

- [5] E.F.Barry, J.H.Hubball et al., Am. Lab., 15 (10), 34 (1983)。
[6] J.A.Hubball, P.R., DiMauro et al., J.Chromatogr.Sci., 22 (5), 185 (1984)。
[7] G.Schomburg et al., Chromatographia, 12 (10), 651 (1979)。
[8] 康星武等, 分析化学, 4, 273 (1982)。
[9] W.Bertsch, V.Pretorius et al., HRC&CC, 5 (8), 432 (1982)。

(收稿日期: 1985年5月31日)

利用分光光度计研究玻璃PLOT柱载体层涂敷技术

刘占先 孔 伟

(山东省化学研究所, 济南)

有机胶法制备多孔层开管柱(PLOT柱), 是中国科学院兰州化学物理研究所提出的一种具有我国特点的制柱方法^[1]。该法已在我国得到推广^[1-4]。这种制柱方法的关键步骤在于载体层涂敷, 其它步骤均与制备壁涂开管柱相同。在制柱中, 无论“先拉后涂”还是“先涂后拉”, 都必须力求涂层均匀, 多孔层增厚, 以提高柱效和样品负荷量。该所利用扫描电镜观察涂布效果, 而一般实验室则只靠肉眼观察。我们按文献^[2-8]进行玻管涂敷, 利用改装的分光光度计比较涂敷效果, 研究涂敷条件, 探讨涂敷机理。通过研究, 找到一种能在相当宽pH值范围内使用的新有机胶。

实 验 部 分

(一) 仪器与试剂

1. 仪器: 72型分光光度计; 微电流放大器及电子电位差计。2. 试剂: 1) 兰州有机胶, 中国科学院兰州化学物理研究所产; 2) 明胶, 英国B.D.H.产品; 3) 阿胶, 山东东阿县产; 4) 蛋白胨, 上海东海制药厂产; 5) 济南有机胶, 本所合成。

(二) 分光光度计的改装及测试方法

方法A: 分光光度计原封不动, 加工一块与光径长度10毫米比色皿体积相等的塑料块, 沿垂直方向开一小孔, 内径恰好使拉伸前玻管通过; 西侧开一狭缝(见图1)。将此管座与比色皿并列放入比色皿架中, 以空白比色皿为基准, 使其毛玻璃面对准单色光(620nm), 调节光亮度旋钮, 使检流计读数为零, 然后移动皿架使管座进入光路, 将涂后吹干的玻管插入, 旋转玻管, 测定不同方向的透光度, 得玻管两端透光度的平均值。

方法B: 在分光光度计比色皿暗箱上方设管座, 座上方设光电池。将比色皿架取出, 放入一小片平面镜, 使单色光方向改变90°, 通过狭缝进入光电池。输出信号经微电流放大器放大后, 用电子电位差计记录透光率, 见图2。测定时利用微电流放大器的基流补偿旋钮调节记

