

(二)工作曲线 分别吸取烟碱标准溶液 1.00、2.00、3.00、4.00ml 于三角瓶中,加 0.5mol/L 氢氧化钠溶液补充至体积 25.0ml,再各加苯甲醇溶液 2.00ml 配制标准系列,分别以峰高比和峰面积比绘制的工作曲线见图 2,相关系数为 0.999。

(三)精密度、准确度及样品测定 按实验方法。

表 1 平行实验结果

样品编号	测定结果(%)					平均值(%)	变异系数(%)
烤烟 A-15	1.73	1.81	1.75	1.76	1.79	1.77	1.8
烤烟 A-21	0.758	0.796	0.755	0.780	0.768	0.778	1.9
烤烟 B-31	1.60	1.56	1.52	1.55	1.54	1.55	2.0
烤烟 C-19	3.31	3.20	3.36	3.27	3.22	3.27	2.0

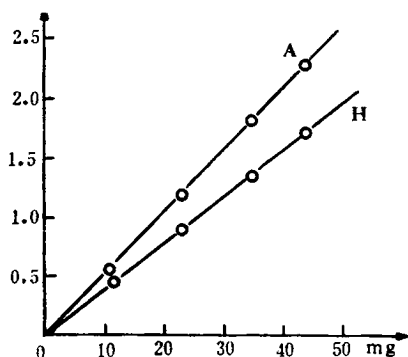


图 2 工作曲线

H:峰高比,A:峰面积比.

表 2 回收率实验结果

样品编号	烟碱含量 (%)	加入量 (%)	测出量 (%)	回收率 (%)
烤烟 A-14	0.973	1.14	2.12	100.7
烤烟 A-18	0.816	1.14	1.99	104
烤烟 A-24	1.15	1.14	2.28	99.4
烤烟 B-12	2.27	1.14	3.40	99.6
烤烟 B-36	1.94	1.14	3.15	103.6

参 考 文 献

选用柱 1 进行了二百多个烟草样品的测定,对部分样品的平行实验列于表 1,相对标准偏差小于 5%。回收率实验结果列于表 2,回收率为 99—104%。由此可见,气相色谱作为测定烟草中烟碱的常规分析方法是准确可靠的。

[1] H. C. Pillsbury. J. Ass. Offic. Anal. Chem., 52(3), 458(1969).

[2] N. A. Sherstyanykh, Tabak, (4), 34(1975).

[3] H. Jacin, Anal. Chim. Acta, 41(2), 347(1968).

(收稿日期:1992年4月13日,修回日期:9月2日)

**The Determination of Nicotine in Tobacco by Gas Chromatography (GC)** Zhang Mingshi and Chen Wensheng, Central Laboratory, Guizhou Normal University, Guiyang, 550001

A simple, rapid and accurate quantitative analytical method is described for the determination of nicotine in tobacco by GC with FID detector. Six kinds of packed column have been compared. PEG 20M + DC 200 (3 + 1), OV-17 and PEG 20M columns can be used. In this paper, the column of 10% PEG 20M on 60-80 mesh Shimalite W + 10% DC 200 on 60-80 mesh Shimalite W (3 + 1) has been used to determine nicotine. The column temperature is 180°C and the flow rate of carrier gas is 85ml/min. The recoveries of the method are 99-104% and the coefficients of variation are less than 5%.

微填充柱用于低分子烃的分析

矫庆泽 蒋大振

(吉林大学化学系,长春,130023)

在石油勘探和加工过程中会产生大量的低分子烃类,分析这些低分子烃类的组成至关重要。目前几乎都采用常规填充柱、毛细管柱和填充毛细管柱分

析这些低分子烃类气体。由于常规填充柱柱效的局限和一些特殊固定液的限制,以及毛细管柱和填充毛细管柱制备时的特殊设备和专业技术要求,使它

们的应用有一定的局限性。我们利用微填充的金属管柱既克服了常规填充柱的某些缺点,又简化了毛细管柱制备上的一些困难,得到了比较满意的结果。

### 一、实验

(一)微填充柱的制备 柱子为 6m×1.5mm 的铜柱,内壁经处理后用压柱法填充,固定相为 5% Apiezon N 涂渍在 80-100 目的色谱用 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 上。

