

液相色譜应用报告集

目 录

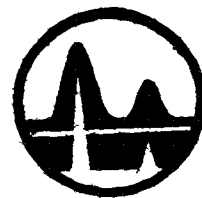
1. 液-液色譜中用 Micro Pak 柱改善分辨率
R.E. Majors.....1—2
2. 液-液色譜原位涂布技术应用于杀虫剂的色譜分离
R.E. Majors.....1—1
3. 液相色譜分离和定量有机金属络合物
E. Graf.....1—1
4. 分离三苯甲基糖时薄层色譜法与高效液相色譜法的比较
T.Ottake 和 M.Yaguchi.....1—2
5. 卡那霉素的液相色譜分析
T.Ottake 和 M.Yaguchi.....1—1
6. 液相色譜中的定性分析柱
聚乙二醇和氧二丙腈选择性的比较
R.E. Majors.....1—2
7. 抗癌抗菌素在 MicroPak 柱上的分离
R.E. Majors.....1—1
8. 液-固色譜中 MicroPak A1 柱的应用
R.E. Majors.....1—2
9. 用 Variscan 检测器进行取代的烷秀化合物的液相色譜分离和功能团检测
R.E. Majors.....1—1
10. MicroPak-NH₂ 柱在阴离子交换色譜中的应用
R.E. Majors.....1—1
11. 大豆卵磷脂的色譜法
C.D.Carr 和 K.Loeffler.....1—1
12. 用串联双紫外检测器分离脂溶性维生素
C.D.Carr 和 K.Loeffler.....1—1
13. 表面活性剂的色譜分离: 卵磷脂、壬苯聚醇-4和壬苯聚醇-9的鉴定
C.D.Carr 和 K.Loeffler.....1—2
14. 油膏中强的松龙乙酸酯的色譜分析
H.Kern 和 K.Lotscher.....1—2
15. 利用溶剂程序分离 N-乙酰-2-(3',4'-二甲氧基苯基)乙胺和褪黑激素
H.Kern 和 K.Lotscher.....1—1
16. 双三氯酚的高效液相色譜分析
C.D.Carr 和 K.Loeffler.....1—1
17. 土霉素的分析
K.Loeffler.....1—2
18. 液相色譜中柱体的选择
R.Stevenson, D.Carr 和 R.Pescar.....1—2
19. 用 Variscan 检测器检测杂质
C.D.Carr 和 K.Loeffler.....1—1
20. 液相色譜分析与停流扫描
R.Loeffler.....1—2
21. 在波长 210 nm 处分析甾体
C.D.Carr 和 K.Loeffler.....1—2
22. 用高效柱作再循环色譜
C.D.Carr.....1—2
23. 青霉素的液相色譜分析
T.Ottake 和 M.Yaguchi.....1—1
24. 相似除草剂的快速分析
S.Reifsneider 和 J.Gotkis.....1—2
25. 二氯苯二甲基脲和它的分解产物的分离
G.Legendre 和 R.E. Majors.....1—1
26. 血浆中茶碱的分析
S.Abbott, R.Pescar 和 J.Berg.....1—2
27. 饮料中咖啡碱的定量测定
E.L.Johnson 和 D.D.Bowen.....1—2
28. 用液相色譜法分离和定量分析酚噻嗪类化合物
E.Gaetani 和 C.F.Laureri.....1—3
29. 药物制剂中皮质类固醇的分离和定量
E.Gaetani 和 C.F.Laureri.....1—3
30. 高效液相色譜法分离过氧化合物和氢过氧化合物
E.Johnson.....1—3
31. 对苯二甲亚硝酰胺的液相色譜分析
E.Johnson.....1—3
32. 麦角酰二乙胺的高效液相色譜—荧光测定
S.R.Abbott 和 J.R.Berg.....1—3
33. 鬼笔鹅膏蕈中环肽毒素的高效液相色譜分析

- S. R. Abbott 和 J. R. Berg 1—3
34. 用反相液相色谱法快速分析血中的茶碱
J. Berg 和 S. Abbott 1—2
35. 用反相离子对分配色谱法微量测定废水中直链烷基苯磺酸盐表面活性剂
R. Gloor, E. Johnson 和 R. Majors 1—6
36. 酒中主要酸的快速分析
J. R. Berg 1—3
37. 水中微量尿素、丙烯腈和三聚腈胺的测定
E. Johnson 1—3
38. 粗制高分子肽的分离
E. Johnson 1—2
39. 二硫化物交换的研究
E. Johnson 1—2
40. 高分子量季铵的反相离子对色谱分析
E. Johnson 1—4
41. 用高效液相色谱法测定游离脂肪酸
E. Johnson 和 R. Gloor 1—5
42. 高效液相色谱分析生物体液中 Δ^9 -四氢大麻醇和代谢物
S. R. Abbott, J. R. Berg, K. Q. Loeffler 和 S. L. Kanter 1—3
43. 双波长吸收检测用于高效液相色谱分析生物体液中
的大麻素
J. R. Berg 和 S. R. Abbott 1—2
44. 用荧光分光光度计检测吡啶类化合物的分离情况
J. R. Berg 1—2
45. 药品和食品中糖精的测定
J. R. Berg 1—2
46. 高效液相色谱中柱的选择
S. Abbott 和 R. Majors 1—4
47. 反相色谱测定聚乙烯添加剂
E. Johnson 1—4
48. 用填充池提高黄曲霉素的荧光检测性
E. L. Johnson 和 A. Abu-Shumays 1—3
49. 利用衍生反应作脂肪酸的荧光检测
E. L. Johnson 1—3
50. 排阻色谱分离水丙烯酸中的丙烯酸齐聚物
R. E. Majors 1—3
51. 血浆中奎尼丁的离子对色谱分离
E. Gaefani, C. F. haureiri, G. Vaona 和 R. E. Majors 1—2
52. 血浆中色氨酸的 HPLC-荧光测定
R. E. Majors 1—2
53. 用凝胶渗透柱分析硫
R. E. Majors 1—3
54. 丹磺酰氯衍生法作生物胺的分析
E. L. Johnson 1—2
55. 硝基醇类的 HPLC 分离
E. L. Johnson 1—2
56. HPLC-荧光法中滤色片的选择
S. R. Abbott 1—3
57. 沥青和重油粗质分离成沥青质、树脂和芳烃
C. Reichert 和 E. L. Johnson 1—2
58. 软饮料中糖的高效液相色谱分析
C. T. Wehr 1—3
59. 用排阻色谱法测定聚苯乙烯包装材料的分子量
R. E. Majors 1—4
60. 组织提取液中核苷和核苷酸的直接离子交换高效液
相色谱分离
F. Klein 和 W. Sadee 1—3
61. 分析多种维生素制剂中的水溶性维生素
C. T. Wehr 1—6
62. 药物制剂中脂溶性维生素的分离
C. T. Wehr 1—8
63. 油、脂中甘油酯的分离
S. R. Abbott 1—3
64. 滑润剂的分离
R. E. Majors 和 E. L. Johnson 1—4
65. 在 MicroPak AX-10 柱上分离核苷及核苷酸
S. R. Abbott 和 C. T. Wehr 1—4
66. I. 鸦片中主要生物碱的测定
K. Imhof 1—4
II. 麻醉性镇痛药的离子对色谱分离
C. T. Wehr 和 S. Abbott
67. 高效液相色谱法测定各种食品中的糖
P. A. Realini 1—6
68. 用荧光和紫外吸收检测法分析污染的空气样品
B. A. Realini 1—5
69. 面色类食品中烟酸的测定
C. T. Wehr 1—4
70. 血清中血红蛋白 Alc 的测定
L. Larson 1—2
71. 体液中双异丙吡胺的测定
L. Larson 1—2
72. 苯代乙内酰硫脲(PTH)-氨基酸的分离

