

含有乙酸、正丁酸、乳酸和丁二酸（琥珀酸）。

**致谢：** 质谱定性由兰州涂料所作，深致谢意！

### 参 考 文 献

- (1) V.K. Jr. Dowell & T.M. Hawkus, "Laboratory Methods in Anaerobic Bacteriology," CDC Laboratory Manual, pp.77-82, 1979.
- (2) 吕祖芳等, "多孔层玻璃毛细管色谱柱"会议文集, 科学出版社, 第1页, 1980.
- (3) Th. Welsch & W.Engewal, *Chromatographia*, 10,22(1977).
- (4) M.L.Lee, B.W. Wright, *J.Chromatogr.*, 199,

356(1980).

(收稿日期: 1985年2月1日)

Using Quartz Particles as Support of SCOT Column for Analysing Fatty Acids of Bacterial Metabolites  
*Li Gui-qin, Lu Zu-fang, Lanzhou Institute of Chemical Physics, Academia Sinica, Zhang Bin-bin, Lanzhou Institute of Biological Products*

In order to select a suitable SCOT column for the separation of fatty acids in bacterial metabolites, we have studied the treatment methods of support, the preparative methods of column and the refitment of instrument and established the method for direct separation of volatile fatty acids using the DEGA SCOT column which was deposited with quartz particles in advance. Non-volatile fatty acids such as dicarboxylic acids must be esterified beforehand. Satisfactory results are obtained.

## 毛细管色谱测定吡呐酮、吡呐基醇含量

郑书珍

(中国人民解放军防化研究院, 北京)

用丙烯二聚产物——2,3-二甲基丁烯-2经氧化重排反应(简称: 氧化法)和用异丙叉丙酮经还原重排反应(简称还原法)制备吡呐酮, 反应产物较复杂, 用填充柱色谱难以达到完全分离的目的。为配合反应机制的研究和反应条件的选择, 我们用弹性石英毛细管柱分别对两条合成路线的反应产物, 进行了分离鉴定和定量测定。在定量工作中为了减小分流进样引起的分析误差, 根据“溶剂效应”理论<sup>(1,2,3)</sup>, 对溶剂和柱温进行了选择, 分析样品采用低浓度、控制进样量、少分流或不分流进样, 实验结果表明测定方法具有较高的准确度和精密度。相对误差小于±2%。

### 实 验

(一) 仪器和试剂 FTV2400型气相色谱仪(Carlo Erba公司); 记录器: 0—2.5mV; Autolab System数据微处理机。

丁酮, 分析纯, 沸点78—80℃; 正丁醇, 分析纯, 沸点117℃, 纯度98%以上(北京化工厂产品);

吡呐酮及吡呐基醇, 纯度99%以上(本单位合成)。

(二) 色谱条件 色谱柱: 27米×0.25毫米OV—101弹性石英毛细管柱(北京分析仪器厂); FID检测器; 柱温: 60℃; 汽化室温度: 150℃; 载气: N<sub>2</sub>; 柱前压: 1.1公斤/厘米<sup>2</sup>; 流速: 2毫升/分; 尾吹气: N<sub>2</sub>, 60毫升/分; 进样量: 分流进样: 0.2微升(分流比1:10), \* 不分流进样: 0.05微升; 记录器纸速: 12.5毫米/分。

(三) 分离与定性 按上述色谱条件, 将合成样品进行分离并用已知物对照, GC-MS 联用定性鉴定各组分。色谱图见图1和图2

(四) 定量 内标法以丁酮做溶剂, 正丁醇为内标物, 对两种合成方法的主要产物——吡呐酮及吡呐基醇进行定量测定。

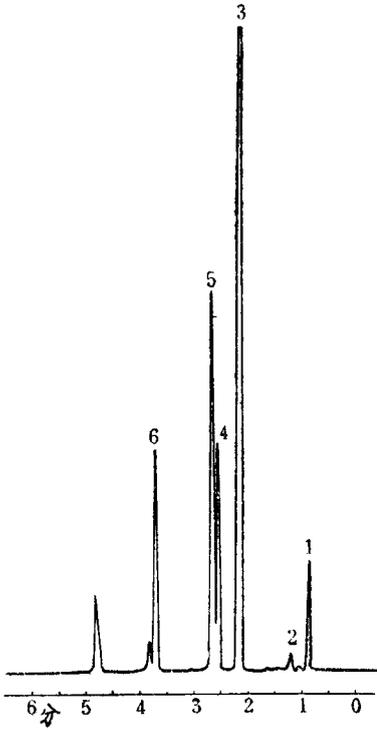
一元回归处理:

