

气相色谱法测定缩水甘油丁酸酯^①

黄 强 孟庆意^② 班春兰 张 蕊

(郑州大学化工与能源学院 郑州市科学大道 100 号 450002)

摘 要 采用气相色谱快速分析方法测定环氧氯丙烷反应体系中的缩水甘油丁酸酯。采用 SE-30 ($\Phi 3\text{mm} \times 1.5\text{mm}$) 填充柱, 载气流量: 48.86mL/min ; 柱温: 100°C ; 气化室温度: 185°C ; 热导检测器温度 185°C ; 缩水甘油丁酸酯的量 (x) 与峰面积 (y) 有良好的线性关系: $y = 1594.1x + 1370.1$, $R^2 = 0.9993$ ($n = 6$)。检出限(按 $S/N = 3$ 计)为 0.1778mg/mL ; 精密度为 0.19% ; 准确度为 0.0028% ; 回收率在 $96.8\% - 103.6\%$ 之间, 平均回收率为 99.3% 。方法简便, 准确度高, 便于使用。

关键词 气相色谱法; 缩水甘油丁酸酯; 环氧氯丙烷

中图分类号: O657.7+1

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2011)05-2448-03

1 引言

缩水甘油丁酸酯是抗菌新药吗啉₂恶酮的手性中间体, 许多研究单位对其进行研究。2000 年 4 月美国首先批准上市抗菌新药吗啉₂恶酮^[1], 用于治疗肺炎、肠球菌感染和皮肤及皮肤组织感染等。各国都在加紧对手性物质的研究, 我国必须加强有关手性物质的研究以及产业的发展^[2-4]。

目前国内外对缩水甘油丁酸酯研究成为热点之一, Palomo J M^[5]、Pregolato M^[6]、Song X^[7] 等都对缩水甘油丁酸酯进行了相关研究。马静等^[8]研究并概括了手性化合物(*R*)-缩水甘油丁酸酯的合成, 介绍了手性物质的重要作用。本文对缩水甘油丁酸酯合成研究的反应体系是环氧氯丙烷, 采用气相色谱快速分析测定合成反应体系中的缩水甘油丁酸酯, 确定了缩水甘油丁酸酯方便快捷的分析条件, 为缩水甘油丁酸酯相关研究提供了便捷可靠的分析方法。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

GC9800 气相色谱仪(上海科创色谱仪器有限公司)。

缩水甘油丁酸酯(分析纯, 上海化学试剂公司); 环氧氯丙烷(分析纯, 郑州派尼化学试剂厂)。

实验用水为去离子水。

2.2 气相色谱操作条件

柱温: 100°C ; 气化室温度: 185°C ; 热导检测器温度 185°C ; 进样量 $3\mu\text{L}$; 填充柱: SE-30 ($\Phi 3\text{mm} \times 1.5\text{mm}$); 载气: 氢气; 载气流量: 48.86mL/min 。

① 河南省基础研究项目(082300440040)

② 联系人, 手机: (0) 15286819894; E-mail: huangqiang@zzu.edu.cn; ziminyanyan@163.com

作者简介: 黄强(1965—), 男, 郑州市人, 副教授, 硕士, 主要从事化学动力学与化工技术方面研究工作。

收稿日期: 2010-12-14; 接受日期: 2011-01-12

2.3 对照品与供试品溶液的配制

对照品储备液: 准确称取 20.99g 缩水甘油丁酸酯标准品于烧杯中, 用环氧氯丙烷定容于 50mL 容量瓶中, 其浓度为 0.4198g/mL。

供试品溶液: 准确称取 0.5003g 的缩水甘油丁酸酯于烧杯中, 用环氧氯丙烷定容于 100mL 容量瓶, 浓度为 5.003mg。

准确称取 0.8336g 的缩水甘油丁酸酯自制品于烧杯中, 用环氧氯丙烷溶解, 转移入 100mL 的容量瓶中, 用环氧氯丙烷定容, 浓度为 0.008336g/mL。

3 结果与讨论

3.1 校准曲线方程

准确吸取对照品储备液 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0mL 分别置于 100mL 容量瓶中, 加环氧氯丙烷稀释至刻度, 摇匀。质量浓度为 4.198、8.396、16.579、25.188、33.584、41.980mg/mL。

从图 1 可得到缩水甘油丁酸酯的线性方程为: $y = 1594.1x + 1370.1$, $R^2 = 0.9993$ ($n = 6$)。检出限 (按 $S/N = 3$ 计) 为 0.1778mg/mL。

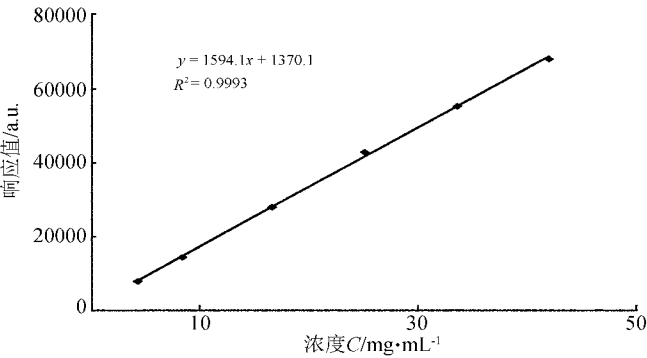


图 1 缩水甘油丁酸酯的线性回归图

3.2 精密度及准确度实验

准确移取供试品溶液进行精密度测定, 测得值为 5.008、5.016、4.988、5.011、5.005、4.991、5.003mg/mL。相对标准偏差 RSD 为 0.19% ($n = 7$), 表明具有较高精密度, 由上述测得值的平均值可得相对误差为 0.0028%, 表明具有较高的准确度。

