

在上述的测试仪器中,751GW,752,7230型仪器为微机型产品,751GW,752属于紫外可见光的仪器,7230,721为可见光谱及型仪器。

(1)从测试的数据看,前一类仪器的灵敏度要比后一类仪器的灵敏度高。(2)根据实际测试情况,在可见光区,所有的仪器的杂散光都达到了指标,其中,751GW,752型仪器的杂散光指标比其他仪器要好,因而,其杂散光也小。在紫外区,751GW,752杂散光指标也很小,因而其杂散光也很小。

参考文献

- 1 陈国珍,黄贤智等,紫外—可见分光光度法(上册),北京:原子能出版社,1983,242-244
- 2 冯胜,吸光光度法的发展及应用,广州:广东科技出版社,1990,36—50
- 3 孙毓庆,分析化学实验,北京:人民卫生出版社,1994,101
- 4 罗度尧,邓延倬等,分光光度分析,北京:科学出版社,1992,152—155

Detecting the sensitivity and stray light of spectrophotometer

Zhu Yan Kun

(Department of Biology, Shantou University, Shantou, 515063)

Abstract In this paper a method has been introduced to detect the sensitivity and stray light of spectrophotometer. From the original detecting data, the good or bad function of spectrophotometer

may be identified.

Key words spectrophotometer; sensitivity; stray light

气相色谱法测定苯系物

邵逊生 张康征 上官春莲

(国防科工委医学研究所,北京 100101)

摘要 在9种不同的色谱柱上比较了苯系物6组的分离效果。其中以3.5%有机皂土-34和2.5%邻苯二甲酸二壬酯/Chromosorb W色谱柱为最佳。固定液的涂布采用水浴加热回流法,柱效提高2—10倍,分离度达1.1以上。标样的水封保存实验,可使浓度在16天内保存稳定。

关键词: 同系物 气相色谱

引言

苯系物是有毒有害物质。急性中毒主要作用于人体中枢神经系统,慢性中毒主要作用于造血组织和神经系统,最近已被确认为致癌物。

为建立气相色谱测定苯系物的方法,我们分别对9种色谱填充柱的填料配比实验条件进行比较,选择出一种分离较好柱效较高的柱子(固定液为3.5%有机皂土-34+2.5%邻苯二甲酸二壬酯),此柱在8min内可使苯系物6组分达到良好分离,本方法平均回收率为92%,相对标准偏差在5%以下,对苯、甲苯、二甲苯、苯乙烯的最低检测限分别为: 0.8×10^{-9} 1.6×10^{-9} 3.2×10^{-9} $1.6 \times$

10^{-9} g。对苯系物标样在冰箱中用水封方法保存的效果进行了对比实验结果证明,标样浓度在16天内保存稳定。为下一步开展苯系物色谱法测定的方法研究和实际的测试应用打下良好的基础。

1 柱型的选择

1.1 目前可做为苯系物测定的气相色谱固定液有:

- ①有机皂土-34;
- ②邻苯二甲酸二壬酯;
- ③聚乙二醇;
- ④SE-30;
- ⑤阿皮松L;
- ⑥角鲨烷;
- ⑦聚二乙二醇二酸酯;

根据现有实验室条件,对五类九种色谱柱分别进行了筛选(见表1)。

1.2 筛选结果表明:

- 1.2.1 能使苯系物得以较好分离的关键在于使用了有机皂土-34;
- 1.2.2 固定液涂渍量适当,涂布均匀,能使柱效明显提高;

柱9采用加热回流的方法,固定液涂布均匀,柱效明显高于柱1、柱2、柱4。

1.2.3 聚乙二醇做固定液,虽然不能将二甲苯的对间邻

异构体全部分开,但柱效较高,分离度较好,完全可用来分析环境样品。

1.2.4 阿皮松 L 柱与聚乙二醇柱相比,除柱效略低,保留时间稍长外,其它雷同;

1.2.5 SE-30 柱峰形拖尾,异构体分离不好;

1.2.6 401 有机担体柱失败。

2 标样的保存试验

由于苯系物和用作标样溶剂的 CS₂ 都易挥发,虽在 4℃ 冰箱条件下保存,仍有不同程度的浓度变化。为此,先后对两种浓度的标样进行了跟踪,其中对混 4 标样进行了“水封”的对照跟踪,经 16 天观察测定,浓度没有明显改变。证明其效果较好见图 1。

