

**Microwave Induced Plasma Atomic Emission spectrometry. II .On the Relationship between the Structures of Compound and Their Elemental Response Values.** *Huang Yeru and Yu Weile, Lanzhou Institute of Chemical Physics, Academia Sinica,730000*

Microwave induced plasma atomic emission spectrometer (MIP-AES) is a simultaneous multielement specific detector for gas

chromatography. In this paper the effects of chemical structure and microwave power on the GC-MIP elemental response of carbon, hydrogen, chlorine and bromine are investigated, choosing homologs of alkanes, alkenes, mono and polynuclear aromatics and their mixtures, and alcohols and other oxygenated compounds, chloro- and bromohydrocarbons as testing compounds.

## 一种有效的气相色谱手性固定相——

### 2, 6-O-二戊基-3-O-三氟乙酰基-β-环糊精

金恒亮

(北京大学化学系, 100871)

D.W.阿姆斯屈隆

(美国密苏里州罗拉大学化学系)

**〔提要〕** 一种新的气相色谱手性固定相——2,6-O-二戊基-3-O-三氟乙酰基-β-环糊精合成并用于分离手性化合物的对映体。对一百余个手性化合物的分离结果显示,它是一种适合于较低温度使用的、手性分离选择性好的固定相。当柱温不高于150℃时,柱的稳定性和分离的重复性均较好。

自六十年代中 Gil-Av 等成功地使用手性的氨基酸衍生物为毛细管气-液色谱的固定相分离对映体以来<sup>(1)</sup>, 使用气-液色谱法分离对映体引起色谱工作者的注意, 一些类型的手性固定相相继问世<sup>(2-6)</sup>, 商品手性固定相也随之出现<sup>(7, 8)</sup>。环糊精是一种手性的、环状结构的多糖, 它成功地用作液相色谱分离对映体的手性固定相<sup>(9, 10)</sup>。有人直接将环糊精或其简单的衍生物(如: 2,6-O-二甲基, 2,3,6-O-三甲基, 2,3,6-O-三乙酰基等)用作手性的气相色谱固定相; 但不能获得高的柱效和预期的分离结果, 这可能与它们是高熔点的固体有关<sup>(11-14)</sup>。不过, 若把 2, 3, 6-O-三甲基-β-环糊精溶解于典型的气相色谱固定相, 如 OV-1701 中, 涂敷于玻璃毛细管柱上, 则对某些环烷烃、酯和醇等具有好的手性选择性<sup>(15, 16)</sup>。

高效和高手性分离选择性的环糊精衍生物气相色谱固定相是由 Konig 和 Armstrong 研究小组

相继发展的。这些衍生物在室温时都是液体, 适于用作气相色谱固定相, 涂敷于玻璃或石英毛细管可获得高的柱效和手性选择性<sup>(17-23)</sup>。

虽然三种主要的环糊精(α-, β-和 γ-环糊精)的衍生物, 均可成功地用于分离对映体, 但是试验表明, 以 β-环糊精的衍生物对手性化合物有最好的分离选择性<sup>(21, 22)</sup>。

一种新的 β-环糊精衍生物——2, 6-O-二戊基-3-O-三氟乙酰基-β-环糊精最近由我们研究小组合成并用于分离对映体。它不仅具有优良的分选选择性, 而且可以在较低的温度实现对众多类型的手性化合物的分离。我们对十多种一百余个手性化合物或其衍生物所作的分离表明, 通常柱温在 120℃ 以下, 就可对对映体有好的保留和分离选择性。10 米长的柱子理论塔板数可达 30000 以上, 表明它有很好的涂敷特性, 可使多数对映体获得基线分离。

