

失为止。为了加速抽提过程在漏斗下装一个喷水泵抽气。但因用橡皮管代替唧接管而它在工作过程中会膨胀并部分溶解在氯仿蒸气中，所以在连接器皿和收集器（布索烧瓶）间放一个装满 MCM 牌硅酸的玻璃圈套。在这种情况下进行过滤往往要持续5—6工作日，因为所得的沉淀很细而且容易聚集起来。元素硫的除去和萃取物的干燥的进行用以上所述的方法。

在索克斯列特器中的萃取结果（见表2）和（表3）资料对比表明，所建议的方法具有很高效率。4分钟所抽提的氯仿萃取物的量相当于在索克斯列特器中依序用氯仿和酒精苯抽提5—6个月的萃提物的量。

表 3

样品号码	样品的性质	在岩石中萃取物量 (%)
1	研磨过的样品	0.0418
	研磨过的并用10% HCl 去钙后的样品	0.0365
2	研磨过的样品	0.0420
	研磨过的并用10% HCl 去钙后的样品	0.0456
3	研磨过的样品	0.0175
	在索克斯列特器中依序用氯仿和乙醇苯抽提后的样品	0.0170
4	研磨过并用10% HCl 去钙后的样品	0.0494
	在索克斯列特器中依序用氯仿和乙醇苯抽提后的样品	0.0233

注：抽提时间——四分钟，溶剂（氯仿）50毫升；样品称样20克；研磨的物体（铁球）100克，抽提所进行的器皿体积为200毫升。

预先在索克斯列特器中已抽提过的样品，用行星式研磨机所分出的瀝青组份的量相当大（见表3中样品3和4）。索克斯列特器中所得的和在行星式研磨机中由残渣所抽提的萃取物的总量与由最初的样品中萃取物的结果相符。

用盐酸预先处理可促使有机物质酸性组份的分离，但氯仿萃取物的萃出量增加不多。看来，以后样品可不用预先去钙。

在行星式研磨机中所萃取的萃取物的量通常超过在索克斯列特器中氯仿萃取物的萃出量。

在一系列实验中所采用的4分钟抽提时间不一定足够，但最长抽提时间不超过20分钟。

基于所作的工作可作以下一些结论：

1. 抽提瀝青组份采用离心行星式研磨机可以大大缩减，抽提操作所消耗的时间，并可显著提高萃取物的萃出量。

2. 行星式研磨机抽提，可以消除挥发的瀝青组份的损失。

3. 用行星式研磨机能从经盐酸处理或未经处理的岩石中萃取瀝青组份。

4. 抽提能在惰性气体中进行，这就可以避免有机物质的氧化和聚合作用。

5. 在行星式研磨机的基础上能够建立有机物质依序用各种溶剂的快速分溜的实验室的抽提器。

文 献

- [1] Жестков Д. К. Опыт исследования битумов в Малых навесках, АН СССР Сибирское отделение, Южно-Сахалинск, 1959.
- [2] Козлова Л. Е. Кметодике удаления элементарной серы из экстрактов битуминозных веществ, Геохимический сб. 7, тр. ВНИГРИ, Вып. 174, Гостоптехиздат, Л 1961.
- [3] Родионова К. Ф. Изучение органического вещества, рассеянного в Осадочных породах. Сб. «Методы изучения осадочных пород» Т. 2, Госгеолтехиздат, 1957.
- [4] Успенский В. А. Радченко, О. А. Описание основных методов битуминологического исследования при обработке материалов опорного оурения, Гостоптехиздат, 1955.

（楊学权译自 Нефтегазовая геология и геофизика 1963 № 1. 卢书鐸校）

简单的高效分析法——薄层色譜

自从1958年以后，薄层色譜就以极其迅速的速度发展起来，目前，这一方法已成为许多实验室的标准方法。这种新技术的优点如下：

1. 简单——所用的设备简单便宜、重复性好，非常适合于新手使用。

2. 迅速——复杂的混合物可以在30分钟以内分离，在某些情况下，分离速度为任何其他方法所不及。因此，这种技术可以用来控制正在进行的反应，并使反应过程停止我们认为最佳的阶段。

