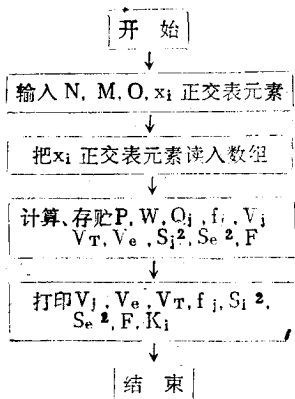


### 参 考 文 献

- (1) 赵馨圃等, 分析化学, 9(5), 560(1981).
- (2) 秦建侯等, 分析实验室, 4(10), 45(1985).

- (3) 赵凯元等, 分析化学, 15(7), 634(1987).
- (4) 刘有邦等, 色谱, 3, 31(1985).
- (5) 吴祖成等, 第六届全国色谱学术报告会文集, P122-3, 上海, 1987.

附程序框图:



(收稿日期: 1988年1月4日)

Optimization of Column Chromatographic Conditions with a Microcomputer—An Orthogonal Design and Variance Analysis Evaluation *Wu Zucheng and Fan Yu, Zhejiang Institute of Technology, Hangzhou*

The paper describes a method for determining the conditions of GC column with the optimization of orthogonal design. The results and main factors have been evaluated by variance analysis. All calculations were made on a microcomputer (Sharp PC-1500) with a program suitable for most of the orthogonal lists.

## 煤焦油酚的高效液相色谱分析

张铭金 鲁玉珍

(武汉钢铁学院化工系)

煤前生产物中酚类化合物是重要的化工原料, 对其组成的分析具有实际意义。近几年, 用 GC 和 GC/MS 以及 HPLC 研究煤液化油中和高温煤焦油中的酸性萃取物已有些报道(1, 2), 在以正相和反相 HPLC 法研究烷基酚的分离方面, 亦做了不少工作(3, 4), 而此类研究在国内实属少见。本工作目的在于确定一种分析高温煤焦油中酚类化合物, 既简单迅速, 又准确方便的高效液相色谱法。

### 实 验 部 分

#### (一) 仪器和试剂:

仪器: SY-201高压液相色谱仪, UV254nm 检测; 色谱柱: 250×4.6mm I.D. YWG-C<sub>1</sub>H<sub>37</sub> (天津试剂二厂), 以高压匀浆法装柱, 理论板数 16430 块/米 (以2,4-二甲酚计算); 试样: (1)粗酚: 武钢、首钢、贵化所、武炼样品; (2)粘接剂: 本室以首钢粗酚为原料合成; (3)粗酚甲醛反应液, 所有试样进色谱柱前不经任何处理, 只需用甲醇稀释即可; 各种酚标样均为色谱纯试剂, 甲醇为分析纯, 水为二次蒸馏水。

#### (二) 色谱条件

流动相: 甲醇/水 (55/45 (V/V)), 等浓度洗脱; 流速 1ml/min; 柱压 1.13×10<sup>7</sup>Pa; 柱温为室温; 灵敏度 0.08AUFS。

### 结 果 与 讨 论

#### (一) 分离与鉴定

在上述色谱条件下, 混合标样、粗酚和粘接剂试样均获得满意的分离, 粗酚分出21个色谱峰, 粘接剂分出7个峰。各组分的鉴定主要采用k'值定性和标准物添加法定性, 共鉴定10个组分。典型图谱见图1, 2。

由于SY-201采用气动泵输液, 恒压不恒流, 故以k'值定性较困难。因此, 在高压下, 我们采取停流进样, 且每次进样前手动吸液, 尽可能保证纯样与试样在相同时刻流量相等, 同时避免气动泵在分离试样时产生吸液动作。这样, 较好地消除了因流量变化而对样品保留的影响。

