

The water-insoluble fatty acids of oil shale oxidation products were analyzed by GC/FTIR method. The major part of the ether extracts

(water insoluble) consists 0.5—4.0% of saturated unbranched dicarboxylic C_6-C_{28} acids and less than 1% of monocarboxylic C_8-C_{31} acids.

SP-501型气相色谱仪双毛细管柱并联使用的改装

龙凤山 郎佩珍 丁蕴铮

(东北师范大学环境科学研究所, 长春)

改装后的 SP-501 型气相色谱仪, 并联使用双毛细管柱进行定性分析。色谱定性在两根不同极性的双柱上一次完成, 克服了分别进行两次单柱定性重复性不好的缺点, 节省了大量分析时间, 提高了定性分析结果的可靠性。在 SP-501 型气相色谱仪上改装双毛细管柱方法简便, 可为国内同类仪器提高分析性能提供借鉴。

仪器设备及改装方法

(一) 仪器: SP-501 型气相色谱仪, 山东鲁南化工仪器厂 (1978年产品, 未带毛细管柱装置), 毛细管色谱柱, 天津化学试剂二厂; 分流控制器, 由针形阀, 转子流量计等组装而成。

(二) 仪器的改装方法(1,2)

1. 毛细管柱的安装 (见图 1)

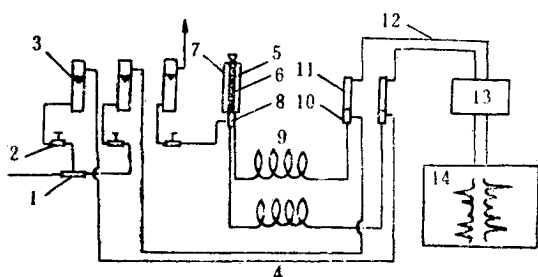


图 1 改装示意图

1. 三通接头, 2. 针形阀, 3. 转子流量计, 4. 不锈钢管, 5. 进样器, 6. 玻璃微球, 7. 玻璃插件, 8. 四通接头, 9. 毛细管柱, 10. 三通接头, 11. 检测器, 12. 信号输出线, 13. 微电流放大器, 14. 双笔记录仪。

(1) 进样器及分流装置

在原进样器的玻璃插件内, 装填一些硅烷化的玻璃微球 (80—100目), 以增加载气阻力, 使柱注入进样器的样品迅速汽化, 并与载气均匀混合,

防止样品成气溶胶状流出。

在进样器的下端, 安装一个四通接头(自制), 其中二通出口分别与二根毛细管色谱柱相接, 剩余一头与进样器相接, 另一头用一根内径1mm的不锈钢管与针形阀、转子流量计相连, 构成分流系统。分流量以针形阀调节, 转子流量计显示。

(2) 尾吹气

在两个氢火焰检测器下端各安装一个三通接头, 其一通接口与毛细管柱出口相连, 另一通接口用1mm内径的不锈钢管与针形阀、转子流量计相连, 构成尾吹气系统。尾吹气量用针形阀控制, 转子流量计显示。

2. 输出信号的改装

SP-501 型气相色谱仪备有双系统微电流放大器及双笔记录仪, 这为实现并联双柱分析提供了方便。但原仪器上两个氢火焰检测器的信号仅用一根导线输给同一个放大系统, 放大后的信号用单笔记录。为实现双柱定性分析, 必需将两个检测器的信号分别输给放大器的两套系统, 放大后的信号再反馈给双笔记录仪, 同时记录双柱流出的组分信号。为此, 将两个检测器信号相连处断开, 一个检测器用原线路输出, 另一个检测器用一根相同的信号线输出。这样即可实现双毛细管柱、双检测器输出信号的分别检测。

结果与讨论

1. 应用改装后的色谱仪测定了第二松花江的样品(3), 分析结果如图 2 所示。

2. 双柱并接在一个进样器上, 色谱分离条件选择时同一柱前压会引起两柱最佳线速的互相影响。我们是以其中一柱为主 (并以该柱定量), 另一柱为辅, 尽量照顾两柱的分离效能均好。这种连接对于其它操作条件选择都有影响。

