

利用气相色谱法建立 β -甲基-戊二酸单甲酯的含量测定方法及其方法学考察

徐 诺 安佃云 (山东宏济堂制药集团股份有限公司, 山东 济南 250000)

摘 要: [目的]: 通过气相色谱法 (GC 法) 建立 β -甲基戊二酸单甲酯的含量检测方法及其方法学考察。[方法]: 利用气相色谱仪对 β -甲基-戊二酸单甲酯进行测定。[结论] 本方法操作简单, 准确可靠, 结果稳定, 重复性好, 可用来测定 β -甲基-戊二酸单甲酯的含量。SE-54 (50m $\times$ 0.32mm $\times$ 0.25 μ m); 柱温: 初温 100 $^{\circ}$ C, 恒温 1min, 以 10 $^{\circ}$ C/min 升至 200 $^{\circ}$ C, 然后以 5 $^{\circ}$ C/min 升至 250 $^{\circ}$ C, 恒温 10min; 进样口温度: 240 $^{\circ}$ C; 检测器温度: 260 $^{\circ}$ C; 分流比: 30:1; 进样量: 1 μ L; 回归方程 $y=0.0043x+6.6767$, $R^2=0.9966$ 。[结果] β -甲基-戊二酸单甲酯在标示量的 80%~120% 浓度范围内, 浓度与峰面积的线性关系良好。

关键词: 气相色谱法 (GC 法); β -甲基-戊二酸单甲酯; 检测方法; 方法学

β -甲基戊二酸单甲酯, 英文名为 Monomethyl β -methyl glutarate, 分子式是 $C_7H_{12}O_4$, 分子量为 160.1678, CAS 登记号为 27151-65-1, 用于有机合成。近几十年来色谱技术高速发展, 使得物质在分析检测方面有了更多的选择, 气相色谱法就是色谱法的一种^[2]。本实验旨在通过气相色谱法 (GC 法) 对 β -甲基戊二酸单甲酯建立含量测定方法, 并进行方法学考察, 归纳总结出准确、稳定、简便的检测方案, 本方案能够较好的排除样品中 β -甲基戊二酸等多种酸性物质的影响, 专属性强, 误差小, 为 β -甲基戊二酸单甲酯的含量测定提供可靠的数据。

1 实验材料与仪器

1.1 实验材料

β -甲基戊二酸单甲酯标准品 (对照品: 厂家: Fluorochem GC-MS Method: Not Tested, Assay: 98% Assay Method: NMR, 批号: FCB042160); 无水乙醇 (分析纯, 天津市富宇精细化工有限公司)。

1.2 实验仪器

气相色谱仪 (安捷伦 7890B); 移液枪 (Transferringette)。

2 方法

2.1 β -甲基-戊二酸单酯的含量测定

2.1.1 色谱条件

色谱柱: SE-54 (50m $\times$ 0.32mm $\times$ 0.25 μ m); 柱温: 初温 100 $^{\circ}$ C, 恒温 1min, 以 10 $^{\circ}$ C/min 的速度升至 200 $^{\circ}$ C, 然后以 5 $^{\circ}$ C/min 的速度升至 250 $^{\circ}$ C, 恒温 10min; 进样口温度: 240 $^{\circ}$ C; 检测器温度: 260 $^{\circ}$ C; 分流比: 30:1; 进样量: 1 μ L。

理论塔板数按 β -甲基-戊二酸单甲酯峰计算不低于 20000, 各相邻峰之间的分离度应符合要求。按面积归一化法以峰面积计算。

2.1.2 样品配制

精密量取 β -甲基-戊二酸单甲酯标准品 400 μ L 于 5mL 容量瓶中, 加无水乙醇稀释至刻度, 充分振摇, 作为供试品溶液。

2.2 方法学考察

2.2.1 精密度试验

取供试品溶液按上述色谱条件连续进样 6 次, 分析色

谱峰面积, 测得 β -甲基-戊二酸单甲酯的含量, 计算得 $RSD \leq 2.0\%$, 表明进样和仪器的精密度良好。

2.2.2 中间精密度试验

由 2 个检验人员在不同时间使用不同的检验仪器检验 β -甲基-戊二酸单甲酯供试品溶液, 按照上述色谱条件, 各平行进样 2 次, 分析色谱峰面积, 测得 β -甲基-戊二酸单甲酯的含量, 计算得 $RSD \leq 2.0\%$ 。

