

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

## 实验结果

### (一) 醇类保留值的确定

在前述最佳分析条件下注入10 $\mu$ l综合标样得到色谱图(图1)。注入10 $\mu$ l蒸馏水得色谱图(图2)。

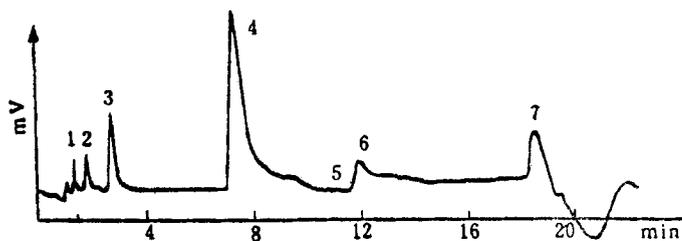


图1 综合样品色谱图

出峰顺序和保留时间为:

1 甲醇1'27", 2 乙醇1'54", 3 异丙醇2'51", 4 正丁醇7'35", 5 苯甲醇10'1", 6 异戊醇11'36", 7 未知18'34", 8 苯甲醇21'59".

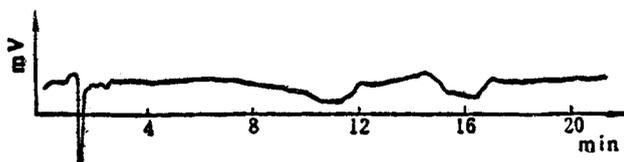


图2 注入蒸馏水色谱图

表1 不同浓度下乙醇峰面积

次数	浓度%							
	1	10	20	30	40	50	60	80
1	0.29	0.84	1.50	1.91	2.47	2.89	3.57	4.57
2	0.30	1.06	1.20	1.90	2.45	2.99	3.52	4.61
平均值	0.30	0.95	1.35	1.90	2.46	2.94	3.54	4.59

表2 乙醇的回收试验

样品名称	含量%	加入标准量%	测得总量%	回收率%
四川特曲*	14.7	20	30.2	77.5
		40	51.6	92.3
二曲酒	34.2	10	45.3	111.0
		20	53.1	94.5
尖庄	27.9	10	33.3	104.0
		20	47.5	98.0
平均				93.2

\* 四川特曲用蒸馏水稀释4倍,其余为稀释2倍测定值。数据均为二次测量平均值。

### (二) 线性实验

在最佳色谱条件下,注入1%、10%、20%、30%、40%、50%、60%、80%(V/V)乙醇标样10 $\mu$ l,其结果如表1。

相关系数 $Y = 0.9993$ ,回归方程 $y = 0.05x + 0.31$

结果表明:在1%—80%范围内,浓度与峰面积呈线性关系。

### (三) 回收率实验

在不同酒样稀释液中,分别加入一定量乙醇标准液,依法测定,结果见表2。

### (四) 精密度试验

取同一酒样(崎云牌温州老酒汗)依法测定五次,其结果见表3。

### (五) 酒样分析

分别对市售七种酒样依次进行乙醇含量测定,其结果见表4。

表3 乙醇精密度实验

测定次数	1	2	3	4	5	平均
乙醇含量%	65.7	65.8	65.5	64.8	66.4	65.6

标准偏差0.53%,变异系数0.88%。

表4 七种酒样乙醇含量

酒样名称	温州江心老酒汗	温州崎云牌老酒汗	四川泸州二曲酒	四川泸州二曲头	江西樟树特曲	四川鹤山特曲	四川宜宾尖庄
乙醇含量%	60.5	55.5	66.3	63.3	52.8	58.9	55.9

### 参考文献

- (1) H.G. Barth, W.E. Barber, C.H. Lochmuller, R.E. Majors and F.E. Regnier, Anal. Chem., 58, 211R (1986).
- (2) S. Levin and E. Grushka, Anal. Chem., 58, 1602 (1986).
- (3) J.E. Parkin et al, J. Chromatogr., 237, 457 (1984) and 314, 488 (1984).
- (4) J.M. Betz and J.G. Nikelly, J. Chromatogr. Sci., 25, 391 (1987).

