

图2 Fe³⁺的加入量与峰面积之间的线性关系

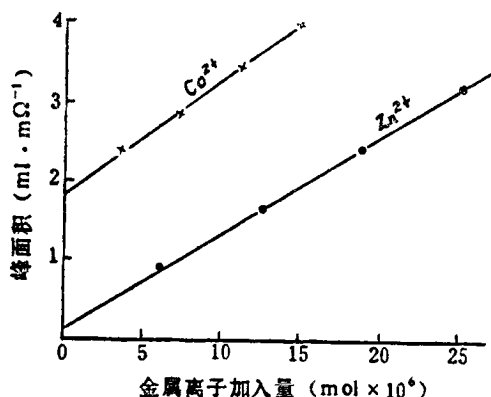


图3 Zn²⁺和Co²⁺的加入量与峰面积之间的线性关系

直线是在4cm长的交换柱上做出的结果。这说明树脂的用量越大，中性吸附也越大。但

是，当树脂的用量一定时，中性吸附的量也是一定的，所以，虽然图2和图3中的直线都不过原点，但是离子的加入量与峰面积之间的线性关系还是存在的。

结 语

使用含丙酮的HCl溶液作淋洗液，为色谱分离和电导检测过渡金属离子提供了一种可行的方案。如果用高效离子色谱的条件代替本研究中的常压色谱，预期将会大大缩短淋洗时间，使本方案达到实用的水平。

参 考 文 献

- (1) J.S.Fritz, D.T.Gerde, R.M. Becker, Anal. Chem., 52,1519 (1980).
- (2) 崔秀生, 太原机械学院学报, 1, 113(1987).
(收稿日期: 1988年7月21日)

Ion Chromatography of Transition Metal Ions with Conductivity Detection Cui Xiusheng and Ding Fengyun, Department of Chemical Engineering, Taiyuan Institute of Machinery

The five transition metal ions, Co²⁺, Cu²⁺, Fe³⁺, Zn²⁺ and Cd²⁺, have been separated, with acetone (10-98%)-water-HCl (0.052M) as eluent and by means of stepwise elution of changing the content of acetone, in a common ion exchange column that was packed with Dowex 50×8 resin and 4 cm in length. The five cations were detected by conductivity method.

甲基-β-氰乙基聚硅氧烷固定相交联 玻璃毛细管柱的研制及应用

修正佳 李浩春 吴昌滨* 卢佩章

(中国科学院大连化学物理研究所)

随着毛细管色谱柱越来越广泛地应用于工农业分析，交联毛细管柱以其良好的热稳定性和溶剂不可抽提性受到了色谱工作者的普遍重视。七十年代，交联毛细管制备工艺复杂⁽¹⁾，成活率低。中国科学院大连化学物理研究所曾采用一步涂渍交联法⁽²⁾研

制成功了非极性交联玻璃毛细管柱，其工艺简单，成活率高。为适应色谱分析需要，我们对甲基-β-氰乙基聚硅氧烷固定相交联玻璃毛细管柱的制备作了一些试探性工作，取得了一些令人满意的数据。含氰硅酮固定相是

* 哈尔滨亚麻研究所

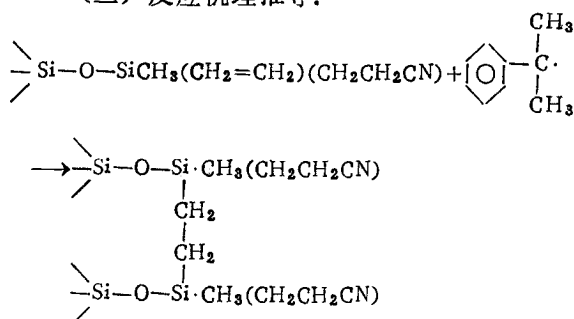
这类固定相极性较强,选择性高,使用温度范围较宽的一种,它具有蒸汽压低,柱温对柱效影响小,对大多数有机物有很好的溶解能力等优点。我们选择含氰乙基25%的甲基-β-氰乙基聚硅氧烷为固定液,以DCUP为引发剂制备交联玻璃毛细管柱。对正辛醇的柱效达每米2000以上, k' 稳定在3 以上。

实验部分

(一) 使用国产 SP-501 色谱仪及美国 PE公司 SIGMA 1 色谱仪。实验用的试剂均为国产分析纯试剂。硬质玻璃毛细管柱,内径在0.25mm左右,长度20m以上。

(二) 操作 玻璃毛细管柱须经盐酸预处理、静态涂渍、交联反应、溶剂洗涤、干燥老化等步骤制备。

(三) 反应机理推导:



结果与讨论

(一) 柱性能考察

1. 溶剂不可抽提性与制备重复性 我们选用正辛醇作评价物,评价温度 120℃,对三根柱子进行了溶剂(5ml CH₂Cl₂)洗前和洗后的 k' 进行比较。用 9 根柱作重复性考察,结果列入表 1。

