

飞行时间质谱仪用于催化反应

原料的快速鉴定分析

朱辉, 黄晓

(广州禾信仪器股份有限公司, 广州 510530)

摘要: 大气压电离飞行时间质谱仪用于催化反应原材料-5种不饱和酮的快速鉴定分析。

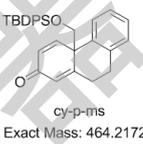
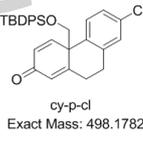
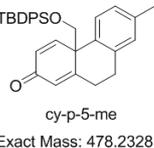
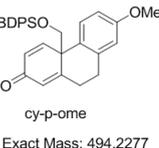
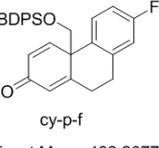
关键词: 不饱和酮;快速鉴定

1 测试条件

1.1 实验样品

不饱和酮的特征离子峰信息如下表所示:

表 1 样品特征离子峰信息

序号	样品	分子式	结构式	检测的特征离子	特征峰的质荷比 (m/z)
1	cy-p-ms	$C_{31}H_{32}O_2 Si$	 cy-p-ms Exact Mass: 464.2172	$[M+Na]^+$	487.156
2	cy-p-cl	$C_{31}H_{31}ClO_2 Si$	 cy-p-cl Exact Mass: 498.1782	$[M+Na]^+$	521.104
3	cy-p-5-me	$C_{32}H_{34}O_2 Si$	 cy-p-5-me Exact Mass: 478.2328	$[M+Na]^+$	501.067
4	cy-p-ome	$C_{32}H_{34}O_3 Si$	 cy-p-ome Exact Mass: 494.2277	$[M+Na]^+$	517.151
5	cy-p-f	$C_{31}H_{32}FO_2 Si$	 cy-p-f Exact Mass: 482.2077	$[M+Na]^+$	505.041

1.2 实验条件

仪器：API-TOFMS5000(双极性)

模式：正、负离子模式；

离子源：ESI 源：氮气气压 0.2Mpa,可带加热辅气；

质谱口温度：180°C；

进样方式：六通阀进样,定量环：20 μ L；流动相流速 20 μ L/min。

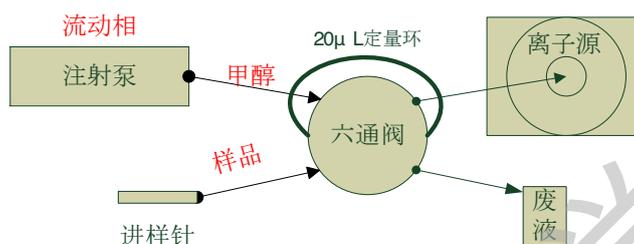


图 1 进样系统示意图

2 测试方法

2.1 不饱和酮使用溶液配制

分别取 5 种固态的不饱和酮样品 10 μ g 到有一定体积甲醇的 10mL 容量瓶中，过 0.22 μ m 滤膜过滤，然后用甲醇定容到刻度，配置成浓度为 1 μ g/mL 的标准溶液；

2.2 具体操作方法

- 1) 在样品进行测试前，采用图 1 所示进样系统，用注射针取 100 μ L 的 100 μ g/L 利血平甲醇溶液和 1mg/L 1-己烷磺酸钠溶液分别对仪器正负离子模式下的质量轴进行校正，记录实验数据和结果。
- 2) 样品测试，采用图 1 所示进样系统，分别用进样针取 100 μ L 样品注入 5 种不饱和酮样品，记录实验数据和结果。