- A. Realini.....1—4
73. 应用微处理机控制的液相色谱仪作动力学研究和液流过程分析
P. A. Realini.....1—5
74. 血浆中茶碱水平的测定
L. Larson1—2
75. 辣椒素的制备规模分离
P. A. Realini.....1—3
76. 工业处方中没食子酸和焦没食子酸的分离
P. A. Realini.....1—2
77. 测定软饮料中的糖精、苯甲酸、咖啡碱和奎宁
E. T. Wehr.....1—4
78. 血清中奎尼宁的测定
L. Larson1—2
79. 口服避孕药剂型中合成雌激素的测定
C. L. Bruce.....1—5
80. 高效液相色谱中溶剂的自动遴选
P. A. Realini.....1—1
81. 血清中某些抗疟药的测定
L. Larson1—2
82. 生物材料中核苷酸、核苷和碱基的同时测定
C. T. Wehr.....1—3
83. 三羧酸循环中有机酸的分析
C. T. Wehr.....1—3
84. 用反相色谱分离低分子量肽
C. T. Wehr.....1—3
85. 酒中有机酸的分析
C. T. Wehr.....1—2
86. 用 5020 型高效液相色谱仪及 8055 自动进样器发展成自动色谱分离方法
G. L. Bruce.....1—4
87. 血清中某些三环抗忧郁药的测定
L. Larson1—2
88. 废水中 2,4-滴和三氯苯氧丙酸的反相分离
P. A. Realini.....1—2
89. 血清中普鲁卡因酰胺和 N-乙酰普鲁卡因酰胺的测定
L. Larson1—2
90. 复合热金属粘合剂的凝胶渗透色谱分离
P. A. Realini.....1—2
91. 废水中多核芳烃的测定
P. A. Realini.....1—4
92. 用反相高效液相色谱法测定血浆中 8-甲氧基补骨脂内酯
C. L. Zimmerman1—4
93. 杀草剂处方中二氯茴香酸、2,4-滴和 2-甲-4-氯苯氧丙酸的反相分离
P. A. Realini.....1—2
94. 双异氰酸甲苯的高效液相色谱分析
M. P. Henry 和 H. M. McNair.....1—3
95. 应用 Micropak TSK H 型柱作高聚物的分子排阻分离
P. A. Realini.....1—7
96. 水中痕量酚的测定
P. A. Realini.....1—5
97. 测定巧克力产品中的可可碱和咖啡碱
F. Klink.....1—4
98. 在 5 微米键合相柱 (MicroPak MCH-5) 上进行高效阴离子交换分离
S. Abbott1—3
99. 聚氨酯聚合物和反应剂的高效分子排阻色谱分析
T. Alfredson1—5
100. 蛋白质的高速排阻色谱分析
C. T. Wehr.....1—5
101. 核酸的高速排阻色谱分析
C. T. Wehr1—3
102. 用高速空间排阻柱回收蛋白质
C. T. Wehr1—2
103. 尿中吡啶的高效液相色谱-荧光分析
S. R. Abbott1—4
104. 用高效液相色谱作烃的组簇分析
T. Alfredson1—5
105. 修饰核苷的反相分离
C. T. Wehr 和 L. Correia.....1—3
106. 水相立体排阻中的选择性: 果胶的分离
F. Klink.....1—4
107. 用高效分子排阻色谱法快速测定聚合物的分子量
C. Huffman 和 T. Alfredson1—4
108. 用反相高压液相色谱分析含肉桂醛的天然和合成产物
E. P. Pittz, P. Stankavich 和 E. J. Singer.....1—2
109. 工业聚合物的高效排阻色谱分析
C. Huffmann 和 T. Alfredson1—4
110. 醇酸树脂的高效排阻色谱分析
C. Huffman 和 T. Alfredson.....1—4
111. 高效液相色谱中应用荧光法时滤光片的选择