从表 1 中数据可看出不可抽提度 80% 以上,该柱型具有较好的重复性。

2. 柱子的热稳定性 我们使用表 1 中第九号柱子,在 SIGMA 1 上测试了热稳定性,用高阻挡 10¹⁰Ω, ¼ 衰减,从 150℃ 开始,以 6℃/min 分的程序升温速度升到 320℃,基线从 240℃ 开始有轻度漂移,程序升温反复

表 1 含氰基交联柱制备重复性及交联度

柱 尺 寸 (m × φmm)	单位柱效 (n/m)	柱 容 量 k'		交 联 度
		洗 前	洗 后	
21 × 0.25	2330	3.49	3.27	93.7%
21 × 0.25	2200	5.06	4.28	84.6%
38 × 0.23	2670	4.26	3.67	86.2%
28 × 0.25	2300	—	3.9	—
27 × 0.25	2100	—	3.6	—
26 × 0.25	2000	—	3.3	—
21 × 0.25	2200	—	3.57	—
22 × 0.25	2000	—	3.99	—
34 × 0.27	2340	—	3.40	—

进行 7 次,正辛醇 k' 程序升温前为 3.39,程序升温后为 3.4,说明固定相基本不流失,该交联柱最高使用温度至少为 320℃。而未交联的该固定相使用温度为 250℃ 至 270℃⁽³⁾。这表明交联后上限温度有提高。

3. 柱子的极性与酸碱性 对表 1 中九号柱子的极性与酸碱性进行了测定,并把测得此交联柱的麦氏常数和文献上⁽³⁾的近似麦氏值做了对比,结果见表 2。

表 2 与其它固定相的麦氏常数的比较

固定相	常数					
	X'	Y'	'	U'	S'	总和
OV-210	146	238	358	468	310	1520
OV-225	228	369	338	492	386	1813
XE-60	204	381	340	493	367	1785
氰基交联柱	198	367	321	439	347	1672

从表 2 结果看出,甲基-β-氰乙基交联玻璃毛细管柱的极性与 XE-60 相似,较适合分析苯基酚和氯苯基酚。我们用实验室配制的 2,6-二甲基苯酚和 2,6-二甲基苯胺 1:1 的混合液进行了酸碱性测试,前者与后者的峰面积比为 1.02:1,表明该柱近于中性。