3 测试结果

正离子模式进样利血平 100ppb 质谱图如图 2.所示，负离子模式 1-己烷磺酸钠 100ppb 质谱图如图 3 所示。校正完成后，仪器状态良好。

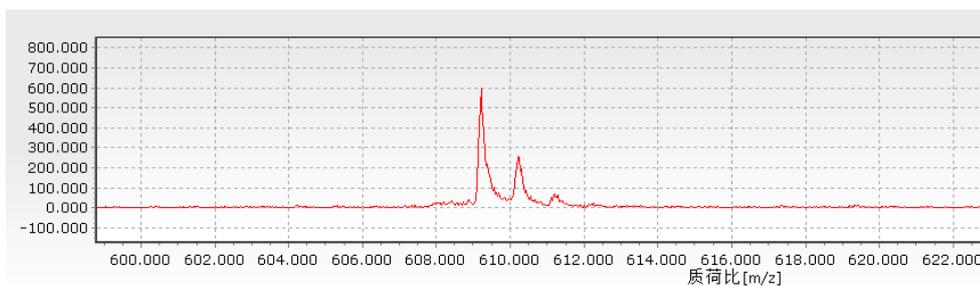


图 2 100µg/L 利血平 Mass 谱图

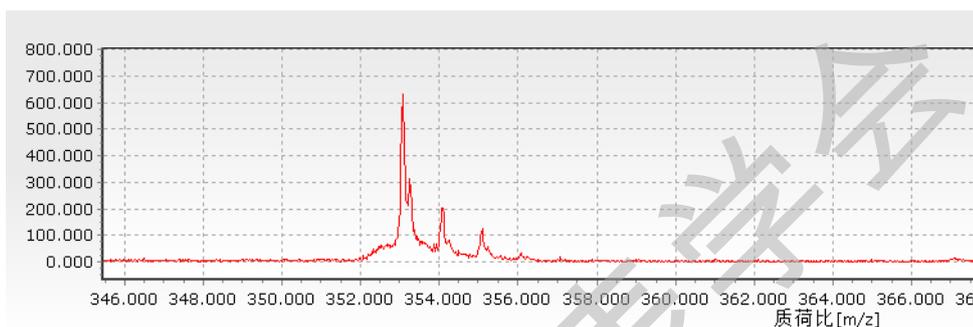


图 3 100µg/L 1-己烷磺酸钠 Mass 谱图

5 种不饱和酮检测得到的质谱图

正离子模式下，进样 5 种不饱和酮检测得到的质谱图如图 4~图 8 所示，出峰时间为进样 2min 后，该时间取决于流动相的进样流速，可根据实际需要调整。

