



GCMS直接进样系统分析高沸点及热不稳定物质

No.GCMS-017

摘要： 气相色谱-质谱（GCMS）广泛应用于食品、环境、医药、材料及生命科学等领域，然而其分析对象局限于低沸点和受热不易分解的物质。应用直接进样系统，则可突破这一瓶颈，大大扩展其应用范围，本文以实际测定为例，具体介绍直接进样系统在分析高沸点及热不稳定物质中的应用。

众所周知，GCMS由于分离效率高、分析速度快、检测灵敏度高及强大的定性能力等优点而广泛用于工业、农业、国防建设、科学研究等领域。然而GCMS分析对象局限于具有低沸点和热稳定性良好的物质。如采用直接进样系统，则可不受此限制，对高沸点和热稳定性差的样品也能定性定量检测。

直接进样系统是用推杆直接将样品送到离子源盒中，然后使之气化电离的进样系统，主要用于固体样品与高沸点样品的分析。一方面，离子源为真空环境，能使得高沸点样品在较低温度下得到汽化；另一方面，样品汽化位置与电离区域相距很近，样品一旦汽化，很快就被电离，从而可有效防止样品热分解，也提高了样品利用率。

图1为直接进样系统的装置示意图，它由推管、闸阀、预抽室等几部分组成。由于离子源处于高真空状态，当推杆推入或拉出离子源时，为了不破坏源的真空，必须在离子源和直接进样系统之间安装一个高真空闸阀。样品检测前，闸阀关闭，通过真空泵对预抽室抽真空，待真空度达到检测要求时，将闸阀打开，推入推杆，将样品送入离子源；测试完后，将推杆拉至预抽室，关闭闸阀，然后将预抽室放空，再拔出推杆。

关键词： GCMS 直接进样 高沸点及热不稳定物质 复印墨粉 植物甾醇酯

直接进样系统

质谱QP-2010plus；
DI-2010；
机械泵（2台）及连接附件；
样品坩埚。

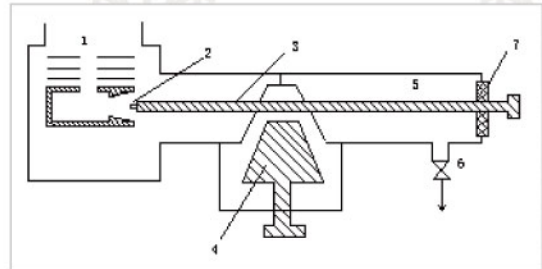


图 1 直接进样装置

1—离子源 2—样品管 3—样品推杆 4—闸阀
5—预抽室 6—接真空泵 7—真空密封

测定应用实例

1. 复印机墨粉分析

在利用静电复印伪造的犯罪案件中，复印墨粉分析是复印文件检验的重要内容。墨粉的主要成分为热溶性树脂和颜料，颜料主要由碳黑、油溶黑以及一些染料组成，而热溶性树脂大多是高分子聚合物，采用裂解气相

色谱才能检测，常规的GCMS无法满足其检测要求。如采用直接进样系统，通过DI程序升温的方法，则可根据物质沸点的差异将组分大致分开，逐一定性。实验用直接进样系统分析黑色和红色墨粉，通过谱库检索可找到其组成上的细微区别（见图2）。

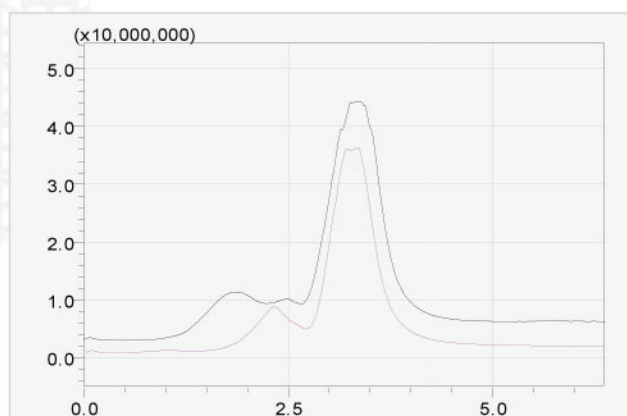


图2 红、黑色墨粉的总离子流比较图

2. 甾醇酯分析

植物甾醇酯一般是将植物甾醇经氢化及酯化处理而得，对于降低血中胆固醇含量、减轻心血管疾病发生有显著意义。但是，甾醇酯的沸点很高，无法在气相进样口挥发，采用GC的进样方式不能得到其色谱峰。因此

我们尝试用直接进样系统测定自合成的甾醇酯（见图3）。实验将色谱峰扣除背景信号后得到的质谱图与标准谱库比对，相似度高达93%（图4所示），完全可以满足分析的需要。

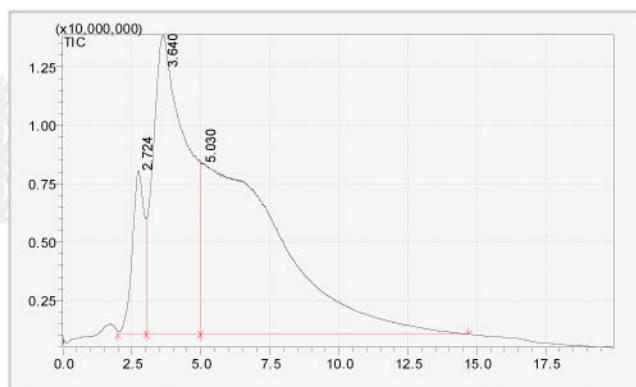


图3 甾醇酯的总离子流图

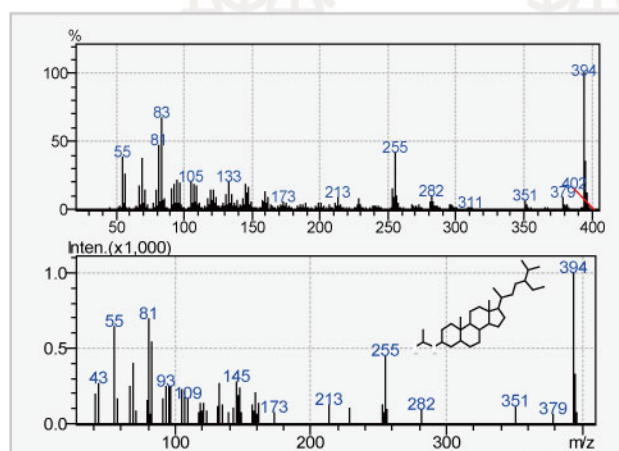


图4 样品及谱库检索所得质谱图对比

结果讨论

使用直接进样系统，使GCMS不受分析对象沸点和热稳定性的要求限制，且样品利用率更高。考虑到样品直接进入质谱系统，依靠在离子源中程序升温达到分离目的，因此要求样品的纯度较高且成分较简单。