(二) 应用

我们使用含氰基交联柱分析维生素 E 合成中间体—去氢异植物醇,中草药莪术油,杜康酒,详见图 1—,3 说明该柱可用来分析含水样品及药物。

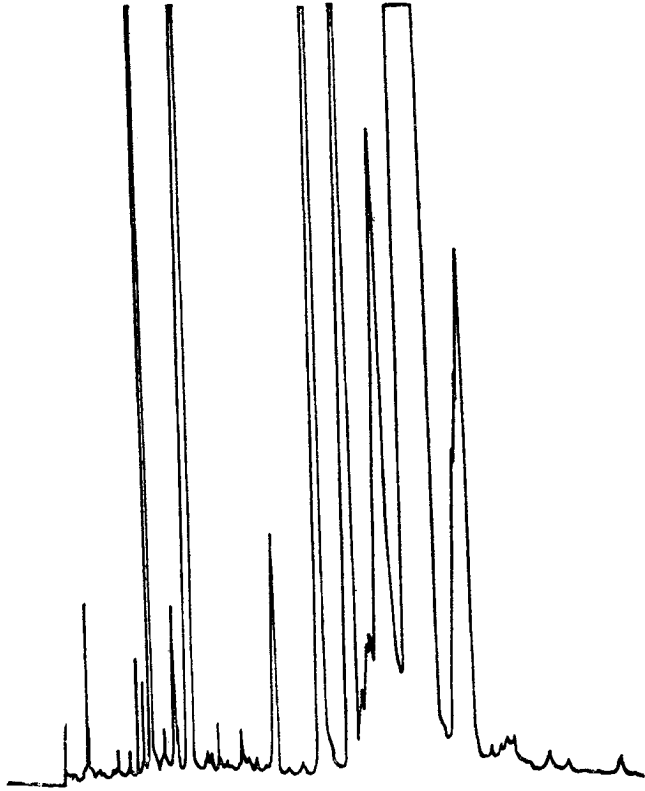


图 1 去氢异植物醇色谱图

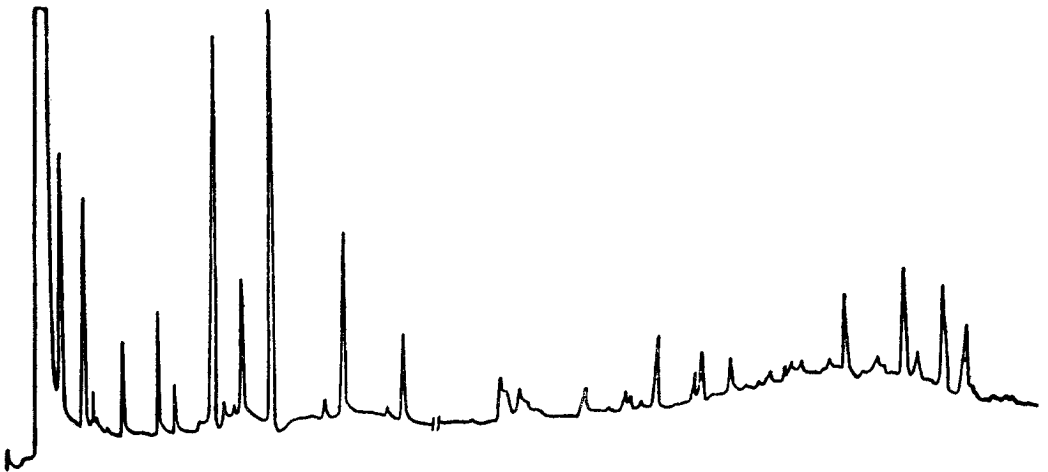
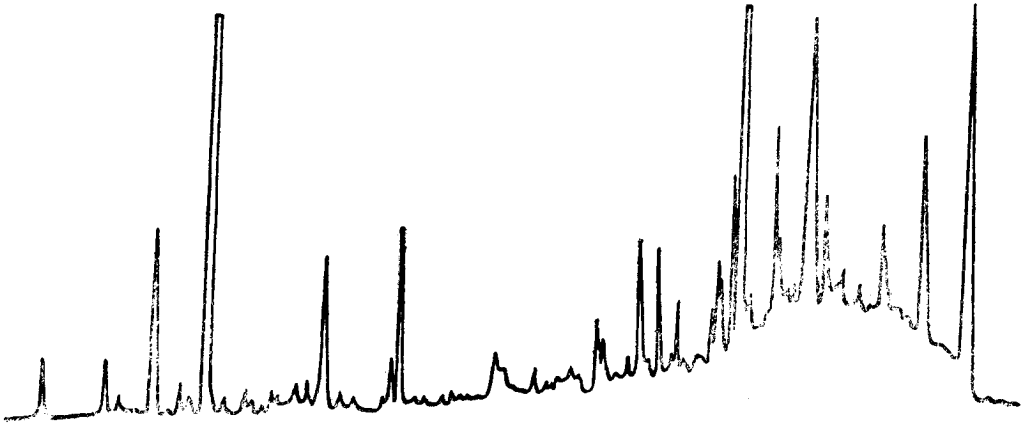


图 2 杜康酒的色谱图



我图 3 莪术油的色谱图

参 考 文 献

- [1] K.Grob, G. Grob, J.Chromatogr., 213, 211 (1981).
- [2] 修正佳等, 色谱, 2(3), 41(1985),
- [3] 吉林化学工业公司研究院编, 《气相色谱实用手册》, 化学工业出版社, 北京, P.30,100, 1980,

(收稿日期: 1988年4月7日)

Development and Applications of a Cross-Linked

Glass Capillary Column with 25% Cyanoethyl Silicone, Xiu Zhengjia, Li H'aochun, Wu Changbin and Lu Peichang, Dalian Institute of Chemical Physics, Academia Sinica

A method for the preparation of cross-linked cyano-group silicone gum glass capillary column is presented. The column efficiency is better than 2000 plates/m at $k' > 1$. The maximum allowable temperature of the column is 320°C. The column polarity is similar to that of XE-60.

直接汽化气相色谱法测定中成药中 微量维生素E醋酸酯的含量

应 卫 李兆琳 薛敦渊 陈 宁 陈耀祖

(兰州大学分析测试中心)

直接汽化气相色谱法是分析混合物中挥发性成分的一种微量和快速方法。该方法操作简单, 样品用量少, 不需要任何化学试剂和化学处理即可分析和测定各种物质中的挥发性成分, 已广泛用于高聚合物中微量水分、残留单体及挥发性添加剂的分析中^[1-3]。近年来, 用这一方法分析中成药和中草药, 获得了满意的结果^[4-6]。本文用该法测定了中成药中维生素E醋酸酯的含量, 与传统方法进行了对照, 结果相符。实验结果表明: 该法测定中成药中维生素E醋酸酯具有简便、

微量(只需要10 μ g胶丸液体和0.200mg片剂粉末)、快速和可靠等特点。

实 验 部 分

(一) 样品和仪器 样品为市售的不同厂家生产的维生素E醋酸酯片或胶丸。仪器为日本岛津PYR-2A管炉裂解器(蒸发器)、GC-9A气相色谱仪和CR-2A色谱数据处理机, 美国HP公司5880AGC/LC-MS联用仪。

(二) 色谱条件 不锈钢色谱柱 2m \times