### 实验部分

(一) 仪器和操作条件: Varian 3700 型气相色谱仪, 氢火焰离子化检测器作检测。The Recorder Co.4500 型记录仪。

进样器温度为 250℃, 分流为 100/1, N<sub>2</sub> 为载气, 压力 27.6kPa (4PSi)。

(二) 试剂: 除 4-甲基环己烯、2-甲基环己醇、3-甲基环己醇、2, 5-二甲氧基四氢呋喃等购自 Fluka 公司 (联邦德国), DMSO、三氟乙酸酐、氯仿、二氯甲烷等购自 Fisher 公司 (美国) 外, 其余均由 Aldrich 和 Sigma 公司 (美国) 供应。

(三) 2, 6-O-二戊基-3-O-三氟乙酰基-β-环糊精的合成: 2, 6-O-二戊基-β-环糊精参照 Croft 等的方法合成<sup>[24]</sup>。它进而与三氟乙酸酐回流反应, 反应物倾于冰水中, 用氯仿提取。有机层水洗后以无水硫酸钠干燥。减压蒸除溶剂得到产物。

(四) 色谱柱: 内径 0.25 mm 的石英毛细管柱 (由 Supelco 供应), 用千分之一的固定相乙醚溶液静态法涂敷<sup>[25]</sup>。

(五) 样品的衍生: 胺和醇 (氨基和羟基) 用三氟乙酸酐、乙酸酐、一氯乙酸酐或三氯乙酸酐分别衍生。大约 1 mg 样品溶于 0.5 ml 二氯甲烷中, 加入约 200 μl 相应的酸酐。胺的反应很快, 醇则较慢, 可温热加速反应。反应物用氮气赶走溶剂和过量的挥发性酸酐后, 溶于乙醇中, 过滤后使用。

### 结果和讨论

2,6-O-二戊基-3-O-三氟乙酰基-β-环糊精固定相与石英毛细管表面有好的亲和特性。通常毛细管内壁不必作去活预处理, 用静态法涂敷极易得到高效率的色谱柱。由于柱效高, 通常 10 米左右的色谱柱即可满足对多数对映体分离的要求。表 1 列出了它们的分离数据。此柱的理论塔板数对多数化合物在 30 000 以上, 分离的选择性也很好。对于保留值很小的手性化合物, 也有很好的分离选择性。

从表 1 所列的数据看出, 对极性和弱极性的化合物, 此固定相都有适当的保留和好的对映体分离的选择性。它适用于分离脂肪族和脂环族手

性化合物的对映体。对于芳香化合物, 其分离的选择性不如某些环糊精衍生物固定相<sup>[21, 22]</sup>。

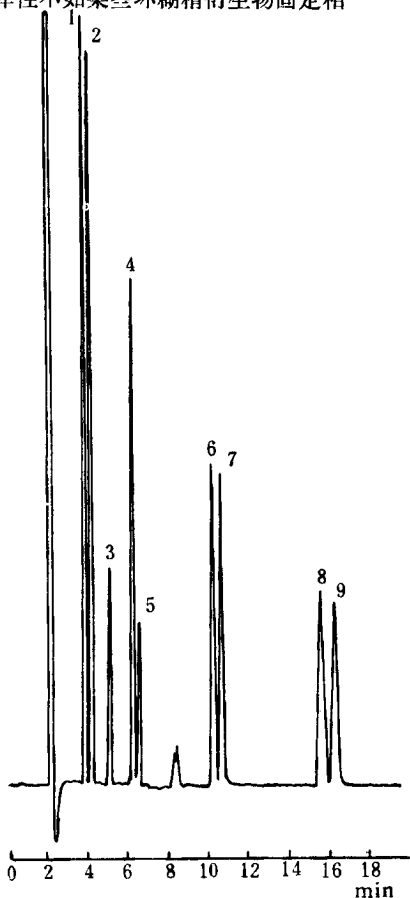



图 1 卤代烷对映体在 2, 6-O-二戊基-3-O-三氟乙酰基-β-环糊精柱上的分离

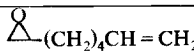
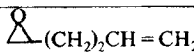
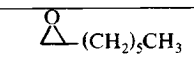
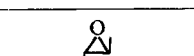
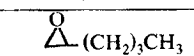
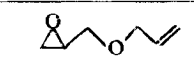
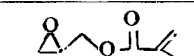
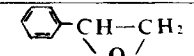
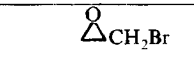
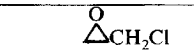
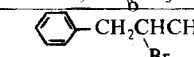
柱长: 10m, 柱温: 70℃, 色谱峰: 1,2—1,2-二氯丙烷, 3,5—2,3-二氯丁烷(对映体), 4—2,3-二氯丁烷(内消旋体), 6,7—2-溴戊烷, 8,9—1,3-二溴丁烷。

