

实验 11 甘氨酸锌螯合物的合成与表征

一、实验目的

1. 掌握氨基酸金属配合物的合成方法，巩固有关分离提纯方法。
2. 熟悉配合物的组成测定和结构表征方法。

二、实验原理

锌是人和动物必需的微量元素，它具有加速生长发育、改善味觉、调节肌体免疫、防止感染和促进伤口愈合等功能，缺锌会产生多种疾病。补锌的药物有硫酸锌、甘草酸锌、乳酸锌、葡萄糖酸锌等。由于氨基酸所特有的生理功能，氨基酸与锌的螯合物可直接由肠道消化吸收，具有吸收快、利用率高等优点，还具有双重营养性和治疗作用，是一种理想的补锌制剂。甘氨酸锌为白色针状晶体，熔点 282~284 °C，易溶于水，不溶于醇、醚等有机溶剂，水溶液呈微碱性。其合成方法有多种，本实验以甘氨酸和碱式碳酸锌为原料，固液相反应法合成甘氨酸锌螯合物，通过元素分析、IR、DSC-TG、XRD 等方法进行组成和结构表征。

三、主要仪器与试剂

1. 仪器

抽滤瓶，布氏漏斗，烧杯，蒸发皿，量筒，台秤，水浴锅，恒温磁力搅拌器，元素分析仪，X 射线粉末衍射仪，红外光谱仪，综合热分析仪。

2. 试剂

甘氨酸(分析纯)，碱式碳酸锌(分析纯)，乙醇(分析纯)。

四、实验步骤

1. 甘氨酸锌的制备

6.0 g (80 mmol)甘氨酸溶于 100 mL水中，加入 6.3 g (28 mmol)碱式碳酸锌，95°C下加热搅拌反应 4 h，趁热过滤，滤液于水浴上缓慢加热浓缩至晶膜出现，冷却，析出大量白色晶体，抽滤，用乙醇洗涤，晶体于P₂O₅干燥器中干燥，得产品甘氨酸锌，称重，并计算产率。

2. 甘氨酸锌的表征

将样品于 500 °C灰化后用EDTA配位滴定法测定螯合物中锌的含量，C、H、N含量用元素分析仪测定。根据元素分析结果，推断配合物的组成。用KBr压片法测定甘氨酸锌在 400~4000 cm⁻¹的红外光谱。在综合热分析仪上以Al₂O₃为参比物在空气中测定配合物的DSC-TG曲线，升温速度为 10 °C·min⁻¹，并分析其热分解过程。测定该配合物的X射线粉末衍射图谱，并进行物相分析。

五、思考题

1. 本实验中，甘氨酸和碱式碳酸锌何者过量比较好，为什么？
2. 在计算甘氨酸锌产率时，是根据甘氨酸的用量还是碱式碳酸锌的用量？影响甘氨酸锌产率的因素主要有那些？
3. 如何根据元素分析及其他表征结果推断甘氨酸锌的组成和结构？

参考文献

- [1] 钟国清. 甘氨酸锌螯合物的合成与结构表征[J]. 精细化工, 2001, 18(7): 391-393
- [2] 刘芸, 唐玉海, 戈景峰, 等. 甘氨酸合锌制备工艺的研究[J]. 西北药学杂志, 1999, 14(6): 227