吡呐酮:  $r = 0.9999$   $a = 0.0204$

$b = 0.8847$

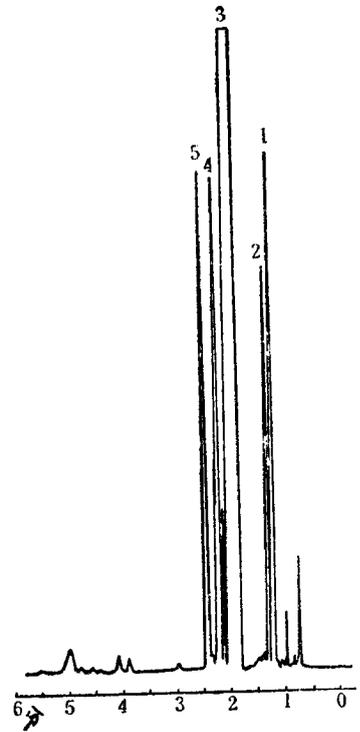
吡呐基醇:  $r = 0.9999$   $a = 0.0134$

$b = 0.9215$



←图 1 还原法反应产物色谱图

1. 丙酮, 2. 异丙醇,  
3. 吡喃酮, 4. 4-甲基-2-戊酮, 5. 吡喃基醇,  
6. 异丙叉丙酮。



→图 2 氧化法反应产物色谱图

1. 2,3-二甲基-1,4-丁二烯, 2. 2,3-二甲基-2-丁二烯, 3. 吡喃酮, 4. 2-甲基-3-戊酮, 5. 3-甲基-2-戊酮。

表 1 内标物与被测组分峰面积比与重量比的线性范围及校正因子的测定

样品 编号	吡 喃 酮			吡 喃 基 醇		
	$W_i/W_s$	$A_s/A_i$	$f_w$	$W_i/W_s$	$A_s/A_i$	$f_w$
1	2.0024	0.4443	0.890	1.9991	0.4627	0.9250
2	1.5025	0.6005	0.9025	1.5002	0.6209	0.9315
3	1.0012	0.9003	0.9019	0.9996	0.9340	0.9336
4	0.5203	1.7963	0.9352	0.5198	1.8261	0.9492
5	0.2603	3.5593	0.9266	0.2599	3.6276	0.9428

表 2 配样测定结果

样品 号	吡 喃 酮			吡 喃 基 醇		
	人工配样 (%)	检出量 (%)	回收率 (%)	人工配样 (%)	检出量 (%)	回收率 (%)
1	20.28	20.16	99.41	79.72	80.31	100.7
2	37.91	37.83	99.79	62.09	63.20	101.8
3	44.71	45.16	101.0	55.29	55.70	100.7
4	57.40	57.66	100.5	42.60	42.96	100.8
5	66.52	66.27	99.62	33.48	33.28	99.41
6	79.39	79.41	100.0	20.61	20.41	99.03

确定峰面积比与重量比范围如下:

吡喃酮/正丁醇 峰面积比0.5~3.5, 重量比0.25~2。

吡喃基醇/正丁醇 峰面积比0.5~3.5, 重量比0.25~2。

### 结 果 和 讨 论

(一) 吡喃酮、吡喃基醇回收率的测定  
人工配制了六组样品进行了测定, 结果见表 2。

(二) 溶剂效应的依据是当大量溶剂蒸汽进入柱头时, 由于柱温低于溶剂的沸点

(约20~25℃)它就冷凝在柱头上, 形成一个厚的涂层, 其作用类似一个临时的液相。当其它组分通过时, 就在这个液相中发生分配过程。在这个过程中, 由于样品谱带的前部是在较厚的液膜上移动, 而后部是在较薄的液膜上移动, 后部移动比前部快, 所以谱带变窄。我们选用丁酮作溶剂, 其沸点高于柱温20℃, 它又比第一个待测组分吡喃酮(沸点105℃)低25℃符合溶剂效应理论对溶剂的要求。实验效果很好, 峰形尖锐, 溶剂峰几乎能垂直地返回基线, 见图 3。这是一个