从结构上来看, 三氟乙酸酯对热和水解的稳定性较差。我们将用此固定相涂敷的一根 8 米毛细管柱分别在 120℃, 130℃, 140℃, 150℃ 和 160℃ 老化, 并且对 6 种对映体分离温度分别为 30℃, 50℃, 60℃, 70℃, 90℃ 和 100℃ 的化合物作分离试验, 观察  $k'$ 、 $\alpha$  和  $R_s$  的变化情况。结果表明, 除 2-氯丁酮在 160℃ 老化之后,  $k'$  值有较明显的减小之外, 其余试验化合物均无明显的减小 (表 2)。因此, 我们觉得 2, 6-O-二戊基-3-O-三氟乙酰基-β-环糊精作为气相色谱固定相, 只要适当控制最高使用温度, 柱的稳定性不会出现问题。

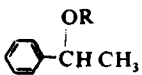


表1 对映体在2,6-O-戊基-3-O-三氟乙酰基-β-环糊精毛细管气相色谱柱上的分离数据

化合物名称	结构式	衍生基团(-R)	$k_1'$	$\alpha$	$R_s$	柱温(°C)	柱长(m)
3-庚胺	$\begin{array}{c} \text{NHR} \\   \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CHCH}_2\text{CH}_3 \end{array}$	-COCF <sub>3</sub>	3.19	1.05	1.66	100	10
		-COCH <sub>3</sub>	4.75	1.09	2.00	120	8
		-COCH <sub>2</sub> Cl	5.25	1.04	1.21	120	8
2-庚胺	$\begin{array}{c} \text{NHR} \\   \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CHCH}_3 \end{array}$	-COCF <sub>3</sub>	5.22	1.23	8.67	100	10
		-COCH <sub>3</sub>	6.13	1.25	4.55	120	8
		-COCH <sub>2</sub> Cl	6.61	1.08	2.38	120	8
		-COCH <sub>2</sub> Cl	4.81	1.03	0.9	140	8
4-甲基-2-庚胺	$\begin{array}{c} \text{NHR} \\   \\ (\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CHCH}_3 \end{array}$	-COCF <sub>3</sub>	1.83	1.25	7.44	100	10
		-COCH <sub>3</sub>	2.50	1.09	1.52	120	8
		-COCH <sub>2</sub> Cl	7.33	1.02	0.6	100	8
2-丁胺	$\begin{array}{c} \text{NHR} \\   \\ \text{CH}_3\text{CH}_2\text{CHCH}_3 \end{array}$	-COCF <sub>3</sub>	1.14	1.11	2.44	100	10
		-COCH <sub>3</sub>	1.84	1.14	2.24	120	8
		-COCH <sub>2</sub> Cl	5.00	1.03	1.20	105	10
2-戊胺	$\begin{array}{c} \text{NHR} \\   \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CHCH}_3 \end{array}$	-COCF <sub>3</sub>	1.57	1.24	6.60	100	10
		-COCH <sub>3</sub>	2.13	1.23	3.75	120	8
		-COCH <sub>2</sub> Cl	2.52	1.07	1.60	120	8
1,2,3,4-四氢-1-萘胺		-COCF <sub>3</sub>	3.53	1.03	0.9	150	8
6-甲基-2-庚胺	$\begin{array}{c} \text{NHR} \\   \\ (\text{CH}_3)_2\text{CH}(\text{CH}_2)_3\text{CHCH}_3 \end{array}$	-COCF <sub>3</sub>	7.90	1.22	8.55	100	10
		-COCH <sub>3</sub>	8.13	1.36	5.69	120	8
3,3-二甲基-2-丁胺	$\begin{array}{c} \text{NHR} \\   \\ (\text{CH}_3)_3\text{CCHCH}_3 \end{array}$	-COCF <sub>3</sub>	12.6	1.02	0.8	70	10
		-COCH <sub>3</sub>	2.69	1.10	1.50	120	8
		-COCH <sub>2</sub> Cl	6.00	1.03	0.8	100	8