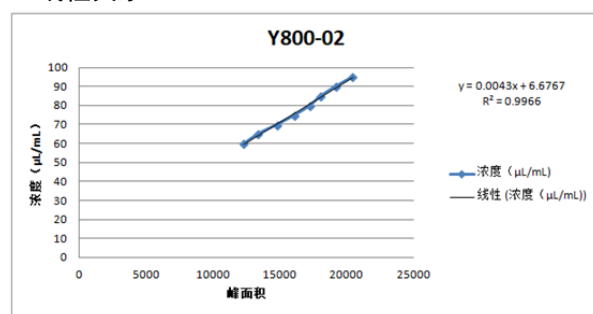
2.2.3 专属性

β -甲基-戊二酸单甲酯样品、无水乙醇分别进气相色谱仪进行检测, 记录 β -甲基-戊二酸单甲酯样品图谱中 β -甲基-戊二酸单甲酯峰的分离度及各物质的出峰时间, 以及溶剂无水乙醇中的出峰时间。结果: ① β -甲基-戊二酸单甲酯分离度 ≥ 1.5 ; ② 溶剂无水乙醇的色谱峰应不干扰 β -甲基-戊二酸单甲酯样品中各物质的色谱峰。

2.2.4 耐用性

分别改变检测器、进样口温度, 上下浮动 5 $^{\circ}$ C, 改变条件后, 各相邻峰分离度符合 ≥ 1.5 的要求。

2.2.5 线性关系



精密量取 β -甲基-戊二酸单甲酯标准品 5mL, 置于 10mL 容量瓶中, 加无水乙醇溶液稀释至刻度, 作为贮备液。配制溶液浓度相当于标示量的 80%~120% 的溶液, 分别精密量取上述贮备液 600 μ L、650 μ L、700 μ L、750 μ L、800 μ L、850 μ L、900 μ L、950 μ L 置 5mL 容量瓶中, 加无水乙醇溶液稀释至刻度, 制备 60 μ L/mL、65 μ L/mL、70 μ L/mL、75 μ L/mL、80 μ L/mL、85 μ L/mL、90 μ L/mL、95 μ L/mL 8 个浓度的溶液; 分别取上述溶液 1 μ L 注入安捷伦气相色谱仪, 每个浓度平行进样两次, 记录 β -甲基-戊二酸单甲酯的峰面积及色谱图。(下转第 122 页)

4.2 ICP-AES 法同时测定钒钛磁铁矿中钒钛钴镍

表 2 方法准确度

标准物质	测定	$w_b/\%$			RE/%
编号	组分	分次测定值	平均值	标准值	
GBW 07225	Ti_2O_5	9.71	9.67	9.68	-0.41
		9.66	9.69		
	V_2O_5	0.256	0.250	0.253	-1.94
		0.254	0.252		
	Ni	0.0084	0.0083	0.00832	0.24
		0.0082	0.0084		
	Co	0.016	0.014	0.015	-6.25
		0.015	0.015		

王立平等使用 1.5g Na_2O_2 的对钒钛钴镍矿样进行熔融,再用 10mL HCl 提取,采用 ICP-AES 法测定样品中的 V_2O_5 、

TiO_2 、Co 和 Ni。选择钒、钛、钴、镍的分析谱线分别为 292.4nm、334.9 nm、230.7nm、231.6nm,在 10 稀释因子为条件下测定的检出限为 0.05~0.17 $\mu g/g$ 。用国家一级钒钛磁铁矿标准物质 GBW 07225 (原矿)等验证其准确度为相对误差 < 5%。

5 结语

ICP-AES 在岩矿分析等方面的研究很多,随着对地质分析中常量和痕量元素的测定准确度和精密度的要求日益严格,以及对测试效率要求的提高,ICP-AES 在岩矿分析领域具有检测快捷,适宜批量生产需求。

参考文献:

- [1] 王明芳,耿海燕,韩文娟.ICP-AES 法测定锡矿石中的锡[J].广东化工,2019,46(8):185-186.
- [2] 王立平,杨明灵,张丽等.电感耦合等离子体发射光谱法同时测定钒钛磁铁矿中钒钛钴镍[J].岩矿测试,2012,31(3):450-455.