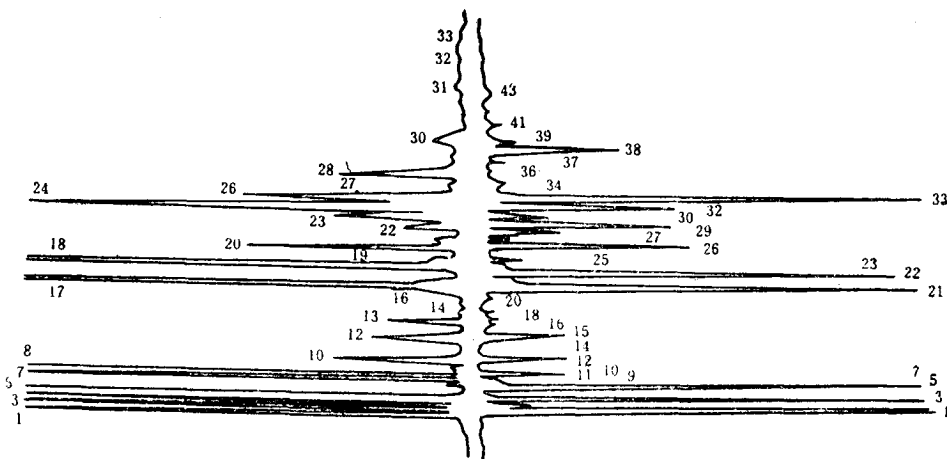


图 2 第二松花江水样色谱图

色谱条件：柱 I OV-17(SCOT), 59m×0.3mm; 柱 II 阿皮松-L(SCOT), 43m×0.29mm; 汽化220℃, 程序升温50℃保持4min, 5℃/min速率升至200℃; 载气N₂, 分流比37:1, 柱分配比为柱 I : 柱 II =39:61; 双氢焰检测器。

3. 双毛细管柱的并联使用, 改装方法简便, 易于操作, 重现性较好。改装仅用一个四通接头及由三套针形阀、转子流量计、三通接头和不锈钢管组成的气流装置。

4. 如需并用不同检测器同时定性时, 也可在同一根毛细柱的柱尾以三通接头分别连到两个不同类的检测器上, 输出信号的记录也在双系统上同时进行。凡是具备双氢焰检测器、多种检测器、双系统放大器和双笔记录仪的色谱仪, 均可进行类似

的改装。

参 考 文 献

- (1) Pobert L. Grob, "Modern Practice of Gas Chromatography", Wiley—interscience, New York, P.342, 1977.
 - (2) (美) Walter Jennings著, 徐秉玖等译, "玻璃毛细柱气相色谱", 北京大学出版社, 1982.
 - (3) 龙凤山, 东北师大学报自然科学版, 3, 61(1983).
- (收稿日期: 1986年9月29日)

三苯氧胺柠檬酸盐的反相离子对色谱

陈轶兰 王友茹 王志清

(中国人民解放军军事医学科学院, 北京)

三苯氧胺柠檬酸盐(Tamoxifen Citrate)是一种非甾体抗雌激素类的抗癌新药。由于其结构中有 $>C=C<$ 双键存在, 就产生E型和Z型两种异构体。临床应用表明, Z型异构体对晚期乳癌及子宫内膜癌有一定疗效, 显示了抗雌激素作用, 而E型具有雌激素作用(1)。为此应严格控制E型异构体的含量。

异构体的分离较难, 三苯氧胺又是个碱性离子化合物, 更增加了分离定量的难度。本文采用反相离子对色谱法分离, 得到较满意的结果。后来见到新出版的美国药典第4a补充版也采用反相离子对色谱法(2)。E型与Z型两峰之间的相对保留时间的比

值, 美国药典上指出的为 <0.93 , 按本法测得的为 0.87 , 说明本法的分离度不低于美国药典法。用本法测得产品中两种异构体的结果, 在1984年底召开的该药鉴定会上报告后, 得到了与会同志的承认, 并正式确定为该药出厂的检定方法。现将色谱条件和实验结果叙述如下。

实 验 部 分

采用 Waters 244 型高效液相色谱仪。柱体为 μ Bondapak C₁₈, 3.9mm×30cm; 6000A泵, 流速 0.8ml/min; 流动相为 CH₃OH630ml+CH₃CN100ml+B₁20ml+ B₂20ml+H₂O230ml;