- S. Abbott1—8
112. 高效液相色谱分离蛋白质和多肽
C. T. Wehr1—3
113. 用 5020 型高效液相色谱仪分析水时的在线痕量富集技术
M. Schönmaan1—6
114. 多种维生素制剂中水溶性维生素的分析
C. T. Wehr 和 L. Correia1—3
115. 用高效液相色谱作护肤霜配方中对羟苯甲酸酯的定量分析
T. Alfredson 和 L. Tallman1—3
116. 用高效液相色谱分析邻苯二甲酸酯
T. Alfredson 和 T. Tallman1—5
117. 用柱后反应和荧光检测法作氨基酸的高效液相色谱分析
K. Kloffler1—6
118. 人造黄油中维生素 A 的快速定量分析
C. Wattenhofer1—3
119. 植物油中甘油三酯的高效液相色谱分析
L. Tallman1—6
120. 用高效液相色谱法分离血清蛋白
T. Schlabach1—3
121. 肽类反相色谱分离时固定相和流动相的选择
C. T. Wehr 和 L. Correia1—4
122. 涂料和粘合剂配方中聚合物的高效立体排阻分析
T. Alfredson 和 J. Tschida1—4
123. 聚烯烃添加剂的反相梯度分析
T. Alfredson1—4
124. 在 MicroPak MCH-5 15 厘米柱上快速反相分离肽类
C. T. Wehr 和 L. Correia1—3
125. 调节性核苷酸在强、弱阴离子交换剂上的分离
C. T. Wehr1—5
126. 血清中安定和去甲安定的测定
J. E. Wallace1—3
127. 用高效离子交换色谱作异构物的寡脱氧核苷酸的分离和序列分析
M. Dizdaroğlu1—4
128. 用高效阴离子交换色谱分离二肽
M. Dizdaroğlu1—4
129. 蛋白质分子排阻色谱中保护柱的应用
L. Correia1—4
130. 合成水溶性聚合物的水相高效排阻色谱
T. Alfredson, L. Tallman 和 T. Wehr1—7
131. 在 AX-5 15 厘米柱上快速分离核苷酸、核苷和碱基
L. Correia1—4
132. 用高效液相色谱法测定空气中的甲醛
J. E. Girard 和 J. R. Heuser1—5
133. 糖的高效液相色谱分析: 柱的比较
L. Tallman1—6
134. 用 MicroPak TSK PW 型凝胶柱作蛋白质的快速排阻色谱
C. T. Wehr, T. A. Alfredson 和 L. Tallman1—4
135. 用水相分子排阻色谱分析糖类
L. Tallman 和 T. Alfredson1—5
136. 用茚三酮柱后反应系统分析氨基酸
T. Schlabach1—5
137. 用高效短柱作快速液相色谱分析
R. L. Cunico1—5
138. 白酒中山梨酸的快速分析
L. Nerhammer1—4
139. 用荧光胺柱后反应系统检测肽和氨基酸
T. Schlabach1—6
140. 用离子色谱作水中阴离子的定量
C. Wattenhofer1—5
141. 用分析型高效液相色谱仪作蛋白质的半制备色谱分离
C. T. Wehr, R. L. Cunico 和 L. Correia1—5
142. 在 MicroPak 蛋白 C₁₈ 柱上作蛋白质的反相色谱分离
C. T. Wehr 和 L. Correia1—5
143. 用全氟代溶剂作烃的高效液相色谱组族分析
L. Tallman1—7
144. 用配套流动相饱和性延长色谱柱的寿命
L. Correia1—2

Liquid Chromatographs



应用报告 1

液-液色谱中用 MicroPak 柱 改善分辨率

R.E. Majors

多孔薄壳珠状 (PLB) 填料在液相色谱柱中具有高效的特点, 但往往对难度较大的分离分辨率不高。液-液色谱中的分辨率可以由增加柱内固定相的量来提高。采用 MicroPak 柱就有可能得到较高的负载量 (增高 30% 或更多), 同时也相应地改善了分辨率。图 1-1A 中的色谱图是芳香族胺在一涂布了 33% β - β' -氧二丙腈 (ODPN) 的 MicroPak 柱上极快速分离的情况。色谱图 1-1B 显示多孔薄壳珠状填料在相同条件下所得的结果。请注意在 MicroPak 柱上前面二个峰的分辨率 (3.2) 较多孔薄壳珠柱上所得者 ($R=0.8$) 优 4 倍。

液-液色谱中的分辨率是动力学和热力学的复杂函数。增高柱效 (动力学) 或柱对溶质的亲和力都可以提高分辨率。虽然流速不同, 图 1-1 中的两种柱的柱效是相近似的 ($HETP \approx 0.3\text{mm}$)。MicroPak 柱含约 0.1 g. ODPN, 而多孔薄壳珠只用 0.02g ODPN 饱和, ODPN 量的增多提高了柱对溶质的亲和力, 从而改善了分辨率。涂层的 MicroPak 柱的主要优点在于较高的液相负载量, 而使分辨率有所提高。

MicroPak 为 Varian 公司的商品名称。

本工作中所用仪器设备

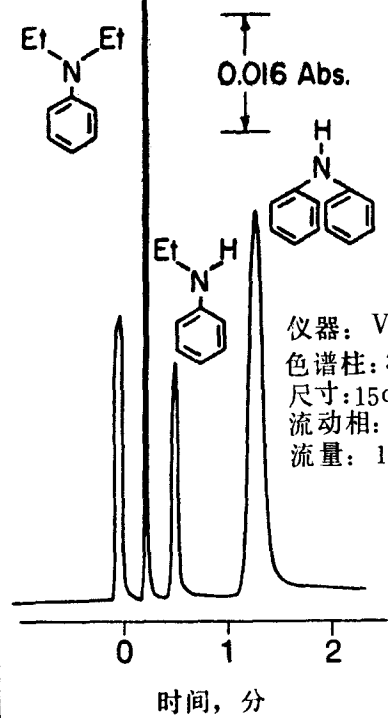
β - β' 氧二丙腈 (ODPN) 50g. 目录号 82-001475-00

含 30% ODPN 的他和柱 目录号 07-000068-00

MicroPak 柱 目录号 07-000066-00 15cm \times 2mm

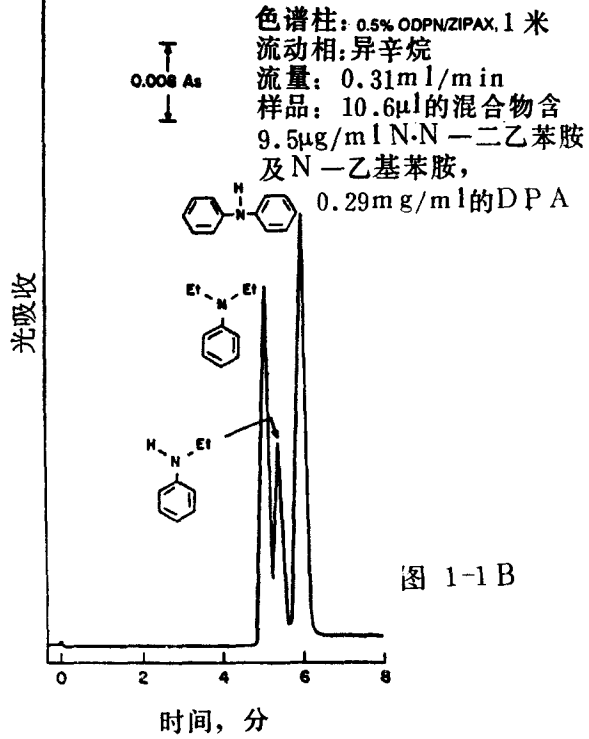
在小粒径颗粒如 Lichrosorb 上涂有 30% ODPN Lichrosorb 为 E. Merck Darmstadt, 德国的产品