作者简介:

黄小龙(1988-),男,汉族,广西兴业人,大学本科,岩矿测试工程师,研究方向:岩矿实验测试、化学分析研究。

(上接第 120 页)杆菌发酵饲料饲喂仔猪,发现该发酵饲料能提高仔猪的生长性能,节约饲料成本,增加经济效益。在畜禽生产总成本中,饲料成本占 50% 以上,微生物发酵饲料的应用与提高畜禽养殖业的经济效益密切相关。微生物发酵饲料能改善家禽肉品质,提高生长和生产性能,维持肠道自然平衡,增强动物的免疫应答。

4 总结

微生物发酵是提高饲料营养价值的有效技术,对动物的生长性能和肠道生态系统有着有益的影响,微生物发酵饲料可以提高动物的免疫功能,减少动物胃肠道病原菌的侵袭,可以作为减少抗生素使用的一种替代方法。虽然仍有许多困难需要克服,例如需要进一步改进发酵技术,但微生物发酵饲料一般具有很大的价值,而且使用当地可得发酵饲料成分,特别是在发展中国家,不仅可以降低饲料成本,提高经济效益,确保畜牧业的利润,而且还可以发展绿色生态,减少环境污染。

(上接第 119 页)以 β -甲基-戊二酸单甲酯的浓度对峰面积进行线性回归: $y=0.0043x+6.6767$, $R^2=0.9966$ 。结果表明, β -甲基-戊二酸单甲酯在标示量的 80%~120% 浓度范围内与峰面积的线性关系良好。

2.2.6 范围

根据以上项目的验证情况得到该检测方法适用于检测 β -甲基-戊二酸单甲酯的浓度范围是 60 $\mu L/mL$ ~95 $\mu L/mL$ 。

3 结论与总结

本方法采用气相色谱法测定 β -甲基戊二酸单甲酯的含量,因 β -甲基戊二酸单甲酯没有常规条件下能够稳定贮存的纯度高的对照品,所以不能够采用外标法进行标定。本方法采用的是面积归一化法,其色谱条件简单易达到,

参考文献:

- [1] 王佰涛,杨文玲,王一雯,等.微生物发酵饲料的特性,作用机制及应用研究[J].中国饲料,2020,000(011):110-116.
- [2] 黄波,赵斌,陈鹏,等.微生物发酵饲料的生产及其应用[J].农产品加工,2018,000(011):68-70.
- [3] 陈士伦.微生物发酵饲料在养殖业中的应用研究[J].中国饲料,2018,000(014):24-27.
- [4] 宋立立,王恩.微生物发酵饲料在畜禽养殖中的应用进展[J].饲料研究,2020,v.43;No.507(08):144-147.
- [5] 余宝,兰小燕,何志军,等.我国微生物发酵饲料研究进展[J].养殖技术顾问,2019,000(010):6-8.
- [6] 李金库,韩淑敏,李松哲,等.微生物发酵饲料在畜禽养殖中的应用进展[J].黑龙江八一农垦大学学报,2019,v.31;No.154(05):55-58.
- [7] 韩淑敏,张帆,李琦,等.微生物发酵饲料在畜禽养殖中的应用进展[J].黑龙江畜牧兽医,2018,000(007):39-41.

计算方法便捷直观。上述方法学考察项目的结果表明,该方法的精密性、中间精密性、专属性、耐用性、线性关系、范围均符合要求,该方法能够很好的测定出 β -甲基戊二酸单甲酯的含量数据。相较于原测定方法酸碱滴定法,该方法可以避免二酸等酸性物质的误判,其专属性更高,测定更准确;且仪器测定比人工滴定的不确定因素更少,结果更稳定可靠。

参考文献:

- [1] Stoll M,Commarmont A.A New synthesis of muscone[J].Helv Chim Acta.1947(31)1435-1438.
- [2] 陈尚标.以环己酮为原料合成十二烷二酸二甲酯的气相色谱分析法[J].化学工程师,2007(06).