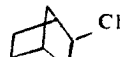
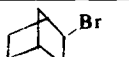
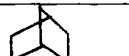
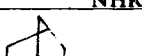
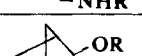
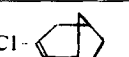
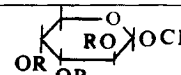
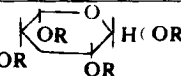
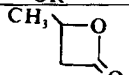
续前表

1-环己基乙胺	$\text{CH}_3 - \underset{\text{C}_6\text{H}_{11}}{\text{CH}} \text{NHR}$	—COCF <sub>3</sub>	5.00	1.07	2.00	120	10
		—COCH <sub>3</sub>	6.50	1.06	1.41	140	8
1-甲氧基-2-丙胺	$\text{CH}_3\text{OCH}_2\underset{\text{NHR}}{\text{CH}}\text{CH}_3$	—COCH <sub>3</sub>	5.69	1.09	1.53	120	8
		—COCH <sub>2</sub> Cl	8.10	1.02	0.7	100	8
		—COCCl <sub>3</sub>	7.00	1.13	3.63	120	8
1,2-环氧-7-辛烯			6.17	1.03	1.20	70	10
1,2-环氧-5-己烯			3.00	1.05	1.25	50	10
1,2-环氧辛烷			5.81	1.02	0.9	70	10
反式-2,3-环氧丁烷			2.10	1.03	0.7	40	10
1,2-环氧己烷			5.53	1.04	1.46	70	10
1-甲氧基-2-甲基环氧丙烷	$\text{CH}_3\text{O}-\underset{\text{O}}{\Delta}(\text{CH}_3)_2$		3.56	1.09	2.58	70	10
环氧丙基烯丙基醚			3.56	1.03	1.25	70	10
甲基丙烯酸环氧丙脂			6.39	1.04	1.25	80	10
环氧苯乙烯			5.60	1.02	0.7	80	10
3-溴-1,2-环氧丙烷			5.28	1.15	5.09	70	10
3-氯-1,2-环氧丙烷			3.14	1.19	4.48	70	10
2,3-二氯丁烷	$\text{CH}_3\underset{\text{Cl}}{\text{CH}}-\underset{\text{Cl}}{\text{CH}}\text{CH}_3$		1.72	1.45	9.78	70	10
			2.33	(内消旋)			
1,2-二氯丙烷	$\text{CH}_3\underset{\text{Cl}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{Cl}$		1.11	1.16	3.41	70	10
2-溴戊烷	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\underset{\text{Br}}{\text{CH}}\text{CH}_3$		4.61	1.05	1.82	70	10
1,3-二溴丁烷	$\text{CH}_3\underset{\text{Br}}{\text{CH}}\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$		7.56	1.05	1.52	70	10
3-氯-1-丁烯	$\text{CH}_3\underset{\text{Cl}}{\text{CH}}\text{CH}=\text{CH}_2$		1.01	1.06	1.20	50	10
3-溴-1-丁烯	$\text{CH}_3\underset{\text{Br}}{\text{CH}}\text{CH}=\text{CH}_2$		4.89	1.31	8.83	50	10
3-氯-2-丁酮	$\text{CH}_3\underset{\text{Cl}}{\text{CH}}\text{C}(=\text{O})\text{CH}_3$		0.88	1.35	6.51	100	10
2-溴-1-苯丙烷			6.89	1.01	0.6	100	10



