

甘草酸三钠的裂解/GC/MS 分析

谷月玲** 胡耿源

(浙江大学应用化学研究所 杭州 310027)

陈永宽

(昆明烟草公司工业研究所)

[摘要] 本文将居里点裂解器与 GC/MS 联用, 对烟草提取物甘草酸三钠的热解产物进行分析, 共检出 38 个组份, 并对裂解条件进行了探索。

关键词: 甘草酸三钠 裂解/GC/MS 分析

烟草中含有较丰富的甘草酸及其钠盐甘草酸三钠, 因其组份复杂, 熔点高, 一般的 GC/MS 分析方法无能为力。本文将居里点裂解器与 GC/MS 联用, 分析了烟草提取物甘草酸三钠的热解产物, 对研究人们在吸烟过程中甘草酸三钠在高温条件下所释放出来的热解产物提供了依据。

1 实验

仪器: Finnigan MAT 4510 色质联用仪。

XP-12 居里点裂解发生器。

色谱条件: SE-54 30m × 0.25mm 石英毛细管柱, 汽化器温度 200℃, 分离器温度 220℃, 柱温 60℃ 保持 4 分钟, 然后以每分钟 10℃ 的速率程序升温至 280℃, 分流比 20:1, 载气 He。

裂解条件: 裂解丝 770℃, 裂解时间 15 秒。

质谱条件: 电离方式 EI, 电子轰击能量 70eV, 电子倍增器电压 1200V, 灯丝电流 0.25mA, 扫描质量范围 45—50u, 扫描时间 1 秒, 离子源温度 140℃。

将裂解丝的一端做成螺旋状, 然后将研细的样品粘在上面, 供裂解/GC/MS 分析。

2 结果

甘草酸三钠的结构式如图 1。

1994 年 7 月 20 日收

• 第 6 届全国 F 四级质谱学术会议论文

•• 通讯联系人

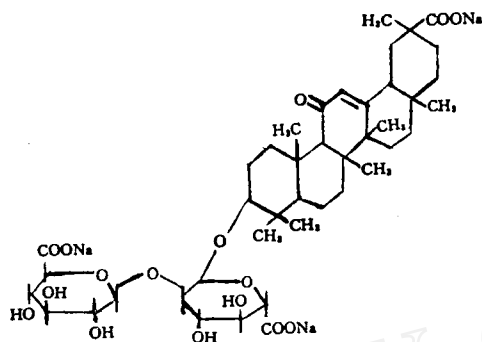


图1 甘草酸三钠结构式

甘草酸三钠经裂解/GC/MS 分析得总离子流色谱图(图1),总离子流色谱图经计算机检索、质谱图分析、参照文献^[1-2]等综合分析得定性结果(表1)。

同时在实验过程中,我们选择了480℃的裂解丝,裂解时间10秒、12.5秒、15秒的条件下均无峰。770℃的裂解丝,裂解时间10秒,几乎无峰;裂解时间12.5秒,只有几个峰,且强度低;在裂解时间15秒时,峰多,强度大,如图1。由此可见,甘草酸三钠的热解温度较高,热稳定性好,一般的质谱方法难以达到分析目的。

表1 甘草酸三钠的热解产物定性结果

序号	扫描号	化合物名称	序号	扫描号	化合物名称
1	101	乙醇	20	732	3,5-二甲苯酚
2	108	3-甲基-4-戊烯-2-醇	21	743	2,4,5-三甲苯酚
3	148	1-甲基-1,3-环戊二烯	22	842	3-乙基-5-甲基苯酚
4	199	1-甲基-1,4-环己二烯	23	857	三甲基六氢化萘
5	205	2-甲基-3-戊酮	24	860	2,7-二甲基四氢化萘
6	337	1,4-二甲苯	25	874	四甲基六氢化萘
7	385	2-甲基-2-环戊烯酮	26	878	1,6,8-三甲基四氢化萘
8	456	三甲苯	27	897	四甲基四氢化萘
9	464	3-甲基-2-环戊烯酮	28	912	四甲基四氢化萘
10	489	苯酚	29	918	四甲基六氢化萘
11	497	三甲苯	30	944	四甲基六氢化萘
12	534	三甲苯	31	954	四甲基六氢化萘
13	546	异丙苯	32	968	1,5,8-三甲基二氢化萘
14	553	2,5,5-三甲基-3-环己烯酮	33	996	四甲基四氢化萘
15	572	2-叔丁基-4-甲基呋喃	34	1026	3,5,8-三甲基二氢化萘
16	581	3,5,5-三甲基-4-甲烯基-2-环戊烯酮	35	1047	1,4,6-三甲基二氢化萘
17	604	3-甲基苯酚	36	1086	五甲基八氢化萘
18	661	3,4-二甲基-4-乙基-2,5-环己二烯酮	37	1095	五甲基八氢化萘
19	684	3,4-二甲基-4-乙基-2,5-环己二烯醇	38	1107	六甲基八氢化萘

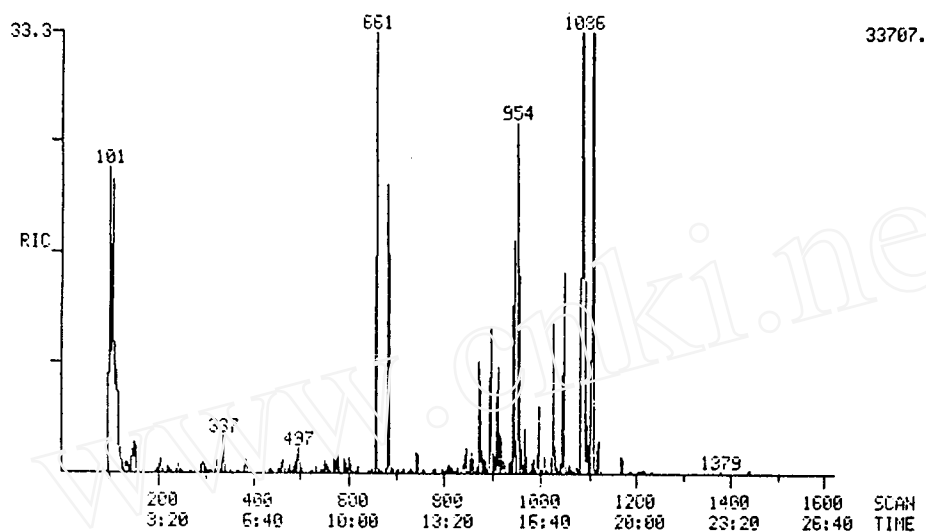


图1 甘草酸三钠的裂解/GC/MS 总离子流色谱图

参 考 文 献

- 1 庞新文等. 浙江大学学报, 1992; 26(3): 252-253
- 2 冯建跃. 科技通报, 1991; 7(5): 296

Analysis of Glycyrrhizic Acid Trisodium Salt by Pyrolysis/GC/MS

Gu Yeilin*, Hu Gunyuan

(Department of Chemistry, Zhejiang University, Hanzhou 310027, China)

Chen Yongkuan

(Industrial Institute of Kunming Tobacco Co.)

Received 1994-07-20

Abstract

The analysis of pyrolysis products of glycyrrhizic acid trisodium salt, which is extracted from tobacco, by Curje-point-pyrolyzer XP-12 combined with GC/MS is reported in the paper. 38 components are identified and the pyrolysis conditions are also studied.

Key Words: glycyrrhizic acid trisodium salt, Pyrolysis/GC/MS, analysis

* To whom the correspondence should be addressed