

# 三种醛异构体的 GC-MS 测定

鲁庆华 郭浩然 王蕴林 林文新

(中石化北京化工研究院精细部 北京 100013)

**摘要** 本文介绍了三种醛异构体的 GC-MS 测定, 并对某些质谱开裂产物的产生机理进行了解析。

**关键词:** 醛 异构体 GC-MS 解析

采用黄樟素为原料经氢甲酰化反应合成三种醛<sup>[1,2]</sup>a, b, c。化学结构式见图 1。由于缺乏标准物, 使用 GC-MS 方法测定反应产物, 最终确认了这三种醛异构体。这对于选择出适宜的合成反应条件发挥了重要作用。

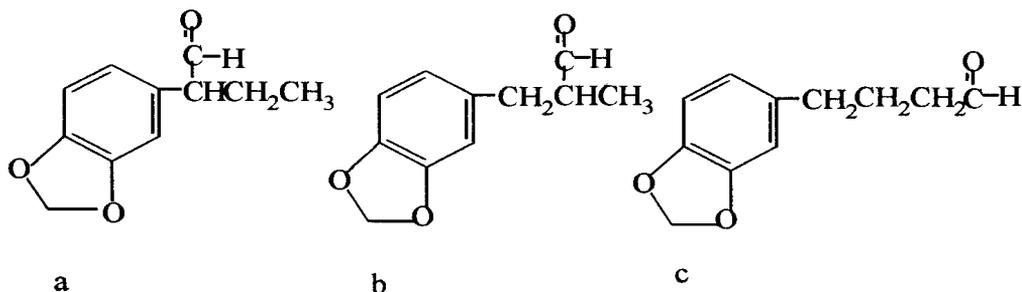


图 1 三种醛的化学结构式

注: a 2-(3,4-甲二氧基苯基)丁醛 b 2-甲基-3-(3,4-甲二氧基苯基)丙醛 c 4-(3,4-甲二氧基苯基)丁醛

## 1 实验部分

1.1 仪器: Pye-204 气相色谱仪; VGMM 70-70H 质谱仪;

1.2 GC-MS 条件: SE-54 石英色谱柱(30m × 0.32mm), 程序升温 60 - 280 , 4 / min, 气化室温度 240 , 载气为氮气, 柱前压 68.6kPa, 进样量 0.15μL; EI 电离方式, 电离能 70ev, 分辨率 500, 离子源温度 200 , 加速电压 4kv, 扫描速度 1s/dec。

1.3 测定方法: 直接取反应混合物进行 GC-MS 测定。

## 2 结果与讨论

反应混合物的 GC-MS 总离子流色谱图见图 2, 图 2 中 I、II、III 的质谱图见图 3。可以发现, 图 3 中 I、II、III 的分子离子峰  $m/z$  都为 192, 这与三种醛异构体分子量的计算值