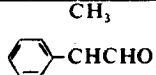

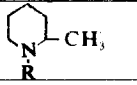
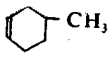

续前表

1-氯-2-溴丙烷	$\text{CH}_3\text{CH}(\text{Br})\text{CH}_2\text{Cl}$		4.72	1.29	6.90	30	10
2-溴丁烷	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}(\text{Br})\text{CH}_3$		6.11	1.10	2.26	30	10
2-溴丙腈	$\text{CH}_3\text{CH}(\text{Br})\text{CN}$		3.06	1.07	2.02	90	10
2-癸醇	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}(\text{OR})\text{CH}_3$	$-\text{COCF}_3$	3.49	1.04	1.67	100	10
2-辛醇	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}(\text{OR})\text{CH}_3$	$-\text{COCF}_3$	2.36	1.08	2.73	80	10
4-甲基-2-戊醇	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}(\text{OR})\text{CH}_3$	$-\text{COCF}_3$	1.72	1.34	4.35	40	10
1-苯乙醇		$-\text{H}$	4.97	1.05	0.9	40	10
		$\text{COCF}_3$	5.90	1.01	0.6	100	10
异松莰醇		$-\text{H}$	1.34	1.02	0.8	100	10
		$\text{COCF}_3$	14.4	1.03	1.25	60	10
3-羟基-1-丁炔	$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{C}\equiv\text{CH}$	$-\text{H}$	9.00	1.05	1.90	100	10
			1.54	1.15	2.01	50	10
3-甲基环己醇		$-\text{COCF}_3$	3.29 4.33	1.05 1.09	1.32 2.95	65	10
2-甲基环己醇		$-\text{COCF}_3$	3.83 4.61	1.02 1.02	0.5 0.9	60	10
2-庚醇	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}(\text{OR})\text{CH}_3$	$-\text{COCF}_3$	3.11	1.14	4.68	60	10
2-戊醇	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{OR})\text{CH}_3$	$-\text{COCF}_3$	1.56	1.67	4.50	40	10
3-己醇	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{OR})\text{CH}_2\text{CH}_3$	$-\text{COCF}_3$	2.30	1.02	0.5	40	10
		$-\text{H}$	6.27	1.03	0.6	40	10
2-氨基-1-丙醇	$\text{CH}_3\text{CH}(\text{NHR})\text{CH}_2\text{OR}$	$\text{COCF}_3$	2.27	1.21	5.13	120	10
3-氨基-1-己醇	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{NHR})\text{CH}_2\text{OR}$	$\text{COCF}_3$	4.00	1.08	2.87	120	10
2-氨基-1-戊醇	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{NHR})\text{CH}_2\text{OR}$	$-\text{COCF}_3$	2.60	1.11	2.89	120	10
1,2-己二醇	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}(\text{OR})\text{CH}_2\text{OR}$	$-\text{COCF}_3$	2.03	1.03	1.00	100	10
1,2-丙二醇	$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OR})\text{CH}_2\text{OR}$	$-\text{COCF}_3$	0.72	1.10	2.07	100	10
1,2-戊二醇	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{OR})\text{CH}_2\text{OR}$	$-\text{COCF}_3$	1.21	1.03	1.10	100	10