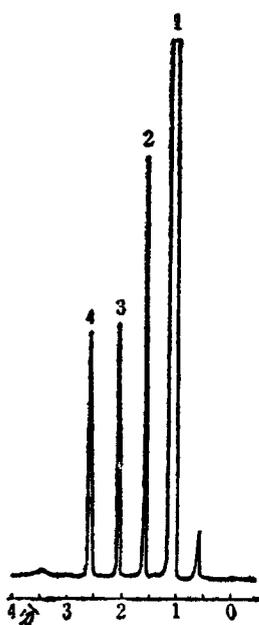


图3 还原法产物定量色谱图

1. 丁酮, 2. 正丁醇 (内标) 3. 吡喃酮, 4. 吡喃基醇。

实际合成样品在溶剂之前出的峰半高宽反而比溶剂峰之后的组分峰还要宽, 可见溶剂效应是明显的。

(二) 样品浓度及进样技术  
本方法采用少分流或不分流进样, 因此样品浓度和进样量要加以控制。经实验证明样品配成1%左右浓度为宜, 分析结果比较稳定, 同一样品连续进针十次标准偏差为0.32%, 见表3。进针技术采用慢

(四) 对两种合成方法所产生的其它低含量组分, 2,3-二甲基丁二烯-1,4; 2-甲基戊酮-3; 4-甲基戊酮-2等用相对面积校正方法计算其含量, 因为这些组分与主要产物碳氢原子数基本相等, 可以认为它们的响应值相近, 这样可用面积的相对比例计算其含量。

致谢: 本工作得到王金其同志大力协助, 及时提供了标准样品, 特此致谢。

### 参 考 文 献

- (1) L.S.艾特利著, 陈维杰、张铁垣译, 《开管柱入门》, 北京师范大学出版社, 67—70页, 1982年。
- (2) K.Grob and K.Grob Jr, J. Chromatogr., 94,53(1974)。
- (3) WACTER JENINGS 著, 徐秉玖、官宜文译 《玻璃毛细管柱气相色谱》, 北京大学出版社, 1932。

(收稿日期: 1985年1月3日)

Quantitative Determination of Pinacolone and Pinacolyl Alcohol by Capillary Column Gas Chromatography Zheng shu-shen, PLA Chemical Defence Research Academy

The reaction products of preparation of pinacolone were separated and identified by flexible quartz capillary column gas chromatography. Both the column temperature and the solvent used in this work were correctly selected according to the solvent effect. The sample injection was carried out in low concentration. The main products were pinacolone and pinacolyl alcohol which were quantitatively determined. The solvent effect and injecting technique were discussed in this paper also.

表 3 样品浓度为1%时十次进样结果

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$A_n / A_1$	0.5979	0.5922	0.5975	0.5940	0.5947	0.5963	0.5961	0.5926	0.5934	0.5950

$\bar{X}=0.5950$   $\sigma=0.0019$  相对标准偏差 0.32%

注射, 停针两秒以防止瞬时汽化造成反冲。若快进针常出现双重峰。

## 《炭素技术》征 订 启 事

《炭素技术》(双月刊)系冶金部炭素专业科技刊物, 在全国公开发行。

本刊以应用技术为重点, 主要刊登炭素工业生产、设备、科研、测试、环保等方面的成果和经验, 并对国外炭素文献、专利及发展动态进行报道和评述。

本刊可供广大科技、管理、情报工作人员及生产工人和有关院校师生阅读参考。

本刊为16开本, 每期40版, 逢双月出版, 每期定价0.25元, 全年1.50元。由本刊编辑部发行, 欢迎单位和个人订阅。

需要订阅的单位和个人请来信向编辑部索取订单。