芳胺抗氧化剂在多孔薄壳珠上的液相色谱



仪器: Varian Aerograph 4000
 色谱柱: 33% ODPN on MicroPak
 尺寸: 15cm × 2.1mm
 流动相: 异辛烷
 流量: 105ml/hr

图 1-1 A

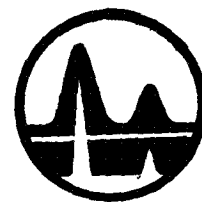


色谱柱: 0.5% ODPN/ZIPAX, 1米
 流动相: 异辛烷
 流量: 0.31ml/min
 样品: 10.6μl的混合物含
 9.5μg/ml N,N-二乙苯胺
 及 N-乙基苯胺,
 0.29mg/ml 的 DPA

图 1-1 B

(马立人译)

Liquid Chromatographs



应用报告 2

液-液色谱原位涂布技术应用 于杀虫剂的色谱分离

R.E. Majols

液-液色谱 (LLC) 有较高的选择性, 有时需用固定液涂布 MicroPak 柱。但是, 因为是预装柱, MicroPak 柱的原位涂布就需要一种特殊的技术。下图是几种重要的商品杀虫剂的分离图谱。这种分离是在 50cm Micropak 柱上涂布了 33% β, β' 氧二丙腈 (ODPN) 的柱上完成的。

下面介绍用 33% ODPN 涂布 MicroPak 的方法

1. 大约 50ml 20% (v/v) ODPN 的甲烯氯溶液通过 MicroPak 柱。

2. 将柱入口联接到 80psi 的惰性气源, 使惰性气体通过色谱柱最少半小时以干燥柱。

3. 气体连续地流过时, 加热柱子到 75°C 达 0.5 小时, 以使 ODPN 均匀涂布。在气相色谱柱箱中这样做是方便的。

4. 将色谱柱接至色谱仪上, 并将一支用 30% ODPN 饱和的 60-80 目硅胶装填成的饱和柱接在进样器之前, 把 30% 的 ODPN 使流动相先被饱和, 到此柱系统准备完毕, 待用。

有时希望改变柱中固定相的量以调整容量因子 K' 值, 而较高的负载量常可改善分辨率。

柱中固定相 (ODPN) 的重量百分率可以通过改变二氯甲烷涂布溶液中的 ODPN 量加以控制。表 1 列出三种不同浓度的大致涂布量。

表 1,

二氯甲烷中 ODPN 的体积百分数	MicroPak 柱中 ODPN 的近似重量百分数
10	16 ± 2
20	33 ± 2
30	45 ± 2

必要时涂布的 MicroPak 柱可以洗掉, 再用新的液相重新涂布, 除 ODPN 以外, 聚乙醇 400 和 1,3-丙二醇也是常规 LLC 色谱中惯用的极性液相固定相。

本工作采用的仪器设备

用 30% ODPN 涂布的 50cm MicroPak 柱, (P/N 07-000067-00)

50mg β, β' 氧二丙腈, (P/N 82-001475-00)

饱和柱, 为 30% ODPN 涂布的 30-60 目硅胶, (P/N 07-000063-00)。

未涂布的 MicroPak 吸附柱, 2mm × 50cm (P/N 07-000058-00)