续前表

1,3-丁二醇	$\begin{matrix} \text{OR} \\   \\ \text{CH}_3\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{OR} \end{matrix}$	-COCF <sub>3</sub>	1.55	1.10	2.40	100	10
3-氯-1,2-丙二醇	$\begin{matrix} \text{OR} \\   \\ \text{Cl}-\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{OR} \end{matrix}$	-COCF <sub>3</sub>	2.63	1.06	1.98	100	10
1,2-辛二醇	$\begin{matrix} \text{OR} \\   \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CHCH}_2\text{OR} \end{matrix}$	-COCF <sub>3</sub>	6.56	1.05	2.05	100	10
2-溴甲基四氢-2H-吡喃			3.72	1.16	1.70	90	10
2-氯甲基四氢-2H-吡喃			1.89	1.29	2.20	90	10
3,4-二氢-2-甲氧基-2H-吡喃			1.83	1.44	8.62	60	10
3,4-二氢-2-乙氧基-2H-吡喃			2.13	1.16	3.93	60	10
2-(2-炔丙基)四氢-2H-吡喃			4.58	1.03	0.75	80	10
2-羟基四氢呋喃		-COCF <sub>3</sub>	3.53	1.12	2.88	100	10
2-乙氧基四氢呋喃			2.46	1.08	2.50	60	10
2-炔丙氧基四氢呋喃			7.44	1.06	1.69	70	10
2,5-二甲氧基四氢呋喃			{ 1.44 2.05	1.18 (内消旋)	5.49	70	10
2,5-二甲基四氢呋喃			{ 5.00 0.86	1.19 (内消旋)	4.04	100	10
挂-2-氯代降冰片烷			6.40	1.04	2.80	60	10
挂-2-溴代降冰片烷			13.60	1.05	1.50	60	10
桥-2-氨基降冰片烷		-COCF <sub>3</sub>	11.17	1.07	3.17	100	10
挂-2-氨基降冰片烷		-COCF <sub>3</sub>	13.3	1.10	4.64	100	10
挂-降冰片-2-烷醇		-COCF <sub>3</sub>	13.0	1.02	0.8	60	10
3-氯双环[3,2,1]-2-辛烯			6.8	1.02	1.00	70	10
β-阿拉伯吡喃糖-1-O-甲基甙		-COCF <sub>3</sub>	6.00(L)	1.49	1.71	100	10
木糖		-COCF <sub>3</sub>	2.43(D)	1.23	3.76	110	10
β-丁酸内酯			6.19	1.30	10.50	100	10

续前表

α-甲基-γ-丁酸内脂			59.80	1.05	1.33	100	10
丙氨酸甲酯	$\begin{matrix} \text{NHR} \\   \\ \text{CH}_3\text{CHCOOCH}_3 \end{matrix}$	-COCF <sub>3</sub>	1.25	1.14	3.06	120	10
亮氨酸甲酯	$\begin{matrix} \text{NHR} \\   \\ \text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{CHCOOCH}_3 \end{matrix}$	-COCF <sub>3</sub>	2.50	1.07	2.50	120	10
α-羟基苯乙酸乙脂		-COCF <sub>3</sub>	4.67	1.02	0.7	120	10
2-苯丙醛			3.92	1.01	0.7	100	10
2-甲基环己酮			5.72	1.03	1.00	80	10
2-甲基哌嗪		-COCF <sub>3</sub>	2.28	1.09	2.90	120	10
2-羟基丙腈	$\begin{matrix} \text{CH}_3\text{CHCN} \\   \\ \text{OR} \end{matrix}$		5.00	1.19	4.04	100	16
4-甲基环己烯			1.00	1.03	0.6	30	10
顺-和反-氧化柠檬烯			$\begin{cases} 5.39 \\ 5.52 \end{cases}$	$\begin{cases} 1.02 \\ 1.04 \end{cases}$	$\begin{cases} 0.9 \\ 2.00 \end{cases}$	90	10

\*  $k_1'$ : 第一个洗脱峰的容量因子;

$\alpha$ : 相对保留值,  $\alpha = k_2' / k_1'$ ;

$R_s$ : 分离度,  $R_s = \frac{2(t_{r2} - t_{r1})}{t_{w1} + t_{w2}}$ , 当分离度小于1时, 其值由对照标准分离度曲线估算<sup>[26]</sup>。

