

气相色谱-质谱联用仪宽质量范围调谐方法

谯应召

(青岛科技大学, 山东 济南 250014)

摘要: 以 Shimadzu 系列气相色谱-质谱联用仪为例, 讲述宽质量数范围的手工调谐方法。

关键词: 气相色谱-质谱联用仪;质量范围;调谐

1 调谐方法

气相色谱-质谱联用仪执行自动调谐时, 使用的标准物质一般采用 PFTBA (全氟三丁胺), 该物质在较宽的质量范围内有较为丰富的质量碎片、物质组成原子中同位素较少、并且有较好的蒸气压。可以通过 GCMS 的电气控制将 PFTBA 的蒸汽方便的引入到离子源内, 是性能较为优良的调谐试剂。

但是全氟三丁胺的分子量只有 672, 并且无明显的分子离子峰。在质量数校准时可以达到的最高质量数只有 614, 如果需要分析分子量大于 700 的物质, 只使用全氟三丁胺的自动调谐不能满足分析要求。

例如多溴联苯 (PBB) 和多溴二苯醚 (PBDE) 的含量测定, 此两类物质的主要定量 (定性) 碎片的质量数 (以十溴联苯醚为例, 最大碎片为 960) 大于 PFTBA 的最大质谱图质量数 ($m/z=614$), 在这种情况下, 需要更换其他大分子量调谐试剂, 进行手工调谐。

此外, 一般的气相色谱-质谱仪自动调谐时系统设定质量数校准的数值下限为 69, 色谱工作者如果经常分析小分子化合物, 应该予以注意, 建议执行手工调谐以修正低端质量数离子的质量准确度。

三(全氟庚基)-1,3,5-三嗪的手工调谐方法

高端质量数的调谐, 需要使用到新的调谐标准物质——三(全氟庚基)-1,3,5-三嗪 (Tris (perfluorononyl) -S-triazine)。该物质的结构和质谱图如下所示。

三(全氟庚基)-1,3,5-三嗪质谱图中主要质谱碎片是 866 和 1166, 可以利用它来进行气相色谱-质谱联用仪的高端质量数的校准。

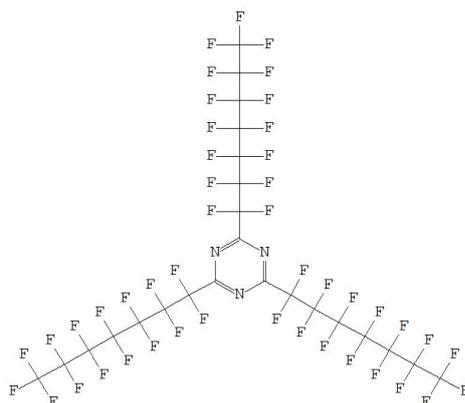


图 1 (全氟庚基)-1,3,5-三嗪结构式

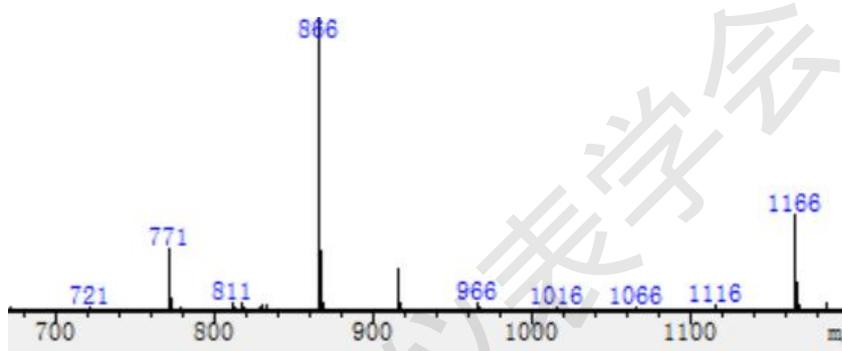


图 2 (全氟庚基)-1,3,5-三嗪质谱图

下面以 Shimadzu 的 GCMS-QP2020/2010 为例，讲述宽质量数范围的调谐方法：

首先执行气相色谱-质谱联用仪的自动调谐，保存调谐文件。

然后，将预先配制好的 1% 左右的全氟庚基)-1,3,5-三嗪/丙酮溶液进样至 GCMS 的进样口中，启动气相色谱仪的程序升温。

等待三嗪出峰后启动手工调谐，注意该色谱峰的宽度较大，出峰时间范围较长，需要在三嗪出峰的时间范围之内完成手工调谐工作。

在 GCMSsolution 工作站的调谐--峰监测界面下，点击“质量数校准”，此时观察 866 和 1166 质量参数，如果目标谱图中的质量数发生偏差，可以在质量校准表中输出偏差数值予以修正。



低端质量轴的 31 碎片，也可以采用相同的方法予以校准。

再次，调整 RF offset 和 RF gain 参数，获得满意的 FWHM 值。

手工调谐完成后，再次保存调谐文件。

2 小结

气相色谱-质谱联用仪宽质量范围的手工调谐方法。