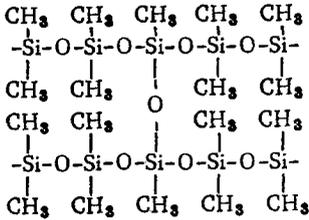


理是为了使聚合物稳定,使涂布过程得到的光滑胶膜不致破坏,其结构式为:



(三) SCOT交联柱的初步探讨

为了提高柱效,我们在上述工作基础上又进行了SCOT交联柱的研制,在涂渍405担体(大连红光化工厂产)后,再用同样方法进行交联聚合反应,得到的SCOT交联柱对烷、芳烃分离良好,其柱效比未经涂渍担体的交联柱增加四倍。

由于这种固定相不被溶剂所萃取,故可用于冷区柱上进样和注入不经浓缩的大量样品,而不影响柱效。当与质谱和红外联用时不存在由于固定液流失而使进一步鉴定遭到干扰。

结 论

成功地研制了玻璃毛细管交联柱和SCOT交联

柱。具有热稳定性好,柱效高,不被溶剂萃取及柱寿命长等优点。对烷、醇、多环芳烃等分离得到了满意的结果。

参 考 文 献

(1) L. Blomberg & T. Wännman, J. Chromatogr., 186, 159(1979).
 (2) S.R. Lipsky & W.J. McMurray, J. Chromatogr., 239, 61 (1982).
 (3) L. Blomberg & T. Wännman, J. Chromatogr., 168, 81(1979).

(收稿日期: 1985年4月18日)

Preparation and Application of In-Situ Cross-Linking of Polymer Coated Capillary GC Column *Iiu Li-shi, Zhang Liang-mei & Sun Xiao-jin Institute of Coal Chemistry, Academia Sinica, Taiyuan*

In the present paper, poly methylsiloxane and silicon tetrachloride are cross-linked in the presence of an initiator, such column has much higher stability and shows no deterioration on prolonged use. Furthermore, SCOT column is also prepared in analogous way. These in-situ cross-linked capillary GC columns show the good versatility for different mixtures especially for polynuclear aromatic hydrocarbons.

顶空色谱法测定食品添加剂中的残留溶剂

俞 燕 君

(北京市化工研究院)

食品添加剂在合成和后处理过程中常用有机溶剂,需对其进行定量测定。一般食品添加剂的分子量大,挥发性小,对其中所残留的微量挥发性溶剂的测定用顶空色谱法(HSGC)是最简便和有效的(1,2)。本方法是测定食品添加剂中残留的乙酸乙酯。固体样品溶于四氢呋喃(THF)一水混合溶剂中。OV-17毛细管柱分离。内加法定量,利用THF中与乙酸乙酯相邻,含量相近的杂质峰作参比标准与乙酸乙酯求相对峰面积值计算。操作条件的变化不影响定量的准确度。HSGC法测定要得到满意的定量结果,需要专门的仪器设备(3,4)。本方法用简单的仪器设备和简便的操作技术可得到满意的定量分析结果。

实 验 部 分

操作条件: 改装的北分厂 SP-2305 毛细管柱

色谱仪。C-R1B微处理机, FID检测器。自制的OV-17 SCOT柱,总柱效(理论塔板数)为101500。载气(N₂)线速度~15cm/分,分流比:65:1,柱温100℃。平衡容器是自制,体积为100ml玻璃平底烧瓶,上口用塑料法兰盘压住硅胶片密封。为减少吸附,在硅胶片内壁用三层聚四氟乙烯薄膜复盖,在超级恒温器中于43℃±1℃平衡40分钟以上。溶剂THF(二级),北京化工厂生产(必须同一批号)。