相同, I、II、III的MS 谱图的相同点与不同点见表 1。

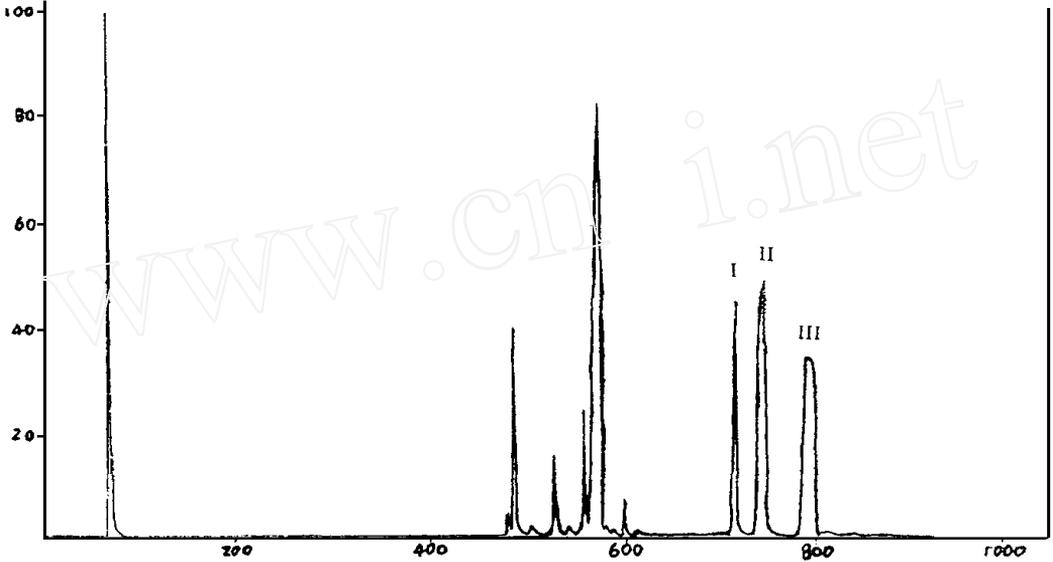
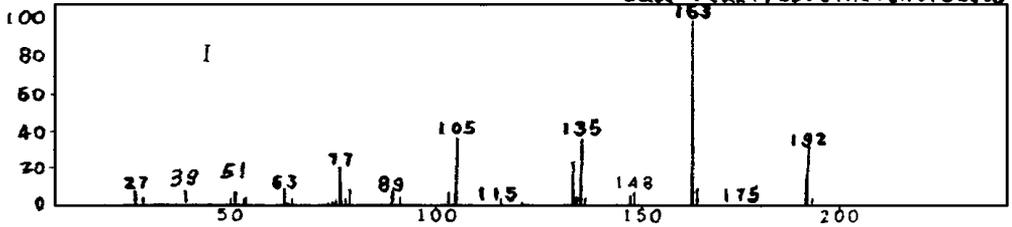
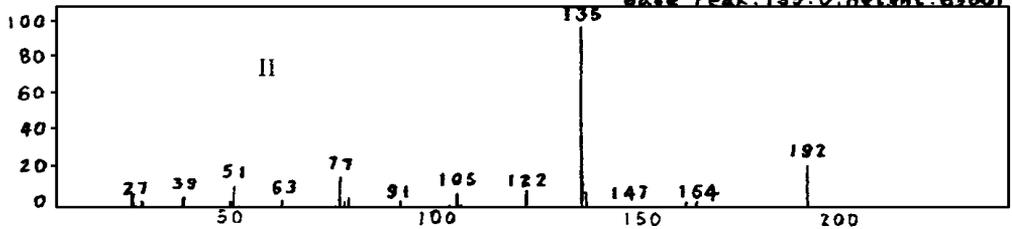


图 2 反应混合物的总离子流色谱图

Scan 713 - 707 Total P.No. 102 Mass Range 27 - 194  
 Base Peak: 163.0, Height: 52606



Scan 737 - 733 Total P.No. 98 Mass Range 27 - 194  
 Base Peak: 135.0, Height: 63661



Scan 788 - 779 Total P.No. 98 Mass Range 27 - 184  
 Base Peak: 135.0, Height: 29181