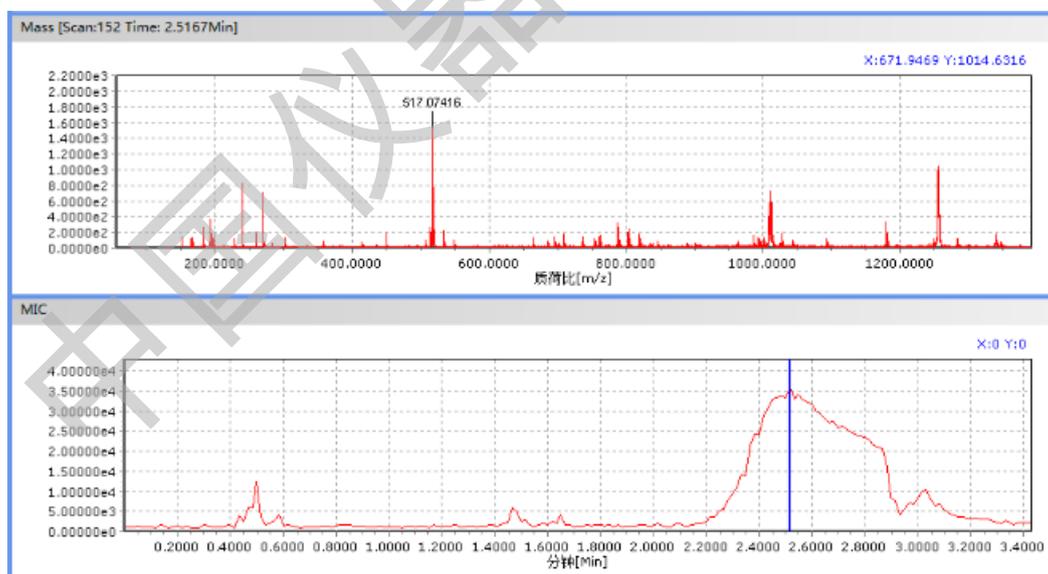


图 4 不饱和酮 cy-p-ome 经过流动相后，经质谱检测可得到【M+Na】⁺: 517.07 的目标峰

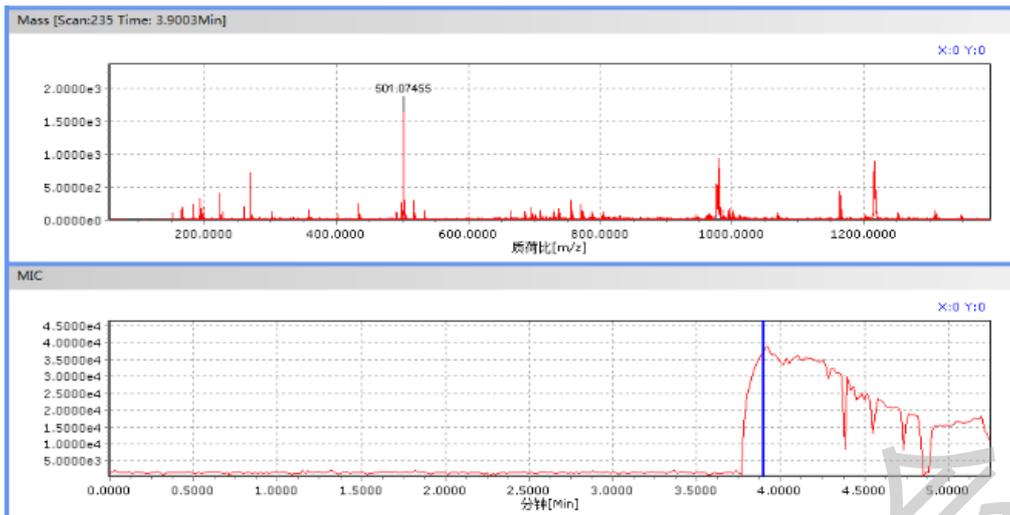


图 5 不饱和酮 cy-p-5-me 经过流动相后，经质谱检测可得到【M+Na】⁺: 501.07 的目标峰

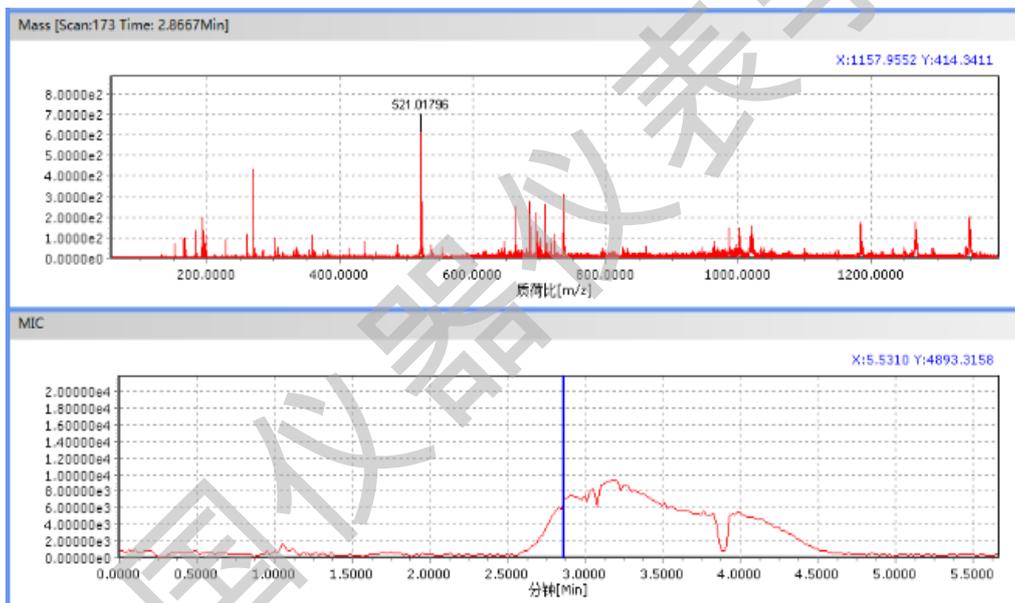


图 6 不饱和酮 cy-p-cl 经过流动相后，经质谱检测可得到【M+Na】⁺: 521.104 的目标峰