3.3 加标回收率实验

利用加标回收率来说明实验的准确度, 是分析人员在样品测定时, 作为质量控制的主要方法^[9]。

准确称量对照品 0.5131、0.5146、0.5128、0.5097、0.5138、0.5156g 于烧杯中, 用环氧氯丙烷溶解并转移入 50mL 容量瓶中, 分别加入经分析测定含量为 8.336mg/mL 的样品, 用环氧氯丙烷定容按 2.2 节条件进行分析(每个样 3 次取平均值), 测定结果见表 1。

表 1 加标回收率 (n= 3)

样品含量 (mg/mL)	标准加入量 (mg/mL)	加标测得量 (mg/mL)	回收率 (%)
8.336	10.262	18.341	97.5
8.336	10.292	18.556	99.3
8.336	10.256	18.264	96.8
8.336	10.194	18.897	103.6
8.336	10.276	18.324	97.2
8.336	10.312	18.813	101.6

测得回收率在 96.8%—103.6% 之间, 平均回收率为 99.3%。

4 结论

缩水甘油丁酸酯标准品溶液进行校准曲线的回归, 在气相色谱仪各项参数保持稳定的情况下, 缩水甘油丁酸酯的线性方程为: $y = 1594.1x + 1370.1$, $R^2 = 0.9993$ ($n = 6$)。检出限为: (按 $S/N = 3$ 计) 0.1778mg/mL; 精密度为 0.19%; 准确度为 0.0028%, 测得回收率在 96.8%—103.6% 之间, 平均回收率为 99.3%。方法简便快捷。

参考文献

- [1] 马翔, 周伟澄. 新型全合成抗菌药物噻唑烷酮类化合物的研究进展[J]. 中国医药工业杂志, 2000, 31(8): 370—376.
- [2] 俞小欧, 张传华. 医药中间体最新市场动向[J]. 精细与专用化学品, 2003, (10): 8—11.
- [3] 胡先明. 发展手性化学试剂和相关化学试剂产业[J]. 湖北化工, 1997, (2): 11—12.
- [4] 陈依军, 吴旭日. 生物催化与新药研究和开发[J]. 化学进展, 2007, (12): 1947—1954.
- [5] Palomo J M, Segura R L, Gloria F L *et al.* Enzymatic Resolution of (±)-Glycidyl Butyrate in Aqueous Media. Strong Modulation of the Properties of the Lipase from *Rhizopus Oryzae* Via Immobilization Techniques[J]. *Tetrahedron: Asymmetry*, 2004, (15): 1157—1161.
- [6] Pregnolato M, Terreni M, Fuentes I E *et al.* Enantio-Selective Enzymatic Hydrolysis of Racemic Glycidyl Esters by Using Immobilized Porcine Pancreas Lipase with Improved Catalytic Properties[J]. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, 2001, (11): 757—763.
- [7] Song X, Qi X Y, Qu Y B. Resolution of (R, S)-(±)-Glycidyl Butyrate with Immobilized Y-11 *Trichosporon Capitatum* Lipase in Gelatin-Containing Microemulsion-Based Organogels[J]. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 2008, (67): 127—131.
- [8] 马静, 薛飞群. 手性化合物(R)-缩水甘油丁酸酯的合成[J]. 化学试剂, 2002, 24(1): 19—21.
- [9] 张虹. 加标回收率的测定和结果判断[J]. 石油与天然气化工, 2000, 29(1): 50—52.

Determination of Glycidyl Butyrate by Gas Chromatography

HUANG Qiang MENG Qing-Yi BAN Chun-Lan ZHANG Rui

(School of Chemical Engineering and Energy, Zhengzhou University, Zhengzhou 450002, P. R. China)

Abstract Glycidyl butyrate of epichlorohydrin reaction system was detected by quick analysis of gas chromatography. The SE-30 ($\Phi 3\text{mm} \times 1.5\text{mm}$) column was used with the gas flow of 48.86mL/min. The column temperature was 100°C with the gas room temperature of 185°C, and the thermal conductivity detector of 185°C. There was a good linear relationship between the peak area(y) and the quantity of the glycidyl butyrate(x) with the regression equation of $y = 1594.1x + 1370.1$ ($R^2 = 0.9993$, $n = 6$), and limit of detection($S/N = 3$) was 0.1778mg/mL with the precision of 0.19% and the accuracy of 0.0028%. The recovery was 96.8%—103.6% with average recovery of 99.3%. This method is easy, accurate and useful.

Key words Gas Chromatography; Glycidyl Butyrate; Epichlorohydrin