3. 效率高、灵敏度高——应用薄层色譜的分离，

比色譜柱或紙色譜更为清楚，因此可用于量少质杂的混合物。

4. 应用范围广——薄层色譜可用于极端复杂的分析。因为可用的固定相物料和指示剂（包括腐蚀性的物料在内）的数目很多。薄层色譜特别适合于天然的試样；因为分离是在室温之下进行的。目前最常采用薄层色譜进行分离的有：

乙酰化的类脂物	Meprabamate
醛类	天然香油
生物碱类	氯化物(芽香族)
胺类	核酸类
氨基酸类	有机錫化物
抗氧化剂	綠叶油
萘类	薄荷油
对苯醌类	肽类
胆汁酸类	过氧化物
联苯(如柑桔中)	酚类
类胡萝卜素	植醇、异植醇
香豆素	增塑剂
医药、分析、毒物学	蝶啶类
染料(如汽油中)	除虫菊酯类
环氧化合物	树脂(天然)
麦角生物碱	β -二羧基苯酸
脂肪、油、蜡类	血清
脂肪酸	
二茂鉄化合物	甾族化合物
乙类脂物、磷脂	糖类
无机物	萜类
类脂物、复杂混合物	脂肪中不皂化物

从血液中得到的类脂物 不能和羧酸
 甾醇类 維生素

5. 分离能力——每片薄层吸附片可对多达 50 毫克的試样进行分离和离析，溜分的收集极其简单。曾經有人将薄层色譜与其他分析方法结合起来（特别是与气体色譜相结合）使用，可以对极端复杂的混合物进行分步的分离和鉴定。

薄层色譜是一种絕妙而简单的分析分离方法。固定相层是以均匀的薄膜方式涂抹在平玻璃片上。应用时与紙色譜一样，可将几微升的試样点抹在玻片的一端，然后将玻片直立在一密闭的容器中，器中盛有少量的适当溶剂。溶剂向上在薄层上扩展，使試样分离成不同的区带。当溶剂前沿达到事先定好的高度时，停止扩展，使区带显色，以便对色譜进行检定。

最常用的吸附剂是硅胶，但也有用氧化鋁和纖維素粉的。这类吸附剂現在有精心分級的产品供应，其中还加有添加剂，例如加有硫酸鈣粘合剂，以便吸附剂与玻片能很好地粘附，或者加有磷光剂，以便利用紫外光显色。也可以在薄层色譜上噴上合适的試剂，使色譜显色。由于薄层色譜可以利用有腐蚀性的显色剂，所以显出的色度就比紙色譜要清楚。如果显色剂选择得恰当，就可以检查出一微克以下的化合物。

如果想要保存色譜的記錄，可将显色后的試样片攝成黑白照片或彩色照片，如果想要保存試样片，可在显色以后，噴上一层保存剂，也可将吸附层移下，粘在透明带上制成卡片。現在已有成套设备出售。

(轉載石油快报 1963 年 No. 5 摘譯自英国
 "Chem. Age", 1963 年, 89, No. 2281,
 455-456 諭鄧譯)

制备薄层色层底板的噴涂技术

J. 皮克斯庫

用商品敷层器 (applicator) 制备薄层色底板时，有时由于吸附剂浆在敷层器内变厚变硬而造成損失，因为吸附剂在物理性质上，每批是有些变动的。所以在制备底板时，常常很难重复水与吸附剂間之准确比例。

为克服此一困难，可用一个普通的空气噴霧瓶 (air sprayer) 吸附剂浆噴涂在底板上，涂成一光滑而均匀之薄层。本法易于操作，设备便宜，并可避免吸附剂之浪費。用本法在載物片上制备薄层时，尤其有

用。这类薄膜，通常用以快速篩离 (Screening) 混合物。但如 Peifer (J. Mikrochim Acta 3, 529, (1962)) 那样涂制底板，既费时，又費料 (吸附剂)。

采用噴涂技术，已制成厚度自 250μ — 1100μ ——决定于噴霧器扫过底板之次数——之底板，底板上吸附剂之厚度按 Stahl 方法測量 (Stahl 等, Pharmazie 11, 633 (1956)) 測量敷好之底板，层之厚度与平均值間之偏差为 $\pm 40\mu$ 。用敷层器时，均匀度均好，偏差为 $\pm 20\mu$ 。但当层之厚度超过 100μ 时， R_f 值及移