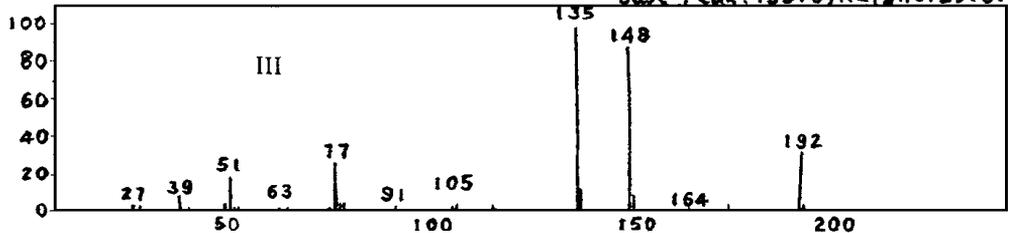


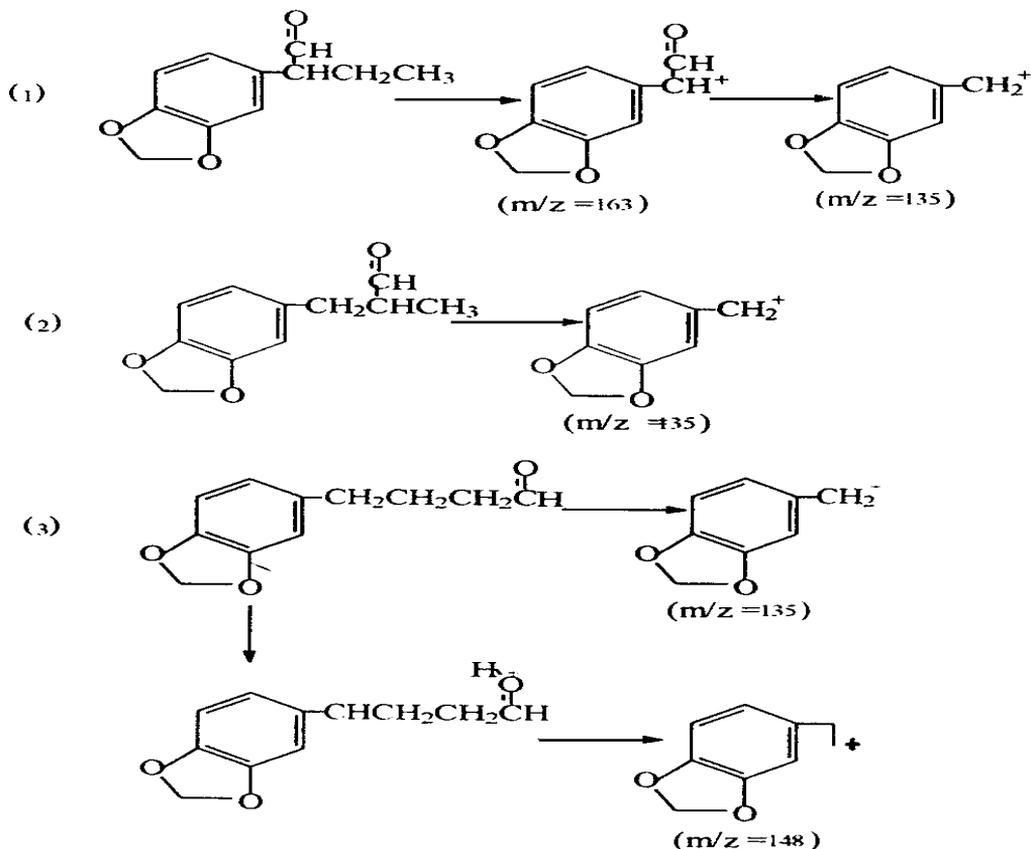
图 3 反应混合物的 GC- MS 谱图

注: 图 2 中的 I、II、III与图 3 中的 I、II、III对应

表 1 I、II、III 的 MS 谱图的相同点与不同点

	相同点	不同点
I	分子离子峰 $m/z$ 192	基峰 $m/z$ 为 163, 此外还有一个相对丰度大约为 40% 的碎片峰 $m/z$ 135
II	分子离子峰 $m/z$ 192	基峰 $m/z$ 135
III	分子离子峰 $m/z$ 192	除基峰 $m/z$ 135 外, 还有一个相对丰度大约为 90% 的碎片峰 $m/z$ 148

I 的基峰  $m/z$  为 163, 分析三种醛异构体的结构, 只有化合物 a 发生  $\alpha$  断裂反应才可产生基峰  $m/z$  163 [反应途径见式 (1)]; II 和 III 的基峰  $m/z$  都为 135, 但不同点在于 III 中还有一个相对丰度大约为 90% 的碎片峰  $m/z$  148, 分析 II 和 III 的分子结构, 只有化合物 c 可通过  $\beta$ H 重排后产生碎片峰  $m/z$  148 [反应途径见式 (3)]<sup>[3]</sup>, 由于 2 中不存在  $\beta$ H, 因此只能通过  $\alpha$  断裂形成基峰  $m/z$  135 [反应途径见式 (2)]。



### 3 结论

以上实验结果说明, 随着苯环取代位置的不同 (例如本文中相对于醛基的  $\alpha$   $\beta$   $\gamma$  位), 化合物的 MS 谱图有明显不同, 这对于某些与之相似且缺乏标准物的化合物的鉴定很有意义。

致谢 中石化北京化工研究院的胡廷育高级工程师对于本文的质谱裂解机理解析给予了热心的帮助,在此表示衷心的感谢。

### 参 考 文 献

- 1 特开平 4-305575A
- 2 鲁庆华. 中石化北京化工研究院硕士研究生论文, 1998
- 3 F W 麦克拉弗蒂. 质谱解析, 化学工业出版社, 1987, 214

## Qualitative Analysis of Aldehyde Isomers by GC/MS

Lu Qinghua, Guo Haoran, Wang Yunlin, Lin Wenxin

(Fine Chemicals Division, Beijing Research Institute of Chemical Industry,  
Sino-PEC, Beijing 100013, China)

Received 1999-01-04

### Abstract

The qualitative analysis of three kinds of aldehyde isomers has been reported. Meanwhile, the fragmentation mechanism of aldehydes mentioned above is interpreted.

Key Words: aldehyde, isomer, GC/MS, analysis