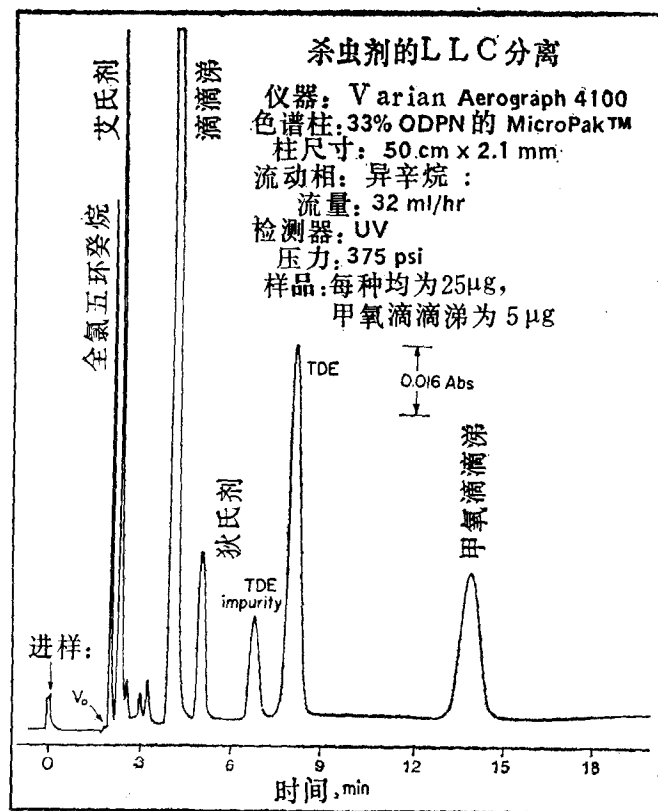
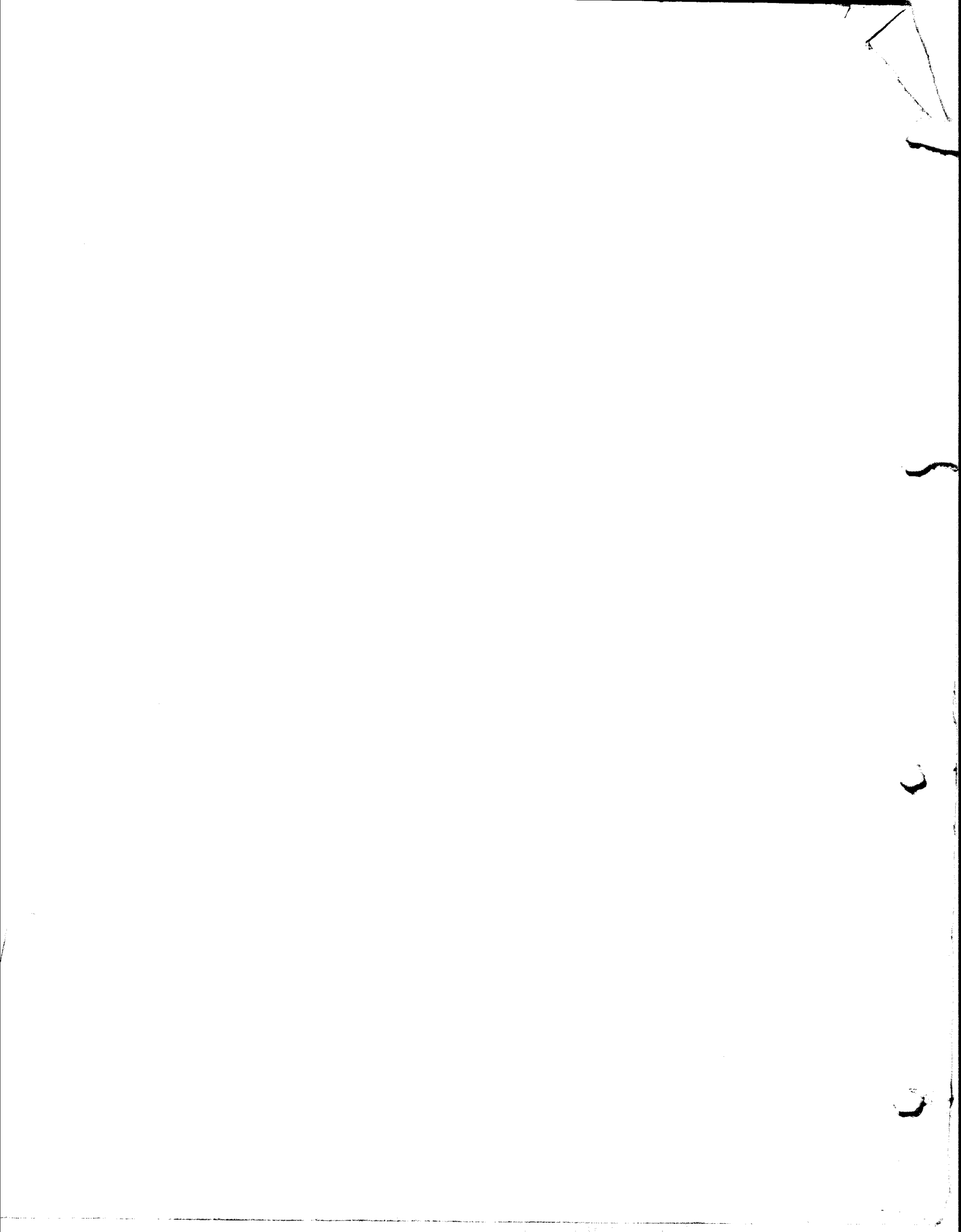
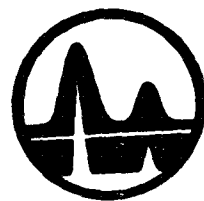


图 2-1

(蒋中华译 马立人校)



Liquid Chromatographs



应用报告 3

液相色谱分离和定量 有机金属络合物

R. E. Graf

有机金属络合物在生物体内的许多能量转换和传递机理方面是十分重要的。人体内的血红蛋白和绿色植物中的叶绿素，它们的能量转换与这种络合物有关。有机金属络合物在某些维生素 (B12) 和基因的稳定化方面也起重要作用。

利用气相色谱研究过某些金属络合物。在实际使用这一技术时，许多金属络合物对热不稳定，液相色谱条件比较温和，不论是正相还是反相色谱都能保护热不稳定的金属络合物。

色谱图表明铁的三羰基 (二烯酮) 离子络合物顺、反异构体的分离和定量。测得的峰面积必须对 254 nm 的相对克分子吸光系数进行校正。

检测器: UV 254nm 0.64AUFS

分离类型: 反相色谱柱

Permaphase™ ODS 500nm × 2.0mm

流动相: 45% 甲醇水溶液

流速: 18ml/hr 100PSi

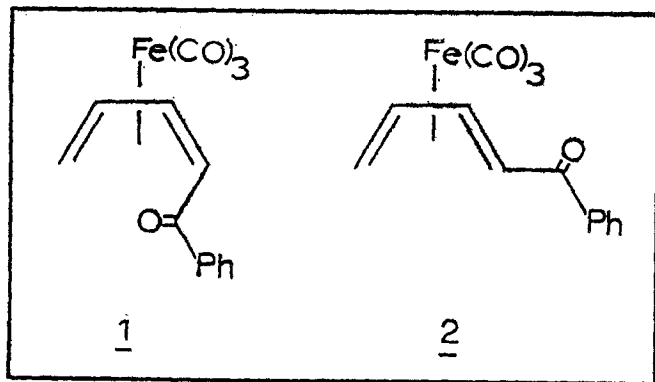


图 3-1

(蒋中华译 马立人校)