#### (二) 定量分析:

由于复杂样品中各组分不能以峰面积归一法定

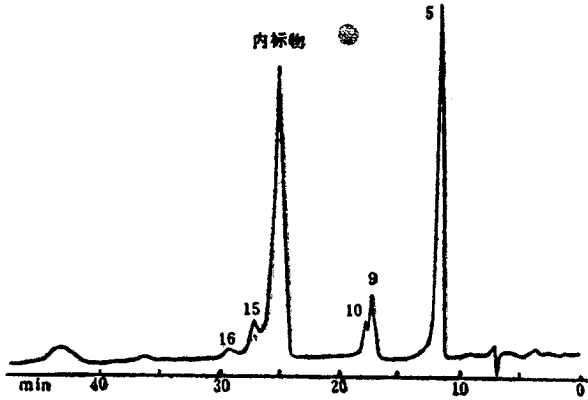


图1 镁碳砖粘接剂分离图

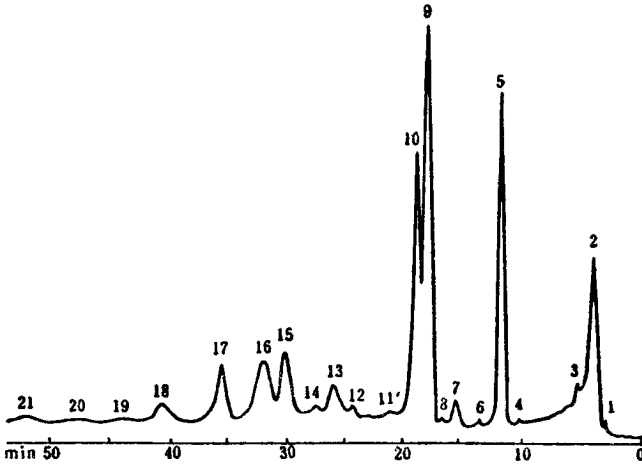


图2 贵化所粗酚分离谱图

3. 溶剂, 5. 苯酚, 9. 间, 对甲酚, 10. 邻甲酚, 14. 3,4-二甲酚, 15. 3,5- 2,3- 2,6-二甲酚, 16. 2,4- 2,5-二甲酚, 其余未知。

量, 逐一以外标法定量又过于繁琐, 故本工作采用外标法定苯酚后, 再通过峰面积和重量校正因子  $f$  值关系求得其余组分含量, 即外标— $f$ 法。  $f$  值是用峰面积法测定的。 以此法定量测定了首钢粗酚等试样。 镁碳砖粘接剂中游离酚的测定采用内标法, 以3,4-二甲酚为内标物。 分析结果见表1。 用已知纯品配制标样, 重复测定5次, 数据列于表2。 结果表明, 精密性与准确度良好, 标准偏差与相对误差均满足色谱定量要求。

当发现峰拖尾前伸, 保留值变化时, 应及时更换过滤板, 刮掉柱头被污染的填料, 并重新用新填料修补色谱柱, 实践表明, 修补后色谱柱效未受影响。

(三) 在粘接剂合成反应动力学研究上的应用<sup>(5)</sup>

以本分析方法测定了不同条件下, 粗酚甲醛反应液中指定时刻游离酚浓度。 样品自反应体系取出后, 稀释骤冷, 中止缩聚反应存于冰箱待测, 分析时用甲醇稀释, 内标法定量, 以3,4-二甲酚为内标物, 实验数据略<sup>(5)</sup>。

参 考 文 献

- (1) M. Novotny et al., Fuel, 60(3), 213(1981).
- (2) K. Ogan and E. Katz, Anal. Chem., 53(2), 160(1981).
- (3) J.F. Schabron et al., ibid., 50(13), 1911(1978).
- (4) Grace Kung-Jon Chao et al.,

表1 各试样定量分析结果 (单位: W%)

组分名称	f 值	首钢	武钢	武炼	贵化所	粘接剂
苯 酚	1.000	41.64	31.40	22.44	11.32	10.77
间, 对甲酚	1.460	40.45	31.34	29.20	23.36	2.98
邻甲酚	0.949	12.62	14.10	13.77	12.98	2.19
3,4-二甲酚	2.080		1.65	1.38	1.17	
3,5- 2,3- 2,6-二甲酚	1.322	0.88	6.37	6.70	6.89	
2,4-二甲酚	1.570	4.41	11.59	10.65	14.12	

表2 定量分析的可靠性 (浓度单位: W%)

测定次数 n=5	组分含量					
	苯酚	间甲酚	邻甲酚	3,4-二甲酚	2,6-二甲酚	2,5-二甲酚
平均值	26.28	30.28	18.39	4.14	8.14	12.80
实际值	26.48	30.17	18.02	4.15	8.29	12.90
相对误差(%)	0.76	0.36	2.15	0.24	1.81	0.78
标准偏差	0.049	0.147	0.111	0.089	0.093	0.051
变异系数(%)	0.19	0.49	0.60	2.15	1.14	0.40

J.Chromatogr. Sci., 20(9), 436(1982).