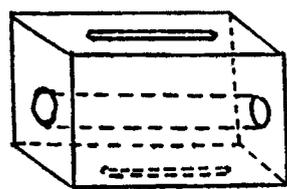


图1 玻璃座

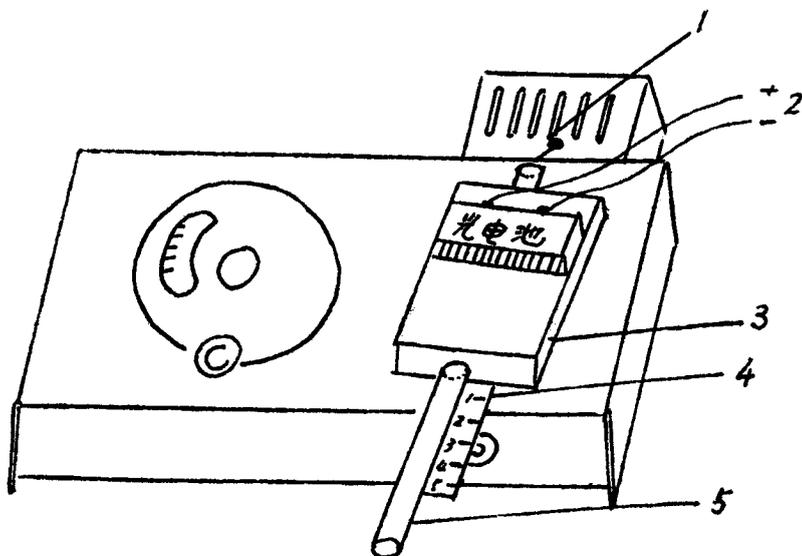


图2 按方法B改装的分光光度计

1.出光狭缝开关, 2.按微电流放大器、记录器, 3.玻璃管座, 4.玻璃管移动标尺, 5.玻璃管。

录笔起始位置, 然后重复打开出光狭缝, 记录透光度3次。将玻璃管逐渐推进, 记录不同部位的透光度。

(三) 载体壁涂条件的研究

1.涂敷次数与透光度关系 有机胶用明胶,按方法A测试。每涂一遍,测定玻璃管两端透光度各11次,结果见图3。

2.载体悬浮液pH值与透光度关系 用不同有机胶,改变载体悬浮液的pH值,按方法A测定平均透光度,结果见图4。曾重复测定用兰州有机胶时载体悬浮液的最佳pH值。结果均如图4中曲线3所示,在pH值为3.6处明显改变方向,与文献^[8]根据板高与pH值关系得出的最佳pH值吻合。

3.涂层厚度与均匀性关系 配制两种浓度相同的有机胶,将载体悬浮液分别调节至各自的最佳pH值,其它涂敷条件相同,按方法B测定透光度,结果见图5。

4.载体悬浮液浓度及温度对壁涂的影响 在实验范围内,涂层厚度随悬浮液浓度增加而增加,见图6。环境温度以20—30°C为宜,见图7。

(四) 涂敷机理讨论

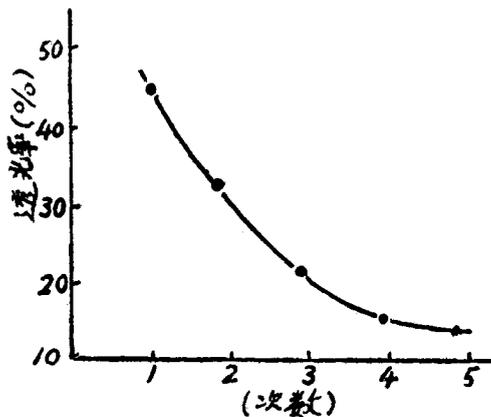


图3 载体涂敷次数与透光度关系
有机胶: 0.5%明胶水溶液;
载体悬浮液浓度26.4%克/升, pH值3.6。

载体悬浮液是多相物，除载体悬浮物外，尚含硅胶。固体粒子能自由地吸附溶液中的离子，形成带有一定 ϵ 电位的双电层，是它暂时稳定的原因⁽⁵⁾。可以设想载体壁涂是吸着在玻璃表面带正电荷的聚合物分子或离子，遇到带负电荷的硅胶及载体悬浮物，由于相互吸引和放电作用而沉积，沉积物包括上述两者。硅胶的电荷是先由表面层的 SiO_2 与水分子作用生成 H_2SiO_3 ，再进行电离而形成，酸的加入会影响其稳定性。因此，当pH值太小时常观察到硅胶的聚沉现象，使涂层薄而不匀。兰州有机胶是一种胺