分离与定量: 图1是样品的THF一水溶液在密闭恒温平衡后的液上气相色谱图。

为减少定量误差,使气液平衡的液相中乙酸乙酯的活度系数保持定值,保证定量校正与样品分析处于同样的组成条件下进行,用峰面积增大的内加法作定量测定。

定量校正曲线的制备: 定量配置约为 3×10⁻⁴g

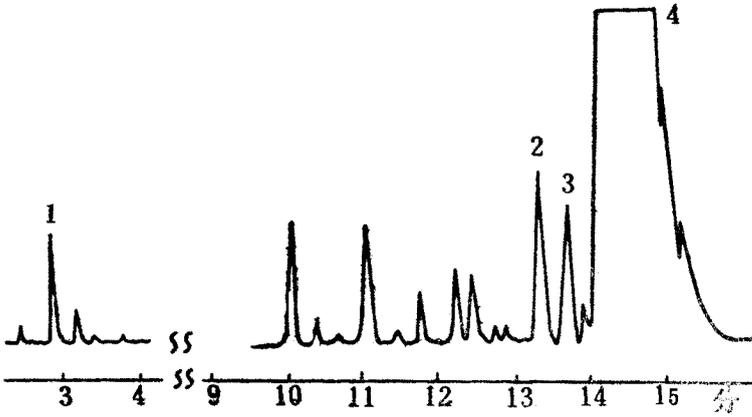


图 1 样品溶液液上气相色谱图

1. 乙醇 2. 参比标准物 S 3. 乙酸乙酯 4. THF (其它峰是THF中的杂质)

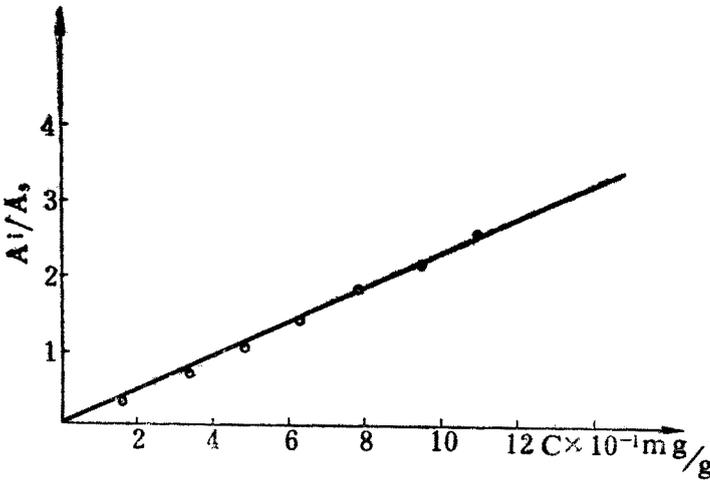


图 2 乙酸乙酯定量校正曲线

A_i/A_s 是定量加入的乙酸乙酯与参比标准 S 的峰面积比

ml 乙酸乙酯的 THF 标液。在 8 个平衡瓶中分别准确称约 1 克的同一样品，用移液管加入各个不同量的乙酸乙酯标液及 THF，使两者加入的总体积为 4ml；再加入 3ml 水，密封待样品完全溶解后，置于恒温浴中恒温 40 分钟以上。注射器取液上气相 2ml，注入色谱仪测定。图 2 是乙酸乙酯定量校正曲线。

因 8 个平衡瓶中所称样品重量不完全相同，需

要校正。未加入乙酸乙酯标液的样品重 W_g ，乙酸乙酯峰面积 A'_i ，参比物 S 的峰面积 A'_s ，求校正系数 $k = A'_i / A'_s \cdot W_g$ 。加入乙酸乙酯标液的样品重 W_L ，求出样品中原有的乙酸乙酯与参比物 S 的相对峰面积 $A_i^0 / A_s^0 = k \cdot W_L$ 。

样品分析：于两个平衡瓶内，分别准确称取约 1 克样品，用移液管加入 3ml 水，于一瓶内加入 4ml THF，另一瓶内加入 0.5ml 乙酸乙酯标液及 3.5ml THF。密闭溶解后，恒温平衡，取气相作色谱测定。求出相对峰面积比，计算 k 值校正后，按一般内加法计算。

结果与讨论

1. 表 1 列出了相对峰面积 (A_i/A_s) 与峰面积 (A_i) 定量计算的精密度与线性准确度。结果表明相对峰面积计算标准偏差小，精密度高。而峰面积定量对取样体积、取样部位的重现性要求高，操作中容易产生误差。从两种计算数据的回归分析来看

r 值表明乙酸乙酯浓度与相对峰面积之间的高度显著的。S 值说明方法的精度是良好的。与样品溶液直接进样作对比，定量结果非常相近。

2. 实验证明，用相对峰面积定量计算，对平衡温度的精度要求不高，可在 $\pm 4^\circ\text{C}$ 内波动。对液上取样量要求不严，可在 1.4—2.4ml 内变动不影响定量结果。样品溶液在密闭容器内于一定温度下平衡，处于正压取样。随取样次数增加，需抽吸取