(收稿日期: 1988年7月11日)

### Determination of Ethanol in Alcoholic Beverages by Indirect UV Photometric Detection Technique Zhang Xuejun and Sun Jingshao Department of Food Engineering, Wenzhou University

Ethanol and other alcohols in certain beverages and similar solutions may be determined by reversed-phase liquid chromatography using the UV-detector. The mobile phase in this case

contains a UV-absorbing compound in low concentration. By using the technique except for filtering to remove particulate matter, sample can be injected without any pretreatment. The concentration of ethanol in seven types of beverages can be determined with 0.58% standard deviation. Calibration Curve is a straight line from 1% to 80% and the mean recover is 96.2%

## 高效液相色谱法测定人体脑脊液和血液中的氯霉素含量

张海浪 陈 一 邓思珊

(福建省医学科学研究所, 福州)

氯霉素是一种高效、广谱抗生素, 它能有效地渗入脑脊液中, 对于治疗多种细菌性脑膜炎有相当疗效。但是, 由于氯霉素对造血系统的毒性颇为严重, 因此监测体内氯霉素的浓度, 可以指导临床安全用药, 增强疗效, 避免和减少毒副反应。

高效液相色谱法测定体内药物浓度, 方法专一可靠, 分析简便快速, 国外近年来有应用于体液中氯霉素测定的报道(1-5)。本文建立的测定人体脑脊液和血液中氯霉素含量的分析方法与上述报道比较, 具有样品处理方便、流动相组成简单以及浓度测定线性范围广等特点, 适用于临床体内药物浓度测定及药代动力学方面的研究。

### 实 验 部 分

#### (一) 仪器与试剂

岛津 LC-4A 型高效液相色谱仪, SPD-2AS 型紫外检测器, C-R2AX 型数据处理机。

氯霉素标准品为国家标准品, 其他均为国产分析纯试剂, 实验用水为重蒸馏水。

#### (二) 色谱条件

色谱柱: Zorbax C<sub>8</sub>, 150mm×4.6mmi·d. 柱温: 50℃; 流动相: 甲醇/水(40:60, V/V); 流速1ml/min; 进样量10μl;

检测波长: 278nm; 灵敏度: 0.08AUFS。以峰

高比或峰面积比的内标法进行定量分析。

#### (三) 试样制备

1. 标准溶液 精密称取氯霉素标准品 5.34 mg, 用流动相溶解并置100ml容量瓶中定容。

2. 内标溶液: 用甲醇溶解非那西丁并配制溶 2.67mg/ml 溶液。

3. 体液样品 取肝素抗凝血浆或脑脊液 10 μl, 加内标溶液10μl, 再加入 0.5mol/L 高氯酸成液150μl, 经旋涡振荡后, 以3500转/min离心5min 取上清液供进样分析。

#### (四) 工作曲线制备

将标准溶液用流动相配成一系列不同的浓度, 取氯霉素含量范围在0.101~23.7μg 的溶液 9 份, 加入内标溶液 10μl, 混匀后照上述色谱条件进行测定。测得氯霉素对内标的峰高比或峰面积比与其在样品中的含量呈良好的线性关系, 它们的直线回归方程分别为

$$y = 10.203H - 0.028, \quad r = 0.9999 \text{ (峰高比)}$$

$$y = 12.829A - 0.029, \quad r = 0.9999 \text{ (峰面积比)}$$

#### (五) 回收率和精密度测定

于空白脑脊液和血浆中加入一定量的氯霉素标准品, 以批内和批间照上述方法处理并测定, 结果见附图和附表。

表 1 回收率和精密度测定

样 品	脑 脊 液				血 浆			
	0.4952(批内n=5)		0.6899(批间n=5)		0.4290(批内n=5)		22.42(批间n=5)	
加入量 (μg)								
测定方式	峰高比	峰面积比	峰高比	峰面积比	峰高比	峰面积比	峰高比	峰面积比
平均回收量(μg)	0.4864	0.4775	0.6772	0.6831	0.4239	0.4248	21.60	21.96
平均回收率(%)	98.2	96.4	98.2	99.0	98.3	99.0	96.4	97.9
CV(%)	0.39	1.53	6.3	5.3	1.33	1.43	3.2	2.2