

MDGC-GCMS分析艾氏剂标准品中的杂质

No.GCMS-048

摘要： 本文采用MDGC-GCMS系统，通过两根极性不同的毛细管柱串联，对艾氏剂标准品中的杂质进行进一步分离，达到准确定性分析。

关键词： 多维气质联用仪 艾氏剂

MDGC-GCMS系统是岛津公司为应对复杂样品分析而全新推出的多维色谱仪系统。MDGC采用双柱箱系统，通过切割单元将两根极性不同的毛细管柱连接起来，在第一根色谱柱上未达到完全分离的组分可通过MultiDeans Switching切割系统进入第二根色谱柱进行进一步的分离，该系统可减少峰的重叠，增强定性定量结果的可靠性。

实验部分

1、仪器

Shimadzu MDGC-GCMS多维气质联用仪：GC-2010气相色谱仪、Multi Deans Switching切割系统、GCMS-QP2010 Plus气质联用仪和MDGCsolution色谱工作站

2、分析条件

一维GC的分析条件

色谱柱：HP-5MS (0.32 mm × 30 m × 0.25 μm)
 进样口温度：180℃
 柱温：80℃(1 min) 30℃/min 200℃(0.5min)
 5℃/min 230℃ (2 min) 10℃/min 250℃(20min)
 载气控制：恒压175Kpa
 进样模式：不分流
 检测器：FID
 尾吹气：He，流速为10 ml /min,
 H₂流速：40 ml/min

Air流速：400 ml/min

Switching压力为140 kPa

二维GCMS分析条件

色谱柱：DB-17ms (0.25 mm. × 30 m × 0.25 μm)
 柱温：80℃(5 min)10℃/min 250℃ (10 min)
 离子源温度：200℃
 接口温度：250℃
 扫描方式：scan
 扫描范围：m/z 50-400