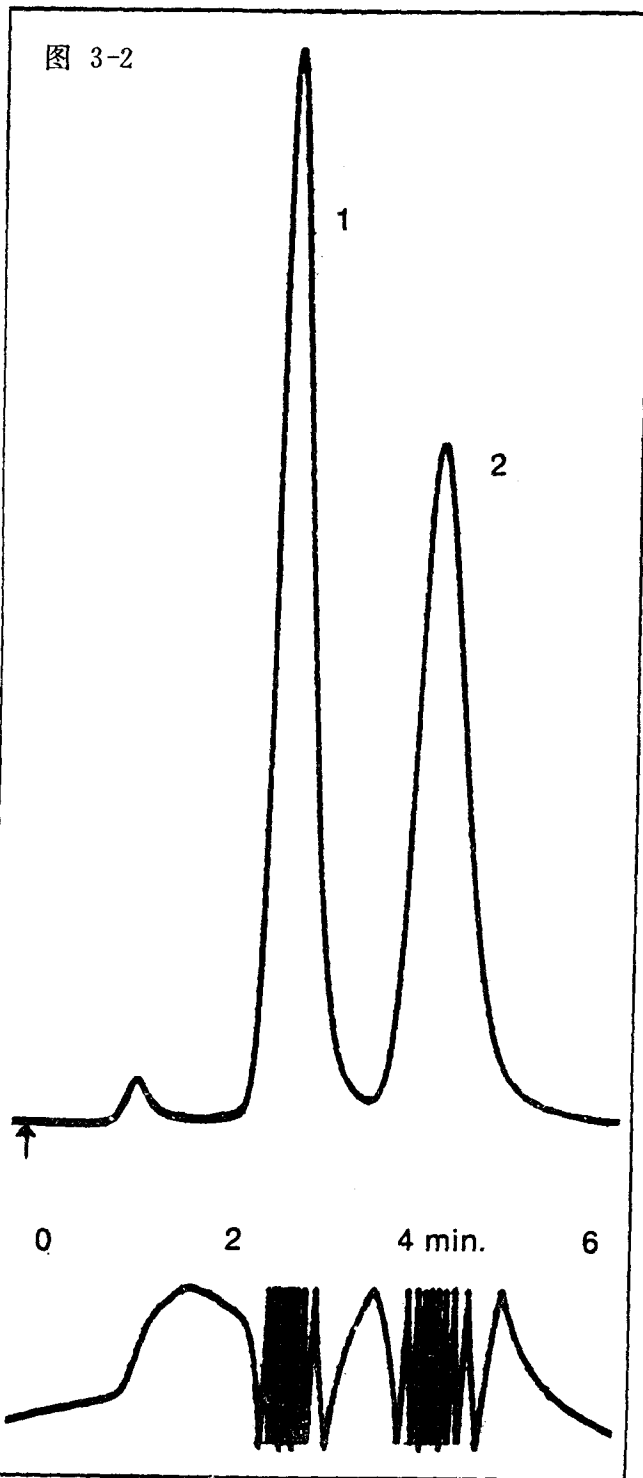


图 3-2

Liquid Chromatographs



应用报告 4

分离三苯甲基糖时薄层色谱法和高效液相色谱法的比较

T. Ottake 和 M. Yaguchi

人们已认识到大量的薄层色谱(TLC)分离资料可以作为液相色谱(LC)的先导。但是,实际上已经证明这些资料应用于HPLC中是有些差别的,因为许多TLC的溶剂与LC的检测器并不相容,况且,TLC中存在着溶剂分相现象,使混合溶剂的组分在板上以不同的速度迁移,形成溶剂梯度,的确是个问题。

图4-1是三苯基氯甲烷与蔗糖反应产物的一个分离实例。这里展开溶剂中所含丙酮与紫外检测器不相容,水和甲醇比氯仿运动慢,形成极性递增的溶液梯度,故而具有较低的 R_f 值。

对HPLC来说,TLC中用作展开剂的丙酮和水也可用相似极性和功能的异丙醇和四氢呋喃代替,从而避免了UV检测器的吸收和溶剂的分相问题。

图4-2中的谱图是梯度洗脱的结果,其中第一个泵充满溶剂A,己烷;第二个泵充满溶剂B,50%四氢呋

喃的异丙醇溶液。用Varian Aelograph 4200液相色谱仪,配用MicroPak柱。开始,程序器设在15%溶剂B,以1.5%/分的百分速率递增。准确地控制流速,就能得到相应的溶剂组成。

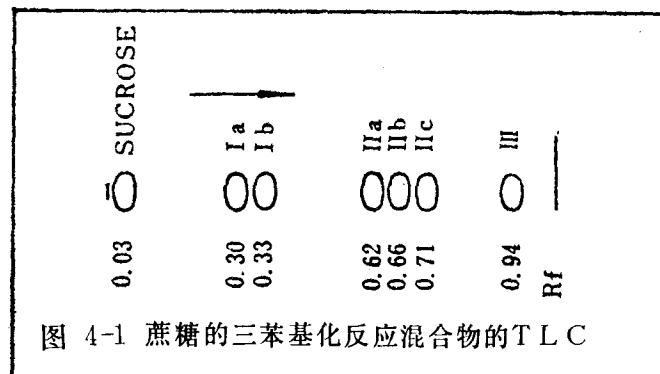


图 4-1 蔗糖的三苯基化反应混合物的TLC

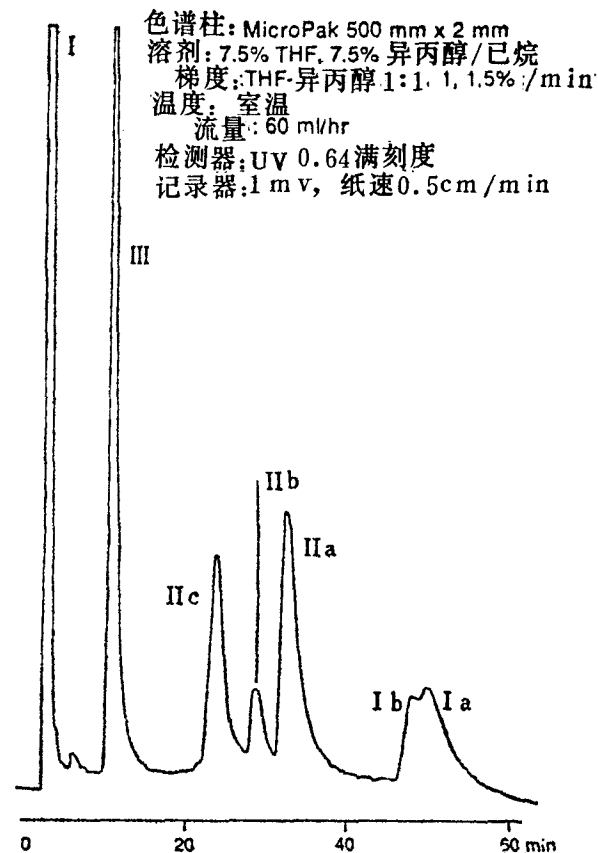
洗脱顺序与TLC所现相同,极性最小(取代基较多)的化合物首先洗出。然而,吸附色谱的优点表现为,有极好的分析二元取代的三苯甲基糖异构体的能力。用较长的柱子和较慢的梯度可以改善单取代异构体的分离,但本图中已可清楚地显示出2个组分。