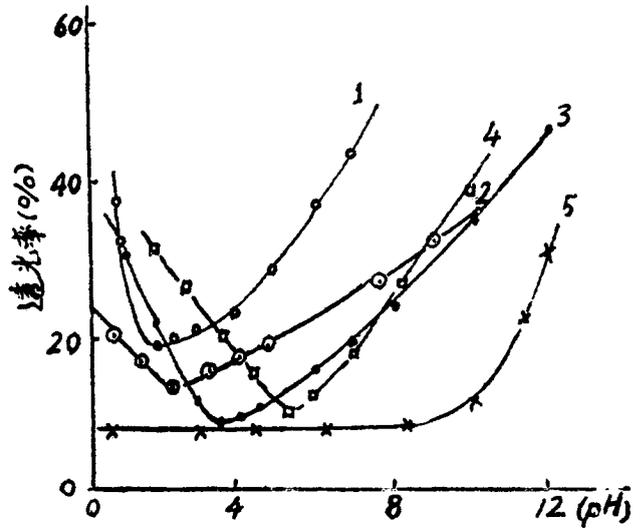


图4 载体悬浮液pH值与透光度关系

1. 蛋白胨, 2. 山东阿胶, 3. 兰州有机胶, 4. 英国明胶, 5. 济南有机胶。

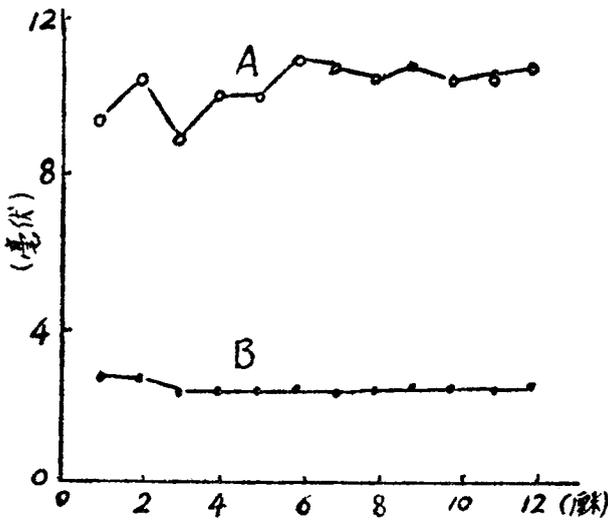
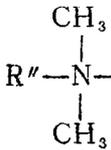


图5 涂层厚度与均匀性关系

A. 蛋白胨, 涂层薄而不均匀。 B. 明胶, 涂层厚而均匀。

盐，在碱性中易恢复为胺，使阳离子浓度下降，同样会使涂层变薄，因此pH值不宜过大。明胶象氨基酸一样，可以酸性解离，也可以碱性解离。当悬浮液呈酸性时，明胶带正电荷，将有更多的硅胶及载体悬浮物与明胶接近而沉积。

设有某一高分子聚合物，既保留兰州有机胶的阳离子，又没有质子结合在氮原子上，必然可以扩大使用的pH值范围。根据这一认识，我们找到一种高分子聚合物，对一般物质有一定粘结能力，但作为有机胶进行壁涂，却一点也不起作用。将此聚合物引进一个 $-\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$ 基团，使其结构成为



5.

致谢： 本研究蒙胡嵌明、赵泽浦、吴烈钧、汪庆范等同志帮助，特此致谢。

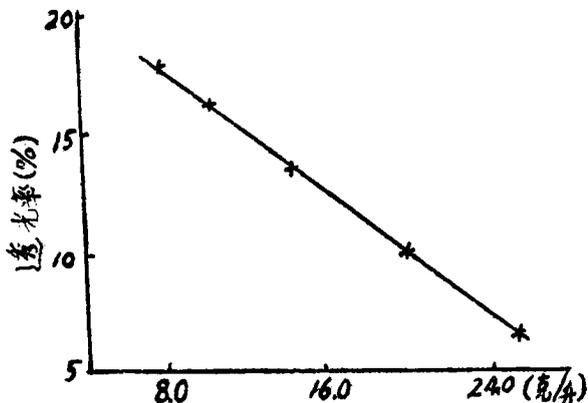


图6 载体悬浮液浓度与透光度关系
有机胶，0.5%明胶水溶液，涂4次。

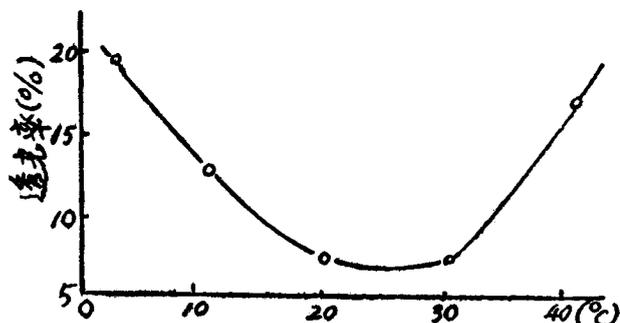


图7 环境温度与透光度关系

参 考 文 献

- [1] 吕祖芳、董运宇等，《多孔薄层玻璃毛细管色谱柱》（会议文集），科学出版社，北京，11，1980。
- [2] 天津化学试剂二厂色谱组，同上文集，第124页。
- [3] 刘克、陈世挺、晏似挺等，同上文集，第50页。
- [4] 刘克、陈世挺等，第四次全国色谱学术报告会文集，上海，252页，1983。
- [5] 吉林大学、四川大学编，《物理化学与胶体化学》，人民教育出版社，第407页，1982。

（收稿日期：1985年6月18日）

冷 等 离 子 体 键 合 固 定 相 一 聚 乙 二 醇 多 孔 硅 珠 的 色 谱 特 性

赵令琪 邱世俊

（中国科学院成都有机化学研究所）

〔提要〕 本文报道了对冷等离子体键合固定相—聚乙二醇（二万）/多孔硅珠DG-6—稳定性考察的结果；