%) 100ml/min, 在柱温180℃/10hr后和柱温 200℃/10hr后分别按上述色谱条件进醇标准液。发现柱效与分离效果无明显改变, 说明单纯的热力学作用与氮气冲洗不易使此失效的柱再生。

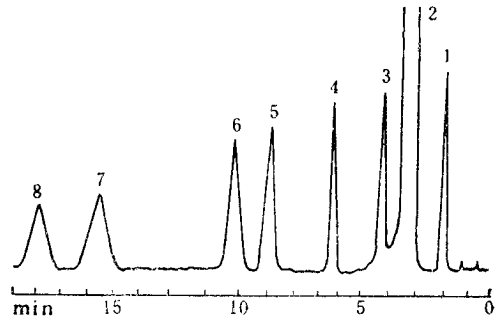


图 3 再生柱色谱图

1. 甲醇, 2. 乙醇, 3. 异丙醇, 4. 正丙醇, 5. 异丁醇, 6. 正丁醇, 7. 异戊醇, 8. 正戊醇。

表 1 再生前后保留时间(t<sub>R</sub>), 半峰宽(Δt<sub>1/2</sub>)及柱效(N)比较

		甲 醇	乙 醇	异 丙 醇	正 丙 醇	异 丁 醇	正 丁 醇	异 戊 醇	正 戊 醇
新装GDX-102柱	t <sub>R</sub>	81.6	136.0	168.0	210.0	318.0	375.8	584.4	700.8
	Δt <sub>1/2</sub>	4.8	12.0	8.2	10.8	18.0	24.0	39.0	48.0
	N	1601	712	2325	2092	1729	1358	1244	1181
分析样品 154 次之后失效的 GDX-102柱	t <sub>R</sub>	81.6	140.0	168.0	210.0	318.0	375.8	584.4	700.8
	Δt <sub>1/2</sub>	6.0	18.0	12.0	18.0	30.0	38.4	69.6	84.0
	N	1025	335	1086	754	622	530	390	386
氧化改质再生的 GDX-102柱	t <sub>R</sub>	108.0	180.0	242.4	307.2	516.0	601.2	926.4	1080.0
	Δt <sub>1/2</sub>	5.8	16.8	10.8	14.4	24.0	28.8	48.0	57.6
	N	1921	636	2791	2521	2561	2414	2064	1948

新柱与再生柱柱效: t=3.7929, P<0.01 失效柱与再生柱柱效: t=6.8365, P<0.001

注: 1. t<sub>R</sub>、Δt<sub>1/2</sub>单位为sec, 2. 测乙醇时t<sub>R</sub>及Δt<sub>1/2</sub>静电计为10<sup>8</sup>Ω, 衰减1/32 其余不变。

按文献(3)制备 GDX-102-1、GDX-102-2、GDX-102-3, 以上述色谱条件分别装柱对醇标准液进行分析, 结果 GDX-102-1 柱与再生柱相一致, 而 GDX-102-2 与 GDX-102-3 柱因乙醇峰拖尾较严重, 影响异丙醇和正丙醇的定量测定, 效果不及 GDX-102-1柱。

### 小结与讨论

(一) 失效的 GDX-102 经过柱内在线氧化改质再生, 获得满意结果, 大大提高了 GDX-102 柱的使用寿命, 并有利于提高工作效率。

(二) 再生后的 GDX-102 柱, 保留时间较长, 经提高柱温和载气流速 (165℃、N<sub>2</sub> 1l/min)

后, 保留时间与新柱接近, 且各组份仍然分离良好。

(三) 失效的 GDX-102 柱经氧化改质能够再生, 且柱效比新柱还高。除文献(3)所讨论的因素外, 我们认为吸附在固定相中的一些酒中杂质, 氧化后断裂成小分子, 易于随气流冲洗出柱外, 使固定相更为净化而提高柱效。

### 参 考 文 献

- (1) 顾阳章, 食品科学, 49(1), 50(1984).
- (2) 廖成华、李大春, 中华预防医学杂志, 19(1), 40 (1985).
- (3) 刘俊杰, 色谱, 2(1), 23(1985).

(收稿日期: 1986年2月14日)

(上接 235 页)

洗脱后, 结合比色或紫外分光光度法等进行定量。虽然准确度有所提高, 但操作复杂, 效率很低。因此, 多年来薄层色谱法只能停留在分离鉴定和半定量的阶段。七十年代后各国学者结合薄层色谱的特点, 相继设计了各种型号的薄层扫描仪 (即薄层光密度计)。如采用双波长扫描消除薄层板分布不均匀

对定量的影响, 用背景校正技术消除背景污染, 用锯齿形扫描消除斑点的“分布误差”, 用电路或微处理机使定量标准曲线线性化而提高定量准确度。备有多种光源检测器以增加定量的灵活性, 因而, 薄层色谱法不仅是分离鉴定的有效工具, 而且成为微量、快速定量分析的有力手段。

(待续)