(5) 王光华、鲁玉珍, 粘接, 9(2), 1(1988).

(收稿日期: 1988年5月17日)

**Analysis of Coal Tar Phenolic Compounds by High Performance Liquid Chromatography** Zhang Mingjin and Lu Yuzhen, Department of Chemical Engineering, Wuhan Institute of Iron and Steel Technology

In this paper, a HPLC method for the analysis of coal tar phenolic constituents has

been studied by using YWG-C<sub>18</sub>H<sub>37</sub> column. The technique was applied to the determination of surviving phenolic compounds in saw phenols for synthesizing Mg-C brick resin, in phenolic resin, and in raw phenols-formalin reactant, and the results were satisfactory. It has shown that the method is simple, rapid, accurate and relatively inexpensive for determining phenolic mixtures.

## 间接紫外光度检测技术用于酒精饮料中乙醇的测定

张学俊 孙景绍\*

(温州大学食品工程系)

间接紫外光度检测技术是向液相色谱流动相中添加微量紫外检测剂——一种强紫外吸收化合物,待固定相与流动相达到平衡后,注入分析样品——紫外透性物质。当流动相带着样品向前推进时,与柱上原先吸附、溶解、保留的检测剂进行重新分配、解吸、交换,以致形成离子对,破坏了系统的平衡。从柱的洗脱液中得到相对于平衡状态时检测剂的过剩或者不足,使紫外检测器得到相对于平衡状态(基线)的正峰或者负峰。利用这一过程来测定紫外透性物质的方法,称之为间接紫外光度检测技术。

这一技术的应用,使许多原先用紫外检测器无法检测的紫外透性物质能够得到准确的分析,一些过去认为的“异常峰”,“鬼峰”得到进一步的解释。近年来,国外对这一技术有较多的研究<sup>(1)</sup>。Levin和Grushka<sup>(2)</sup>研究了系统峰(System peak)的产生、形成及其应用。Pekin<sup>(3)</sup>等人用苯的衍生物作检测剂,对酯、醇、醚类进行了分析。Betz和Nikelly<sup>(4)</sup>应用间接光度技术分析了乙醇含量。

本文用甲醇/水作流动相,苯甲醇作检测剂,探讨间接紫外检测技术应用于醇类测定的可行性,确定酒中乙醇测定的具体分析

方法。

### 实验部分

(一) 仪器 岛津 LC-6A 高效液相色谱仪, SPD-6A型UV光度检测器。

(二) 试剂 甲醇、无水乙醇、异丙醇、正丁醇、异戊醇(以上均为AR级)、苯甲醇(CP级)等试剂,使用前用0.45μm微孔滤膜过滤。

(三) 色谱最佳分析条件 流动相为甲醇/水(20/80)。色谱柱: Shim-Pack CLC ODS, 150×6mm; 检测剂: 0.005%(V/V)苯甲醇。流速: 2ml/min; 波长: 254nm, 用一点校正, 外标法定量。

#### (四) 标准液配制及样品处理

1. 苯甲醇配制: 先用甲醇/水(20/80)作溶剂配制成1%贮备液, 使用时再用甲醇/水(20/80)稀释成0.005%。2. 乙醇标准液配制: 以蒸馏水为溶剂配制1%—80%(V/V)的乙醇标准系列。3. 综合标样配制: 用蒸馏水为溶剂, 在同一容量瓶中配制含有甲醇20%, 乙醇、异丙醇、正丁醇、异戊醇各为5%的综合标准样。4. 样品处理: 酒样用滤纸过滤, 脱气后进样。

\* 温州大学88届毕业生