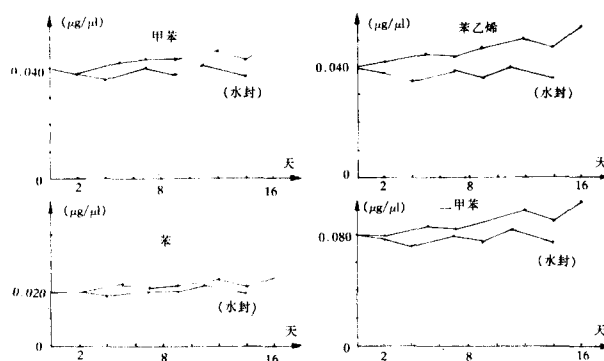


图 1

表 1 9 种色谱柱的填实和实验温度

编 号	填 料	温 度(℃)		
		柱子	检测口	进产口
1	2.5% Bentane-34 + 2.5% DNP chromosorb WHPMCS60-80 目(金属)	65	150	150
2	5.5% Bentanl-34 + 2.5% DNP Chromosorb 高效 80-100 目(金属)	65	150	150
3	阿皮松 L55 6201 红色硅藻土 80-100 目(金属)	95	110	140
4	5% Bentanl-34 + 5% DNP 上试酸洗 101 60-80 目(金属)	85	150	200
5	PEG2 万 (玻璃) Chromosorb WAWDWCS 60-80 目	45	100	150
6	3% SE-30 (玻璃) Chromosorb WHMDS 60-80 目	55	100	120
7	401 有机担体(金属)	85	150	150
8	PEG-4000 6201 红色硅藻土 80-100 目(金属)	90	120	150
9	3.5% Bentanl-34 + 2.5% DNP Chromosorb w 高效 80-100 目(金属)	78	150	150

3 方法的准确度和精密度的

示。见表 2

准确度以加标回收率表示,精密度的以相对标准偏差表

表 2 苯系物加标回收率(%)

苯系物	加入量 (μg)	回收率 ($n=5$)	标准偏差 (S)	C.V (%)
苯	2.5	97.2	2.9	3.0
	5.0	99.4	3.3	3.6
甲苯	5.01	99	2.0	2.1
	10.02	98	4.1	3.6
二甲苯	5.12	103	3.8	5.1
	10.24	98	3.6	3.4
苯乙烯	5.31	70.4	4.0	4.9
	10.62	74.3	4.4	5.5

4 标准曲线的相关系数和最小检测量

用柱 8 做标准曲线,测得其相关系数见表 2。色谱条件为:使用固定液为 PEG4000,担体为 6201 红色硅藻土(80-100 目)的不锈钢金属柱;瓦瑞安公司 GC3700 气相色谱仪,FID 检测器;柱温 78℃。检测器温度 150℃,进样器温度 150℃;载气 30mg/nin,₂30ml/min, Air 30ml/min;进样量一微升。

对柱效较高的三根柱子,分别测量了最小检测量,达到了文献值标准。见表 3。

表 2 柱 8 标准曲线的相关系数

	苯	甲苯	对间二甲苯	邻二甲苯	苯乙烯
相关系数 r	0.9997	0.9998	0.9997	0.9996	0.9998
标液浓度 范围($\mu\text{g}/\mu\text{l}$)	0.02—0.2	0.04—0.4	0.08—0.8		0.04—0.4

表 3 三种柱子的最小检知量(μg)

	苯	甲苯	二甲苯	苯乙烯	文献值
柱 4	0.4×10^{-5}	0.8×10^{-5}	1.6×10^{-5}	0.8×10^{-5}	
柱 8	0.4×10^{-7}	0.8×10^{-7}	1.6×10^{-7}	0.8×10^{-7}	$0.5 \sim 2 \times 10^{-3}$
柱 9	0.8×10^{-9}	1.6×10^{-9}	3.2×10^{-9}	1.6×10^{-9}	$1 \sim 4 \mu\text{g}/\text{m}^3$

5 结果与讨论

5.1 经固定液涂布条件的选择,认为加热回流法比自然挥发法柱效可提高 2~10 倍。

5.2 从九种柱子中选择出三种可作为苯系物测定的色谱

柱,分别为 9 号柱,8 号柱和 4 号柱。

5.3 水封法保存苯系物标样,可防止 CS_2 挥发,提高测试的准确性,延长标样保存时间 16 天。

Determination of The Homologous Series of Benzene by Gas Chromatography

Shao Xunsheng Tan Shengjian

Abstract The separative effect of the homologous series of benzene was compared on nine different chromatographic columns. Among them, the column with 3.5% Bentanl-34 + 2.5% DNP on Chromosorb W was better than others. The prici-

sion was within 8% and the relative coefficients between in 0.996~0.998

Key words homologous Series benzene gas chromatography.