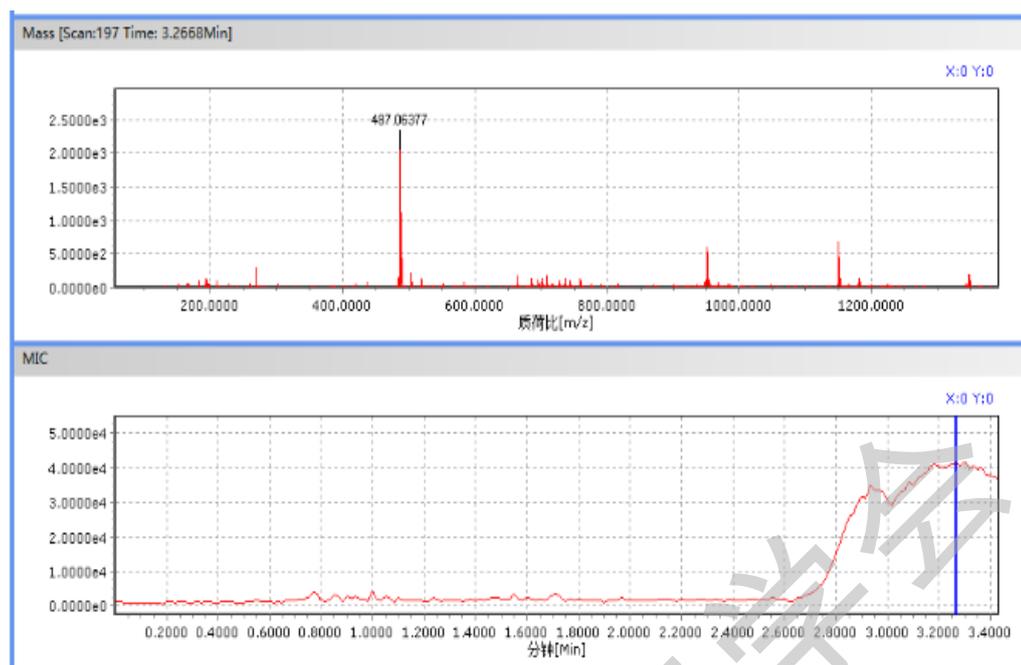


图 7 不饱和酮 cy-p-ms 经过流动相后，经质谱检测可得到【M+Na】⁺: 487.063 的目标峰

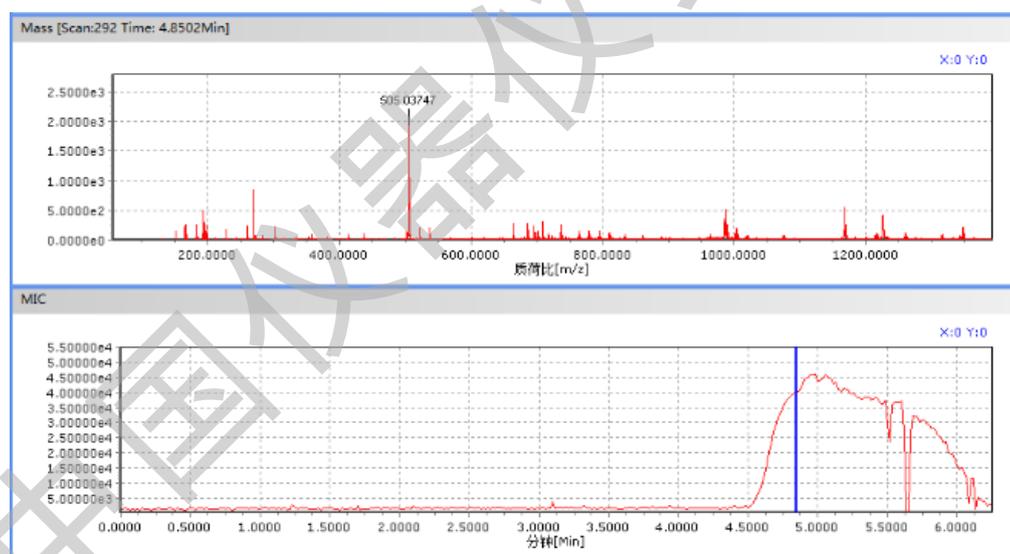


图 8 不饱和酮 cy-p-f 经过流动相后，经质谱检测可得到【M+Na】⁺: 505.03 的目标峰

4 测试结论

1) API-TOFMS5000 结合六通阀 (20 μ L 定量环)，手动进样，雾化正常，操作方便，在进样后约 2min 后，所有待测样品均能很好出峰，检测效率高，可以用于日常催化反应的原料、中间产物及最终产物的快速鉴定分析。