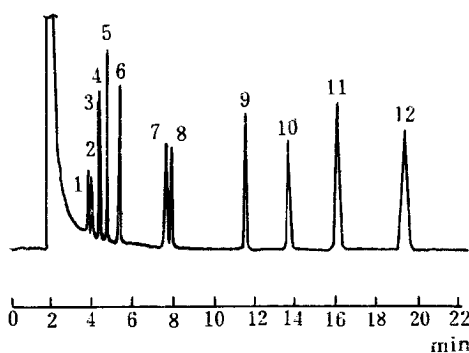


图 2 2, 6-O-二戊基-3-O-三氟乙酰基-β-环糊精柱分离脂肪酸三氟乙酰衍生物对映体的色谱图

柱长: 10 m, 柱温: 100℃, 色谱峰: 1,2. 2-丁胺, 3,4. 3,3-二甲基-2-丁胺, 5,6. 2-戊胺, 7,8. 3-庚胺, 9,10. 2-庚胺, 11,12. 1,5-二甲基己胺

环糊精作为手性的色谱固定相, 特别是液相色谱固定相的分离机制已经有所讨论<sup>[20,21]</sup>。化合物分子或一部分进入环糊精的内腔形成包含物是对映体分离选择性的主要依据, 当然还辅以分子间的氢键或其它相互作用。气相色谱分离机制也可能是这种双重作用的结果。试验和分析表明, β-环糊精空腔的体积适合与苯环、萘环等芳香环形成较稳定的包含物。但是对于 3-O-三氟乙酰化的固定相, 可能由于 3 位羟基是位于环糊精空腔口边缘, 并指向内侧, 故当其三氟乙酰化之后, 在空间上是不利于苯环、萘环等芳香分子进入其中的。比之 2, 6-O-二戊基-β-环糊精固定相, 对芳香化合物对映体分离的选择性较差<sup>[21]</sup>。

表2 2,6-O-二戊基-3-O-三氟乙酰基-β-环糊精固定相温度稳定性测试数据\*

化合物名称	老化温度 (°C)	k' <sub>1</sub>	α	R <sub>s</sub>	柱温(°C)
3-氯-2-丁酮	120	0.45	1.51	4.59	100
	130	0.42	1.61	4.92	100
	140	0.47	1.46	4.32	100
	150	0.47	1.45	4.26	100
	160	0.35	1.60	3.86	100
2-氯甲基四氢-2H-吡喃	120	1.48	1.21	4.04	90
	130	1.6	1.21	4.30	90
	140	1.58	1.21	3.82	90
	150	1.56	1.19	4.25	90
	160	1.59	1.22	3.84	90
2-碘丁烷	120	0.93	1.11	1.38	70
	130	0.94	1.10	1.42	70
	140	0.97	1.10	1.37	70
	150	0.98	1.10	1.45	70
	160	1.00	1.09	1.25	70
3,4-二氢-2-甲氧基-2H-吡喃	120	1.18	1.48	6.70	60
	130	1.18	1.48	7.50	60
	140	1.08	1.49	7.20	60
	150	1.16	1.47	7.20	60
	160	1.26	1.46	6.76	60
3-羟基-1-丁炔	130	1.33	1.15	1.78	50
	140	1.29	1.16	1.47	50
	150	1.32	1.16	1.63	50
	160	1.31	1.15	1.68	50
3-氯-1-丁烯	130	1.86	1.14	1.58	30
	140	1.78	1.12	1.32	30
	150	2.00	1.13	1.27	30
	160	2.00	1.11	1.52	30

\* 一根 8m × 0.25mm i. d. 的毛细管柱供测试。

参考文献

(1) E.Gil-Av, B.Feibush, R.Charles-Sigler, Tetrahedron Lett., 1009 (1966).  
 (2) J.W.Westley, B.Halpern, B.L.Karger, Anal.Chem., 40, 2046 (1968).  
 (3) G.E.Pollock, A.H.Kawauchi, Anal. Chem., 40, 1356 (1968).  
 (4) B.Feibush, E.Gil-Av, Tetrahedron, 26, 1361 (1970).  
 (5) W.Parr, P.Y.Howard, J.Chromatogr., 71, 193 (1972).  
 (6) W.A.Konig, G.J.Nicholson, Anal.Chem., 47, 951 (1975).  
 (7) H.Frank, G.J.Nicholson, E.Bayer, J.Chromatogr. Sci., 15, 174 (1977).  
 (8) H.Frank, G.J.Nicholson, E.Bayer, Angew.Chem., 90, 90 (1978).