(二)色谱条件 柱温 50-60℃,汽化室温度为室温,检测室温度 135℃,载气为 N<sub>2</sub>,流速 4ml/min,分流比为 5.5:1,氢焰检测,进样量 100μl。

(三)仪器 四川分析仪器厂的 SC-7 型气相色谱仪,日本岛津的 C-R1B 型色谱处理机,分析气体为抚顺石油二厂的裂解气。

### 二、结果与讨论

图 1 为用微填充柱分析抚顺石油二厂的裂解气样品的色谱分析谱图。根据厂家提供的气体组成,经标定确定每个色谱峰所代表的物质和峰保留时间见表 1。由表可以看出,增加柱温时,峰的保留时间减小,但并不影响出峰顺序。这表明,在一定的温度范围内,微填充柱对 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> 的低分子烃类具有较好的分离作用。

图 2 为在抚顺石油二厂裂解气中掺入少量甲烷后的色谱分析图。图中的峰 11 即为甲烷,从分析结果可知甲烷的掺入并不影响其它物质的分离。

表 1 分析物质和保留时间

峰号	物质	保留时间(min)	
		50℃	60℃
1	乙 烷	1.96	1.92
2	乙 烯	2.14	2.02
3	丙 烷	3.13	2.88
4	丙 烯	4.26	3.70
5	异丁烷	5.86	5.06
6	丁 烷	6.86	5.84
7	丁 烯	10.58	8.97
8	顺-2-丁烯	11.53	10.47
9	反-2-丁烯	13.90	11.34
10	丁二烯	15.40	12.32

表 2 给出抚顺石油二厂裂解气连续三次进样分析的各组分含量。表中所有物质的量均未加校正因子。从表 2 的数据可以看到,分析的定量重复性很好,连续三次测定各组分的相对偏差均不大于 3.5%,测量精度可以满足色谱定量要求。

通过上述实验可知,用 Apiezon N 涂渍 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 填充的微填充柱是一个比较理想的用于分析低分子

烃的色谱分离柱。它不仅制备方法简单,分析过程快速,而且具有很好的稳定性和重复性。通过近三个月上千次实验证实,其保留时间和出峰顺序基本不变,克服了单纯 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 柱的寿命短,活性易变的缺点,是个实用性较强的色谱柱。

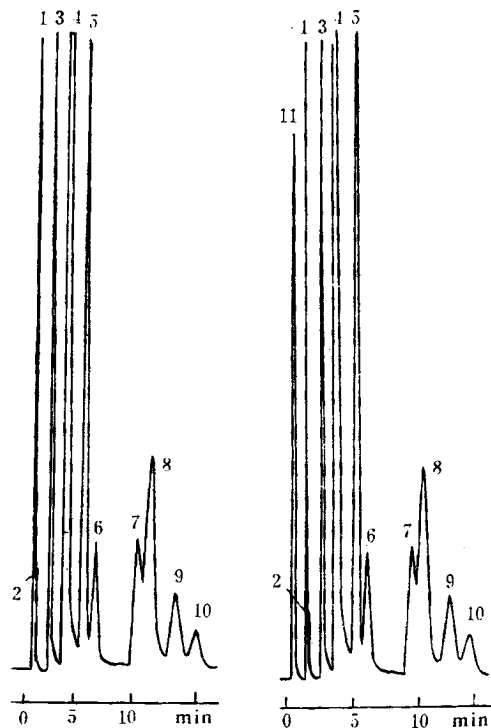


图 1 裂解气色谱峰 图 2 掺甲烷后裂解气色谱峰 各峰的标示见表 1。

表 2 分析物质的含量(W<sub>i</sub>%)

峰号	次数			相对偏差(%)
	1	2	3	
1	3.80	3.94	3.99	1.8
2	0.68	0.71	0.72	3.3
3	12.27	12.45	12.47	0.7
4	33.83	34.22	34.13	0.4
5	16.32	16.10	16.00	0.7
6	4.42	4.29	4.40	1.2
7	6.80	6.95	7.09	1.0
8	15.58	14.70	14.45	0.6
9	5.43	5.17	5.27	1.8
10	1.50	1.45	1.60	3.5

### 参 考 文 献

[1] 吉林化学工业公司研究院,《气相色谱实用手册》,化学工业出版社,P.136,1980。  
 [2] 成都科技大学分析化学教研室,《分析化学手册》,第

四分册,化学工业出版社,P. 75,1984.