表 1 两种定量计算的精密度与线性关系

项目 结果 方法	精 密 度		定 量 线 性 关 系			
	测定次数	相对偏差	试样数	回 归 方 程	相关系数 r	标准剩余差 S
以 A_i 计算	8	10.6%	7	$y = 0.942 + 5.399x$	0.900	0.966
以 A_i/A_s 计算	8	2.3%	7	$y = 2.443x - 0.099$	0.999	0.034

样(即负压取样)。表2的结果表明用 A_1 计算, 取样一定要处于正压状态, 瓶内压力变化会引起较大的误差。用 A_i/A_s 计算, 两种取样方式结果相

近, 增加取样次数不会引起明显的误差。总之, HSGC— A_i/A_s 定量计算对操作条件及操作技术的要求低, 使得操作简便定量准确。

表2 取样条件对两种定量计算的影响

计算方法		取样次数					平均值	标准偏差
		1	2	3	4	5		
以峰面积计	正压取样	0.033	0.032	0.035	0.032	0.030	0.032	5.85%
	抽吸取样	0.048	0.041	0.055	0.050	0.029	0.045	22.39%
以相对峰面积计	正压取样	0.032	0.032	0.034	0.033	0.033	0.033	2.62%
	抽吸取样	0.032	0.034	0.032	0.032	0.033	0.033	3.03%

参 考 文 献

- (1) H. Hachenberg & A. P. Schmidt, "Gas Chromatographic Headspace Analysis Heyden, London, 1977.
- (2) B.V. Ioffe & A. G. Vitenberg, "Head-Space Analysis and Related Methods in Gas Chromatography" Wiley-Interscience, New York, 1984.
- (3) B. KolB, J. Chromatography, 122, 553(1976),
- (4) Michael Dong, Andrew H. Diedwardo and Fred Zitomer, J. Chromatographic Science, Vol. 18, May(1980).

(收稿日期: 1985年6月)

Determination of Residual Ethyl Acetate in Food Additive by Headspace Gas Chromatography Yu Yan-jun Beijing City Chemical Industrial

Research Institute

Determination of residual ethyl acetate in food additive by gas chromatographic headspace analysis is the most sensitive and effective method. In this work an OV-17 SCOT capillary column and an FID detector are used. Calibration is carried out by the method of increasing peak area of a known additive. The impurity of solvent THF is used as a reference standard. Quantitative calculation is based on the relative peak area between ethyl acetate and the impurity. Data is handled with regression analysis. A linear relationship of relative peak area versus concentration of ethyl acetate in the sample is obtained. The variation of operational conditions does not influence the quantitative accuracy. Satisfactory quantitative results can be achieved with simple instruments under easily controlled conditions.

大连市化学会色谱学会成立

在中国科学院化学学部委员卢佩章教授倡议和支持下, 经大连市科协学会部批准, 大连市化学会色谱学会于1986年9月5日正式成立。第一次会员代表大会的代表来自科研、高等院校、工厂企业的色谱工作者共55名。经民主协商, 以不记名投票方式选举产生了第一届理事会, 并一致推举中国化学会色谱学会主任委员卢佩章教授兼任大连色谱学会名誉理事长。

在代表会议期间, 正在中国访问讲学的荷兰色谱专家J. A. Rijks教授, 以及大连工学院化工学院化学系主任大连市化学会理事长袁履冰教授分别到会表示祝贺。

第一届理事会产生了理事长一名, 副理事长四名, 秘书长一名。学会挂靠单位是大连色谱技术开发公司。理事会商定学会的宗旨是加强色谱工作者的横向联合和学术交流, 团结广大色谱工作者, 为加速大连市的科技发展特别是促进色谱科学及其应用技术的普及提高做出贡献。理事会还讨论了学会近期和长远的活动计划, 准备召开学会年会; 开办普及、专业和提高三个水平的色谱讲习班; 进行技术咨询服务; 筹办不定期会刊“大连色谱通讯”等。会员代表一致认为, 学会应作为“窗口”, 以便于加强与省内外、国内外色谱同行间的业务联系和学术交往。

(张述忠供稿)