(9) D.W.Armstrong et al., *J.Chromatogr. Sci.*, 22, 411 (1984).  
(10) D.W.Armstrong, T.J.Ward, R.D.Armstrong, T.E.Beesley, *Science*, 232, 1132 (1986).  
(11) E.Smolkova, H.Kralova, S.Krysl, *J.Chromatogr.*, 241, 3 (1982).  
(12) S. Krysl, E. Smolkova-Keulemansova, *J. Chromatogr.*, 349, 167 (1985).  
(13) T.Koscielski, D.Sybilska, J.Jurczak, *J.Chromatogr.*, 280, 131 (1983).  
(14) T.Koscielski, D.Sybilska, B.Belniak, J.Jurczak, *Chromatographia*, 21, 413 (1986).  
(15) V.Schurig, H-P.Nowotny, *J.Chromatogr.*, 441, 155 (1988).  
(16) Volker Schuig, Hans-Peter Novotny, Dieter Schmalzing, *Angew Chem. Int. Ed. Engl.*, 28 (6), 736 (1989).  
(17) W.A.Konig, S.Lutz, P.Mischnick-Lubbecke et al., *J.Chromatogr.*, 447, 193 (1988).  
(18) W.A.Konig, S.Lutz, G.Wenz, E. von der Bey, *HRC & CC.*, 11, 506 (1988).  
(19) W.A.Konig, S.Lutz, C.Colberg et al., *HRC & CC.*, 11, 621 (1988).  
(20) W.A.Konig, S.Lutz, G.Wenz, *Angew Chem. Int. Ed. Engl.*, 27, 979 (1988).  
(21) D.W.Armstrong, W.Li, C.D.Chang, J.Pitha, *Anal. Chem.*, 62, May (1990).  
(22) D.W.Armstrong, W.Li, A.M.Stalcup, H.V.Secor et al., *Anal.Chem. Acta*, in press.  
(23) D.W.Armstrong, Heng L.Jin, *J.Chromatogr.*, 502, 154 (1990).  
(24) A.P.Corft, R.A.Bartsch, *Tetrahedron*, 39, 1417

(1983).

(25) M.J.E.Golay, in *Gas Chromatography*, 1958, D.H.Desty, editor, Academic press, New York, 1958, p.36.

(26) L.R.Snyder, *J.Chromatogr.Sci.*, 10, 200 (1972).

(收稿日期: 1989年11月5日)

**A New  $\beta$ -Cyclodextrin Derivative as a Chiral Stationary Phase for the Efficient Gas Chromatographic Separation of Enantiomers** Jin Heng liang., *Department of Chemistry, Beijing University, Beijing, 100871; Daniel W. Armstrong, Department of Chemistry, University of Missouri-Rolla, Rolla, MO 65401, U.S.A.*

A new cyclodextrin derivative—2, 6-di-O-pentyl-3-O-trifluoroacetyl  $\beta$ -cyclodextrin was synthesized and used as a chiral stationary phase in capillary GC separation of enantiomers. Over one hundred chiral compounds were separated with this stationary phase. The experimental results indicate that this chiral stationary phase is more effective than other cyclodextrin derivatives which so far have been reported as chiral stationary phase for GC. It is suitable for enantiomeric separation of various polar or weakly polar compounds, such as halohydrocarbons, alcohols, polyols, amines, amino alcohols, epoxides, pyrans, furans, bicyclic compounds, carbonyl compounds, lactones, and so on. The reproducibility and stability of this stationary phase are good provided it is used properly.

· 会议简讯 ·

**大连市色谱学会 1991 年会 2 月 5 日于大连科技馆举行**

会议共录用征文近 37 篇, 编印了年会文集。中国科学院大连化学物理研究所、大连理工大学化学学院、化工部光明研究所及大连市有关研究所、医院、高校派代表六十余人参加了会议。