

双铅火药乙醚提取液中组分的高效液相色谱分析

周申范 古 琼 戈建中

(华东工学院, 南京, 210014)

液相色谱分析火炸药样品具有分析速度快、精度高、不需要破坏样品等优点, 所以对火炸药的分析和监测是一种很好的方法。

双铅-2火药是以硝化棉(NC)、硝化甘油(NG)、二硝基甲苯为能量成分的制式发射药, 其成分还有二号中定剂、白垩土以及工艺附加物凡士林。双铅药乙醚提取液中含硝化甘油、三硝基甲苯(TNT)、二硝基甲苯(2,6-DNT, 2,4-DNT), 二号中定剂(C₂)。

流动相配比的确定是按卢佩章(1)提出的方程式 $\ln k' = a + b \ln \phi + c \phi$ 进行的, 其中 k' 是容量因子, ϕ 是流动相的甲醇和水的体积比。a, b, c 为待定的常数。为方便计, 我们采用了直线回归, 略去了对数项, 其方程如下:

NG	$\ln k' = 6.191 - 7.262\phi$	$\gamma = 0.9884$
α -TNT	$\ln k' = 6.102 - 7.050\phi$	$\gamma = 0.9952$
2,4-DNT	$\ln k' = 7.022 - 7.674\phi$	$\gamma = 0.9963$
2,6-DNT	$\ln k' = 6.805 - 7.571\phi$	$\gamma = 0.9936$
o-MNT	$\ln k' = 7.828 - 8.531\phi$	$\gamma = 0.9925$
C ₂	$\ln k' = 9.617 - 10.340\phi$	$\gamma = 0.9846$

一般认为 $k' = 1 \sim 10$ 的范围内较好。假定最后一个峰的 $k' = 10$, 将其代入最后一个峰的 C₂ 方程中, 得 $\phi = 0.707$ 。再由此值代回上述方程得: NG: $k' = 2.877$, α -TNT: $k' = 3.058$, 2,6-DNT: $k' = 4.273$, 2,4-DNT: $k' = 5.308$, o-MNT: $k' = 6.029$, C₂: $k' = 10.00$ 这样可以预测出峰的位置。通过68%, 70%, 72% 甲醇水的实验证明与预测值一致。故采用的流动相配比为70/30。其他色谱条件是按参考文献(2, 3)确定的, 结果见图1。

将一待测样品, 在相同的色谱条件下, 平行测定十次, 测得结果如下:

称取刨花状标准火药样品于已恒重的滤杯中, 将滤杯放入提取器中, 加入25ml乙醚, 控制水浴温度55℃左右, 提取2小时后, 将乙醚提取物置于55℃水浴上, 使乙醚挥发至残余物中无乙醚味为止。用甲醇少量多次地将提取物转移至10ml容量瓶中, 并用甲醇稀释至刻度线, 再用移液管从上面

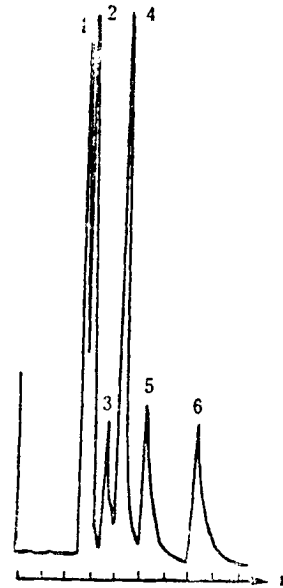


图1 双铅-2火药乙醚提取液的色谱图
 色谱仪: 日立635型色谱仪; 色谱柱: $\phi 4 \times 15$ mm 不锈钢柱, 内装 YQG-C₁₈H₃₇(GX) 5 μ 固定相; 流动相: 甲醇: 水 = 70:30 (V/V); 流速: 0.8 ml/min; 检测器: UV220nm; 温度: 环境温度; 纸速: 2.5 mm/min; 进样量: 1.4 μ l; 色谱峰: 1. NG, 2. α -TNT, 3. 2,6-DNT, 4. 2,4-DNT, 5. o-MNT(内标, 邻硝基甲苯), 6. C₂

表1 样品色谱分析结果

样 品	NG	α -TNT	2,6-DNT	2,4-DNT	C ₂
标准偏差	0.13	0.10	0.20	0.03	0.05
散度系数 (%)	0.52	4.50	1.50	0.55	1.66
置信范围	25.23 ± 0.09	2.22 ± 0.07	1.31 ± 0.01	5.49 ± 0.02	3.01 ± 0.04

的10ml待测液中移出2.0ml放入另一10ml容量瓶中, 加入1.00ml内标液(约为10mg/ml), 取1.4 μ l进样, 用标准火药测定八次, 结果无一超差。

参 考 文 献

- (1) 卢佩章、戴朝政,《色谱理论基础》,华东化工学院,1936,p.172.
- (2) 周申范、李佩芳、张国安,色谱,2,73(1937).
- (3) 王恩琪、李佩芳,华东化工学院学报,1,107(1987).

(收稿日期:1938年10月6日)

Analysis of the Ether Extract of Double-Lead Propellant by High Performance Liquid Chromatography
 Zhou Shenfan, Gu Qiong and Ge Jiansheng,
 East China Institute of Technology, Nanjing
 ,210014

Nitroglycerine (NG), α -trinitrotoluene (α -

TNT), 2,6-dinitrotoluene (2,6-DNT), 2,4-dinitrotoluene (2,4-DNT) and Centralite II(C₂) in the ether extract of the double-lead propellant have been separated and determined by reversed-phase high performance liquid chromatography (HPLC) under the following conditions:the column: $\phi 4 \times 150$ mm stainless steel column packed with stationary phase YQG-C₁₈H₃₇ (G. X., 5 μ), mobile phase:methanol/water=70/30 (V/V), detector:UV220nm, flow rate 0.3ml/min and p-nitroluene as an internal standard. The coefficients of variation(C V) were 0.52%(NG),4.50%(α -TNT),1.53%(2,6-DNT), 0.55%(2,4-DNT) and 1.66%(C₂) respectively.

离子对反相高效液相色谱法同时测定酱油及 软饮料类样品中的防腐剂、甜味剂和人工合成色素

周胜银 李 琚

(武汉市产品质量监督检验所, 430015)

防腐剂、甜味剂及人工合成色素的逐一高效液相色谱检测方法,国内外已有过报道[1-4]。本文所介绍的方法是以Zorbax-ODS为固定相,柠檬酸三铵为离子对试剂,甲醇乙腈水溶液为流动相梯度

洗脱同时测定酱油及软饮料类样品中的防腐剂、甜味剂和人工合成色素。方法的精密度高,准确性好,样品处理简单。

征 文 通 知

第二届全国“生物医学色谱学术会议”由中国药科大学和中国军事医学科学院承办,定于1990年10月17日至20日在南京召开。征稿截止时间:1990年5月31日(以邮戳日期为准)。

会议内容包括色谱法及有关技术、理论及其在生物医学等方面的应用。

应征稿请用稿纸写成1500字左右的详细摘要(包括必要的数据、图表),字迹清晰工整,一式三份,挂号邮寄。北京地区征文寄:北京太平路27号中国军事医学科学院放射医学研究所马立人,邮政编码:100850。京外地区征文寄:南京童家巷24号中国药科大学分析计算中心盛龙生,邮政编码:210009。已在其它会议上宣读过或在学术刊物上发表过的论文不予录用。论文一经审定将及时通知评审结果。录用的论文将要求按规定格式打印,会议筹备组将胶印装订成册。