

有机磷化合物的质谱研究

(XIII). 1,3,2-二氮磷杂环戊酮-(4)衍生物的电子轰击质谱

宋凤瑞 刘淑莹*

(中国科学院长春应用化学研究所 长春 130022)

李晨曦 陈茹玉



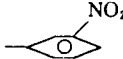

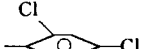
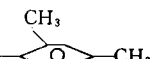

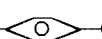
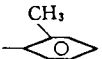

(南开大学元素有机化学研究所 天津 300071)

[摘要] 本文报道9种新的含磷杂环化合物的电子轰击质谱(EIMS),并应用B/E、B²/E 联动扫描及精确质量测量技术,探讨了该类化合物的质谱断裂机理,发现骨架重排及开环反应是该类化合物主要的质谱特征,而R₂基团对重排过程有很大影响。

关键词: 电子轰击质谱 含磷杂环化合物 重排反应 开环反应

1,3,2-二氮磷杂环戊酮-(4)衍生物是一类具有较高除草活性的新化合物。利用质谱方法研究它们的结构和分解过程,有助于进一步了解其活性作用机理。本文讨论了该类化合物电子轰击质谱(EIMS)的主要特征,并与其结构类似的1,3,2-二氮磷杂环戊烷衍生物^[1]的EIMS进行了比较。

表1 化合物1~9的结构式及分子量

R ₂ = NEt ₂		R ₂ = 	
R ₁	MW.	R ₁	MW.
1. 	405	5. 	450
2. 	419	6. 	473
3. 	433	7. 	483
4. 	439	8. 	424
		9. 	438

1 实验部分

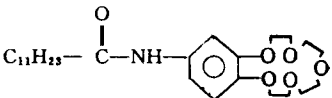
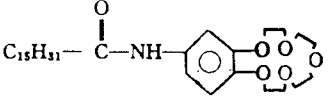
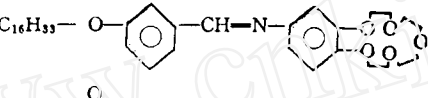
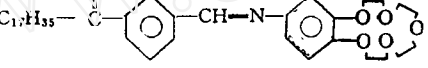
所有实验均在VG-7070E双聚焦磁质谱仪上完成,采用PDP11/250数据处理系统。离子源条件:电子能量70eV,收集电流200μA,源温250℃,加

1994年2月26日收

* 通讯联系人

NaCl 的水溶液每次用量约 $1\mu\text{L}$ 。FAB 谱测定时仪器的分辨率为 1000, 质量校准用甘油作标准化合物, 扫描范围由 40 至 1000。

表 1 化合物结构及分子量

化合物	结构	分子量
1		465
2		521
3		611
4		653

3 结果和讨论

化合物 1~4 在 FAB 谱中的 $[M+H]^+$ 、 $[M+K]^+$ 和 $[M+Na]^+$ 峰如表 2 所示。

表 2 化合物 1~4 在 FAB 谱中的 $[M+H]^+$ 、 $[M+K]^+$ 和 $[M+Na]^+$ 峰

化合物	$[M+H]^+$	$[M+K]^+$	$[M+Na]^+$
1	466	504	488
2	522	560	544
3	612	650	634
4	654	692	676

化合物 1~4 与碱金属离子 K^+ 和 Na^+ 的 FAB 谱如图 1a~1d 所示。从图中可以看到这些化合物的 $[M+K]^+$ 和 $[M+Na]^+$ 峰 m/z 504 和 488, 560 和 544, 650 和 634, 692 和 676 峰比 $[M+H]^+$ 峰 m/z 466, 522, 612 和 654 要强得多。由于 $[M+K]^+$ 和 $[M+Na]^+$ 峰是成对出现且相差 16amu 而容易辨认, 这对准确地确定每个化合物的分子量起着关键作用, 这种方法尤其适于对未知化合物分子量的确定。

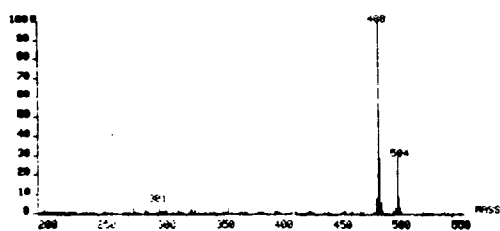


图 1a 化合物 1 与 K^+ 、 Na^+ 的 FABMS

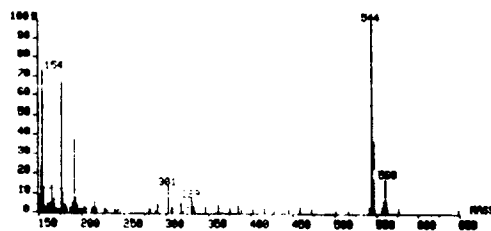
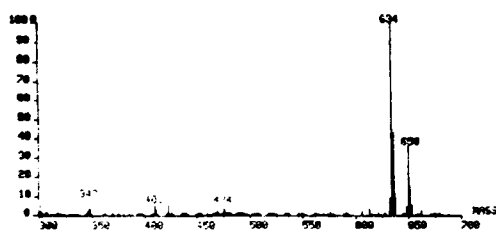
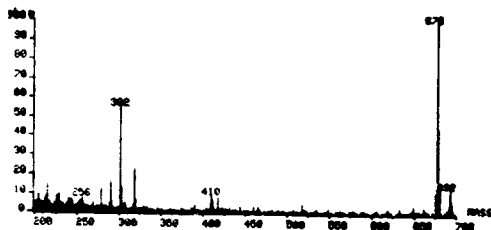


图 1b 化合物 2 与 K^+ 、 Na^+ 的 FABMS

图 1c 化合物 3 与 K^+ 、 Na^+ 的 FABMS图 1d 化合物 4 与 K^+ 、 Na^+ 的 FABMS

本工作样品由吴绍祖教授提供, 谨致谢意。

参 考 文 献

- 1 Chen Yaozu *et al.* Biomed Environ Mass Spectrom, 1987; 14(1): 9.
- 2 李海泉等. 质谱学报, 1993; 14(1): 20-26

A Study on Alkali Metal Adduct Ions of Crown Ether Compound in Fast Atom Bombardment Mass Spectrometry

Li Haiquan, Chen Nenyu*, Chen Tao

(National Laboratory of Applied Organic Chemistry, Lanzhou University,
Lanzhou 730000, China)

Received 1994-03-08

Abstract

Fast Atom Bombardment Mass Spectra (FABMS) of four crown ether compounds 1~4 and K^+ , Na^+ forming adducting ions have been studied. For these adducting ions, in their FABMS, $[M+K]^+$ and $[M+Na]^+$ are intense, and may give the information about molecular weight exactly.

Key Words: crown ether compound, K^+ , Na^+ , FABMS

* To whom the correspondence should be addressed.