

直接进样快速分析赤霉素类化合物

北京东西分析仪器有限公司 北京 100049

摘要: 采用 GC-MS 3100 的直接进样杆系统, 直接进样的方法对合成的赤霉素 GA4 进行定性检测, 解决了高沸点样品不能用 GC-MS 分析的难题, 分析速度快, 缩短定性所需时间。

关键字: 赤霉素 GA4, 质谱直接进样, 定性

赤霉素(gibberellin, GA)最早是由日本植物病理学家研究水稻恶苗病(Rice bakanae)时发现的, 它是具有赤霉烷骨架, 并能刺激细胞分裂和生长的一类化合物的总称, 至今已经发现有 120 余种。赤霉素主要用于促进作物的生长发育, 广泛用于各类农作物(蔬菜、瓜类、水果等)提早成熟, 提高产量。本实验中分析的 GA4 英文名称: Gibberellin A₄, 分子式: C₁₉H₂₄O₅, 分子量: 332.4, 由于沸点高(400℃), 超过常规 GC 色谱柱的极限温度, 不适于用气相色谱分析。由于该样品是合成的产物, 纯度在 90%以上, 且成分较单一, 适于采用直接进样杆进样方式。

1 仪器及方法

1.1 实验仪器:

GC/MS3100 气相色谱质谱联用仪, 配置直接进样杆系统(北京东西分析仪器有限公司)。

1.2 试验条件及方法:

1.2.1 实验条件

进样杆: 升温速度: 20℃/min 升至 350℃。

质谱条件: EI 源, 离子源温度: 280℃; 扫描范围: 20 ~ 450amu; 倍增器高压: 900V。

1.2.2 试验方法

用取样针蘸取少量样品粉末, 放入样品坩埚中, 将坩埚小心插入进样杆前端固定支架上, 按真空锁的操作步骤将进样杆推入质谱仪内, 检查无误后, 开启温度控制器开关, 同时开始采集质谱信号。

2 结果及讨论

2.1 总离子流图

直接进样杆送入质谱后按设定程序升温, 并在设定质量范围内连续全扫描, 所得 TIC

色谱图如图 1 所示。观察 TIC 图上各点对应的质谱图，结果表明 GA4 出峰温度在 200~300℃之间。因为在真空条件下样品的沸点会有所降低。另外样品虽然有少量杂质，不能得到分离，但合理的提取质谱图，可以得到理想的结果。

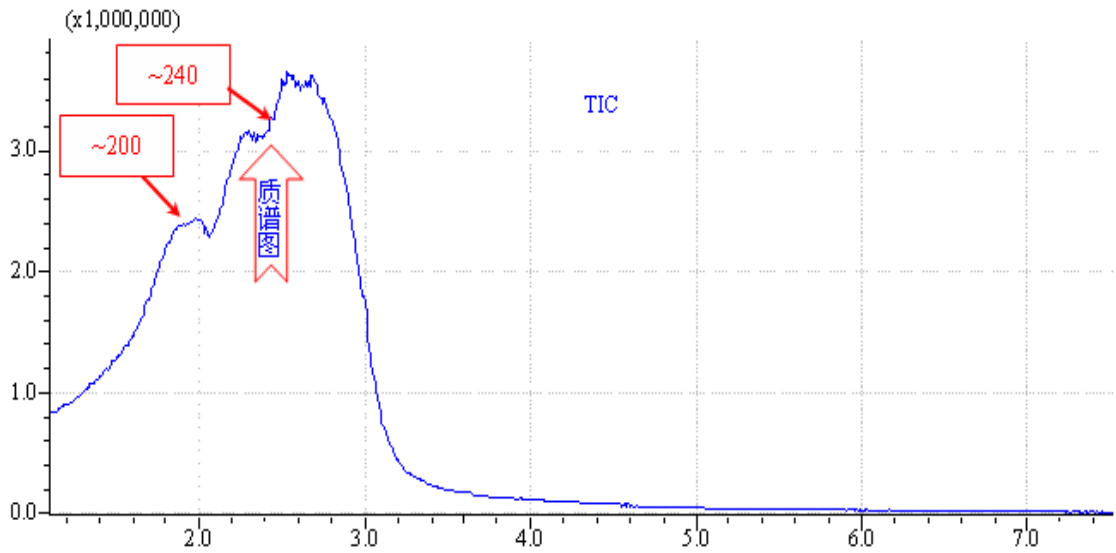


图 1：样品的 TIC 图

2.2 质谱图

比较 TIC 图上的每个扫描点的质谱图，在 240℃左右的质谱图比较干净，背景干扰少(图 2)，数据处理处理后进行 NIST 库检索，检索结果如图 3 所示，匹配度在 90%以上。根据合成机理分析，确认合成产品主要成分为 GA4。

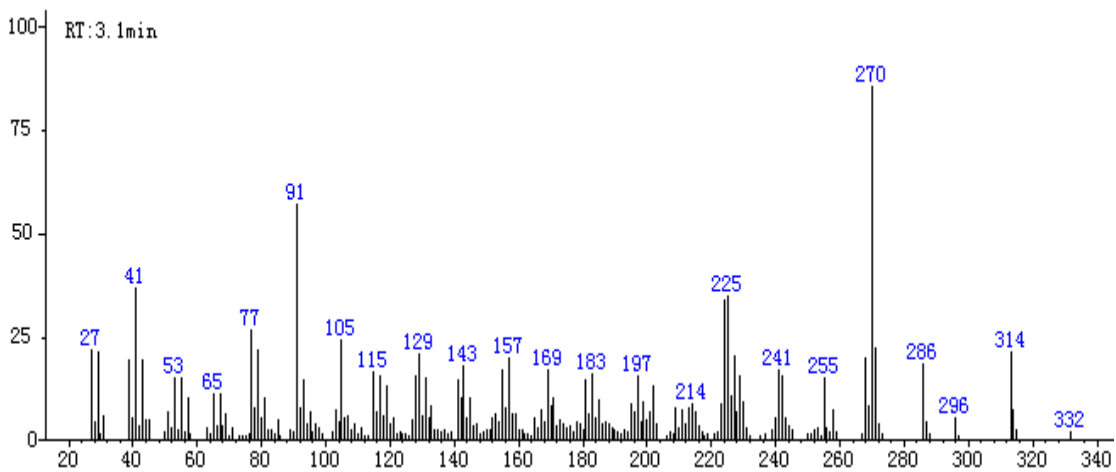


图 2：保留时间 3.1 分钟时的质谱图

MW: 332 CAS# 468-44-0 C₁₉H₂₄O₅ (mainlib) Gibbane-1,10-dicarboxylic acid, 2,4a-dihydroxy-1-methyl-8-methylene-

图 3: 标准谱图库检索

3 结论

GC-MS 3100 气相色谱质谱联用仪，配置直接进样杆系统，采用直接进样的质谱分析方法，对于纯度较高，气相色谱比较难汽化的有机物定性分析非常有用，分析时间短，结合标准谱库检索和解析，可以给出定性结果，这是传统的，有效的质谱分析手段。