本工作所用的设备

MicroPak柱 50cm×2.0mm,(P/N07-000058-00)

MicroPak是varian公司的商标。

用4200型色谱仪进行分析 3 μ l 蔗糖与
三苯基氯甲烷反应混合物



• 432mg蔗糖与412.5mg三苯基氯甲烷在(20ml)吡啶中静置5天, 浓缩后的反应液加到正丁醇/水中分配, 然后蒸干有机相, 残渣配成10%的二氯甲烷溶液注入LC中。

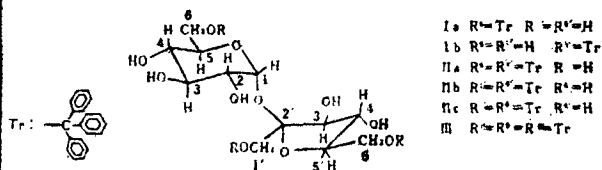
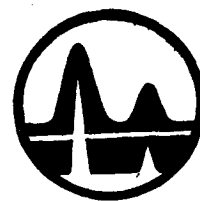


图 4-2

(蒋中华译 马立人校)

Liquid Chromatographs



应用报告 5

卡那霉素的液相色谱分析

T. Ottake 和 M. Yaguchi

由 *Streptomyces kanamyceticus* 产生的卡那霉素 A (KA) 是一种广谱抗菌素。在产生 KA 的同时, *S. kanamyceticus* 还产生少量的 KB。尽管 KB 对多种细菌有效, 但毒性也比 KA 大。为此, 市场上卡那霉素中 KB 的含量必须严加控制。

另一有关的组分, 脱氧卡那霉素(DKB) 是 KB 的衍生物, 能抗假单胞菌属。

在阳离子交换树脂的开式柱上用水洗脱进行过 KA 的色谱分离, 然而这种色谱慢而低效。利用 Varian Aerograph 的 4200 液相色谱仪串以检测器以后可以大大的缩短了分离的时间, 并能取得良好的定量结果。由于这些物质不含有任何紫外吸收发色团, 所以采用 4200 型 RI 检测器。

色谱分析用的是 Aminex A-27 柱。DKB、KB 和 KA 的分离如图所示。用组分的保留时间与标准样品的比较来鉴别化合物。KA 和 KB 的分离是完全的, 可用于测定样品中 KB 的含量。

作者对微生物化学系 Shin-ich Kondo 先生的指导

及提供的样品表示感谢。

本工作所用仪器 1m x 2.0mm 柱, 用 Aminex A-28 (P/N 96-000078-07)

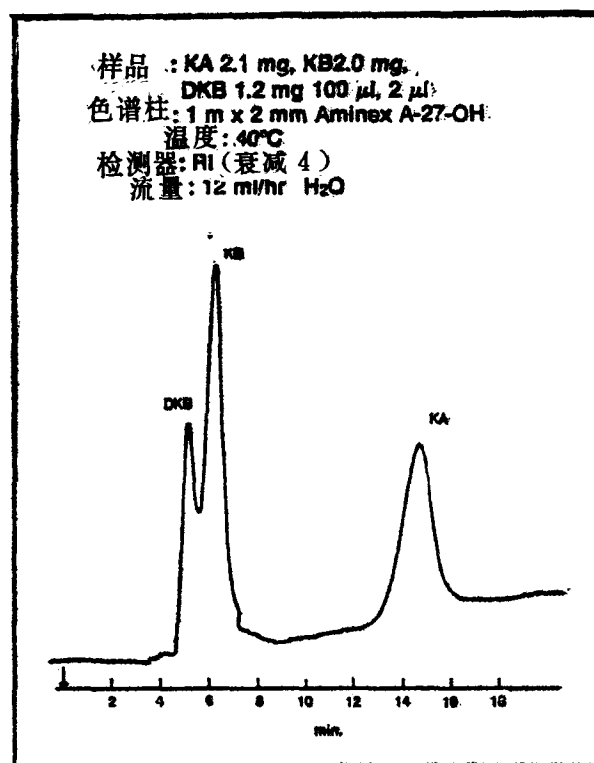


图 5-1

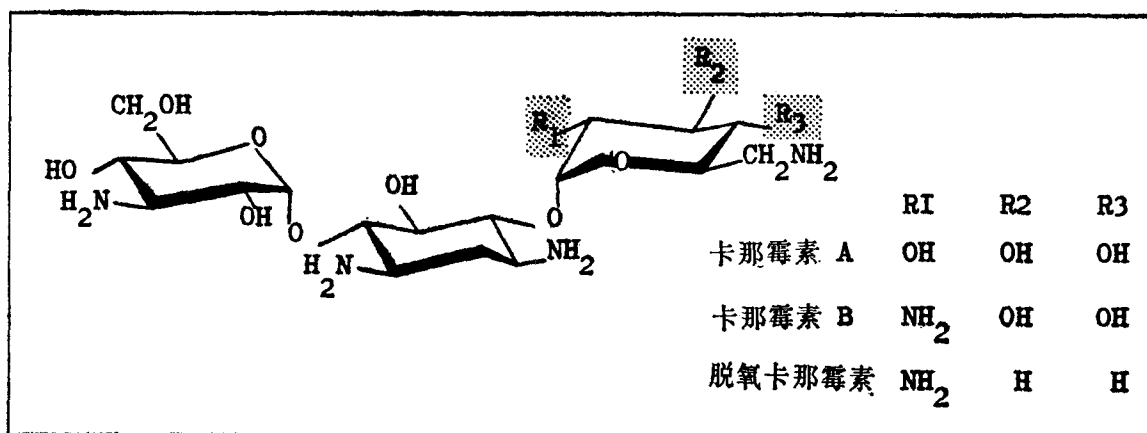


图 5-2

(蒋中华译 马立人校)