(收稿日期:1992年4月28日,修回日期:9月7日)

**Analysis of Low Molecular Hydrocarbons by Micropacked Column** Jiao Qingze, Jiang Dazhen, Department of Chemistry, Jilin University, Changchun, 130023

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coated with Apiezon N was used as the packing of micro-packed column. This column, having the features of simplicity in preparation and rapidity in practical application, gave satisfactory results in the analysis of C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> hydrocarbons.

## 聚甲基丙烯酸甲酯中残余单体的气相色谱分析

陈玲 李钦祖 王敏

(浙江工学院化工系,杭州,310014)

具有优异光传输能力的聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA),近年来广泛用作塑料光导纤维的芯材,而PMMA中残留单体(MMA)的存在会导致光损耗和降低物理机械性能及使用寿命,因此需精确定量PMMA中1%以下含量的MMA,这是常规化学分析法和文献报道的气相色谱法<sup>[1-5]</sup>所不能胜任的。本文用毛细柱气相色谱法测定,着重研究分析前PMMA的预处理方法,同时对比考察了Horna<sup>[4]</sup>等提出的残余单体及内标物在预处理过程中的浓度-时间效应问题。

### 实 验

#### (一)仪器与试剂

1. 日本岛津GC-9A色谱仪,C-R3A数据处理器,FID检测器,SPL-G9分流进样器,∅0.2mm×50m OV-101石英毛细柱,色谱条件:分流比为120:1,程序柱温为50℃ $\xrightarrow{3.5\text{C}/\text{min}}$ 120℃。

2. 标准半微量磨口蒸馏瓶一套14/25(上海玻璃二厂)。

3. 试剂:无水乙醇、甲苯、氯仿、MMA均为AR。

#### (二)实验过程

精确称取PMMA样品1g,加入一定量的氯仿使其溶解,完全溶解后定容。再取其溶液1ml放进15ml容量瓶中,缓慢滴入沉淀-萃取剂乙醇适量,使PMMA沉淀出来。同时萃取残余单体MMA,加入定量内标物甲苯后定容,取其上层清液经特种微孔滤膜(∅0.15μm)过滤,注入色谱仪中,用内标法测定PMMA中MMA的百分含量。所用内标物甲苯的相对重量校正因子为1.45。

### 结果与讨论

#### (一)聚合物样品预处理条件的研究

1. 溶剂的选择 根据聚合物与溶剂的溶解度参数 $\delta$ 相近相溶原理,同时参考文献结果<sup>[2-5]</sup>,选择表1中几种溶剂进行溶解性能实验,结果表明三氯甲烷与二氯甲烷溶解度参数与PMMA相近,溶解速度快。选用氯仿作溶剂时,对1g PMMA所需氯仿用量经实验验证,加入量在7ml以上不影响单体测定结果,测定相对标准偏差 $\gamma=0.0109$ ,我们选用8ml为最佳。

表1 几种溶剂的溶解性能比较

溶剂	溶解度参数 $\delta$	完全溶解时间(室温)
PMMA	9.5	—
MMA	8.3	77天
三氯甲烷	9.7	6小时
二氯甲烷	9.3	6小时
四氢呋喃	9.1	7天
二甲基酰胺	12.0	7天

2. 沉淀-萃取剂的选择 能使聚合物沉淀而又溶解单体的溶剂的溶解度参数 $|\delta_1 - \delta_2| > 2.0$ ,同时希望色谱响应值较小,如表2所示。其中50%乙醇萃取单体的能力很差,无水乙醇是理想的沉淀PMMA和萃取MMA的溶剂。对1ml PMMA-HCCl<sub>3</sub>溶液而言,其溶剂用量经实验测定在6ml以上可获得稳定值,我们选用8-10ml。

3. 沉淀-萃取时间的影响 按上述样品最佳预处理条件配制一定量的PMMA-HCCl<sub>3</sub>-C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH混合液,每小时取样一次,滤其萃取液进行残余单体分析。经10h测定,结果表明静止时间对色谱测定无明显影响。