1

2

3

4

Liquid Chromatographs



应用报告 6

液相色谱中的定性分析柱聚乙二醇和氧二丙腈选择性的比较

E. Majors

在色谱工作中，化合物一般是根据它们的保留时间加以鉴别，两个化合物的保留时间在某一根柱上有时会偶然相重合，因此可能产生鉴别错误。如果在不同的柱子上待测化合物和标准样品色谱性能相同，就可以提高鉴别化合物的可靠性。聚乙二醇和氧二丙腈是液-液色谱 (LLC) 的固定相，在类似的条件下，它们对芳香胺有

不同的选择性。因此是色谱定性的方便材料。

图 6-1 和 2 是在聚乙二醇和氧二丙腈两种不同的固定相上对四种芳香胺分离的结果。

色谱柱的选择性习惯上是按方程 $\alpha = \frac{t_{R4} - t_m}{t_{R3} - t_m}$ 选定的，式中 α 是“选择性指数”， t_{Rn} 是第 n 个组分的保留时间， t_m 是该仪器死体积的保留时间，表 6-1 比较了聚乙二醇和氧二丙腈的选择性。

这些分离所使用的色谱柱是用原位涂布技术⁽¹⁾ 首先涂上 33% 的氧二丙腈。得到第一个色谱图以后，用二氯甲烷洗去氧二丙腈，然后用相同的涂布方法涂上聚乙二醇 400，聚乙二醇涂层含量为 17%。以这种方式在相同的柱上比较化合物的保留特性是可能的。

这些分离所使用的色谱柱是用原位涂布技术⁽¹⁾ 首先涂上 33% 的氧二丙腈。得到第一个色谱图以后，用二氯甲烷洗去氧二丙腈，然后用相同的涂布方法涂上聚乙二醇 400，聚乙二醇涂层含量为 17%。以这种方式在相同的柱上比较化合物的保留特性是可能的。

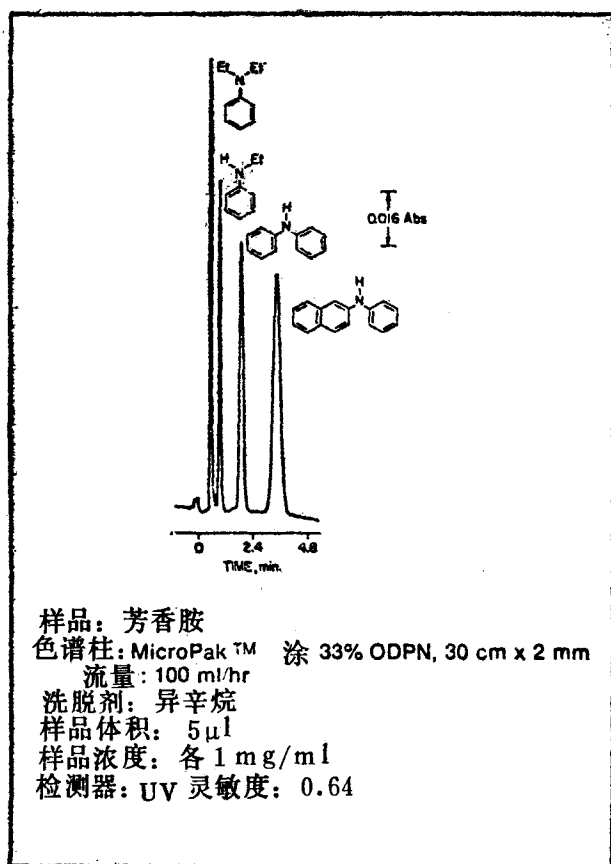


图 6-1

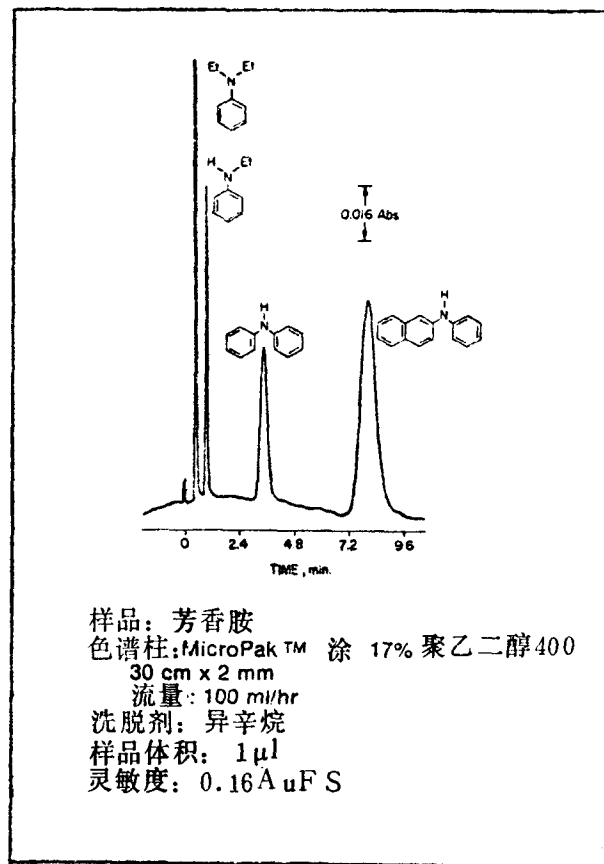


图 6-2

表 6-1 聚乙二醇 400 和氧二丙腈选择性比较

	峰	峰	峰
固定相	$\alpha^4/3^*$	$\alpha^4/2$	$\alpha^3/2$
氧二丙腈	2.18	7.00	3.21
聚乙二醇 400	2.56	17.5	6.89

$$* \alpha^4/3 = \frac{t_{R4} - t_1}{t_{R3} - t_1}$$

式中 t_1 是第一个峰的保留时间，它假定是不被保留的。

本工作所用的装置：

β, β' 氧二丙腈, 50g (P/N82-001475-00)

聚乙二醇 400, 50g (P/N82-001130-00)

涂有氧二丙腈的 MicroPak 柱 25cm × 2mm, (P/N 07-000065-00) 涂布有聚乙二醇 400 的 MicroPak 柱 25cm × 2.0mm, (P/N07-000068-00),

参考文献 1. Majors 见本汇编 No. 1. 1972-12 月

MicroPak 是 Varian 公司的商标。

(蒋中华译 马立人校)