结果与讨论

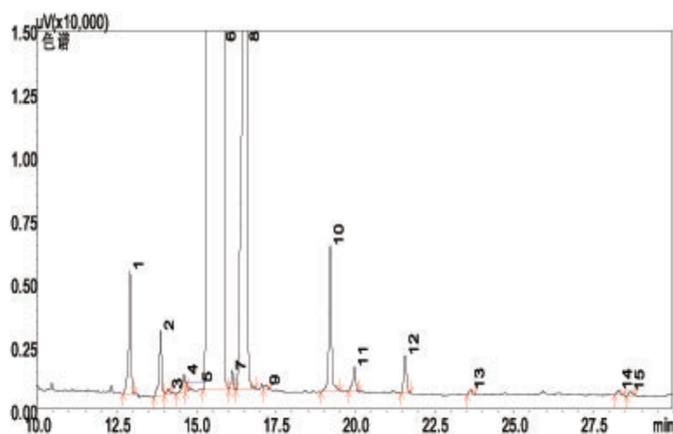


图1 第一维色谱图

主峰为艾氏剂，其他峰为艾氏剂标准品种的杂质，将对这些杂质进行定性分析

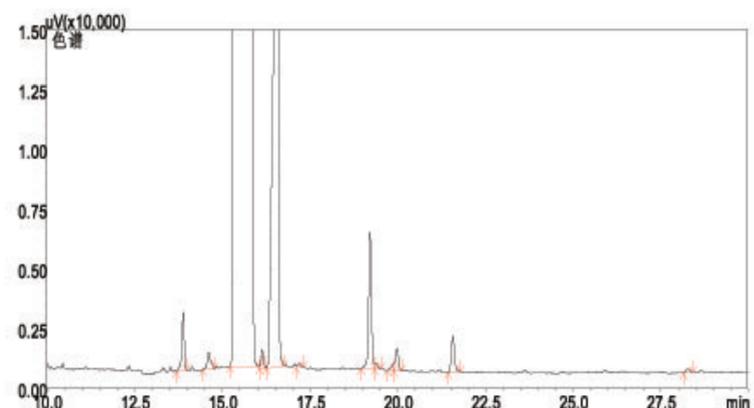


图2 将第一个峰切到第二维色谱柱

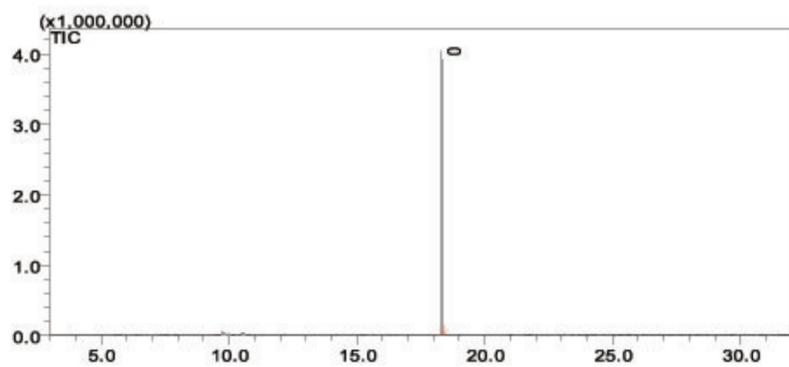


图3 第一个峰在第二维TIC图

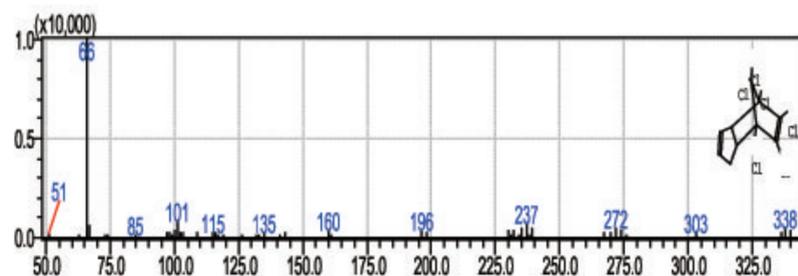


图4 化合物检索结果为六氯

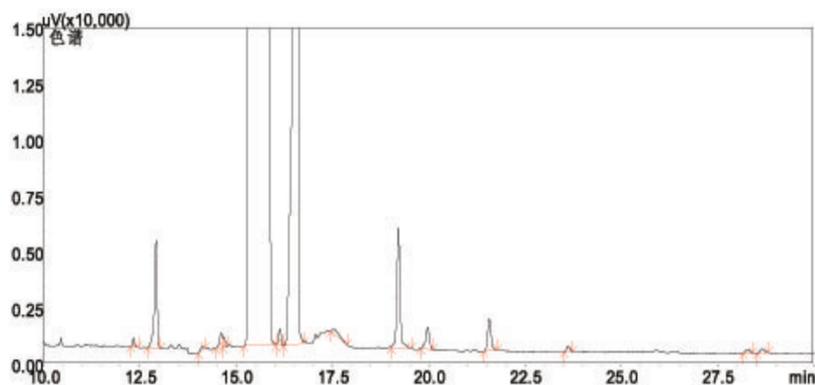


图5 将第二个峰切到第二维色谱柱

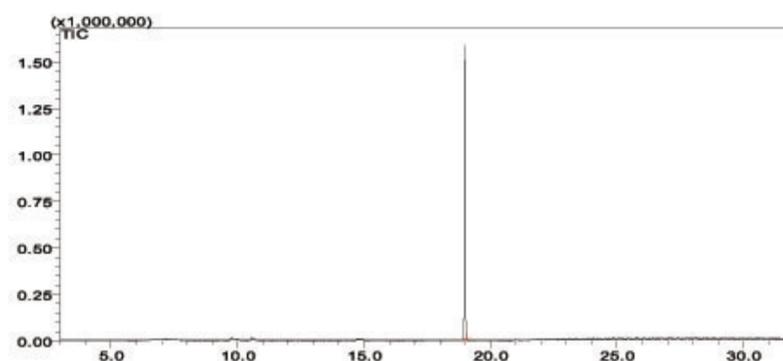


图6 第二个峰在第二维TIC图

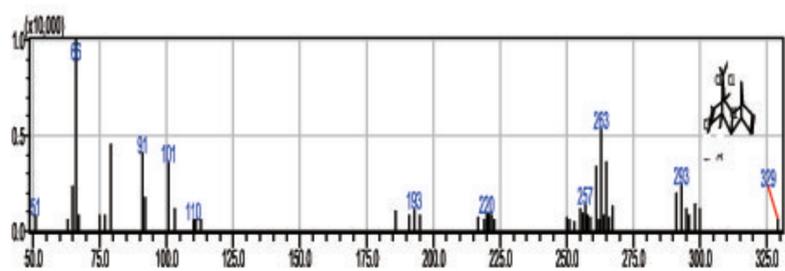


图7 化合物检索结果为艾氏剂

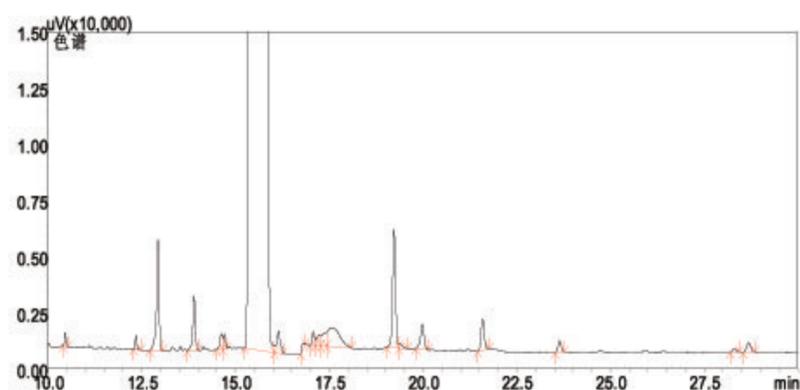


图8 将第三个峰切到第二维色谱柱

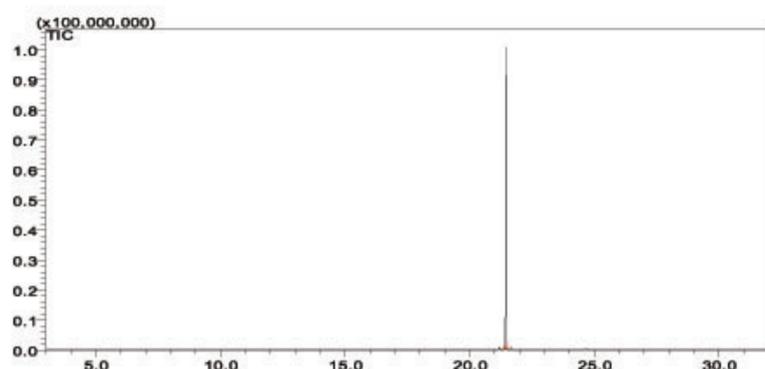


图9 第三个峰在第二维TIC图

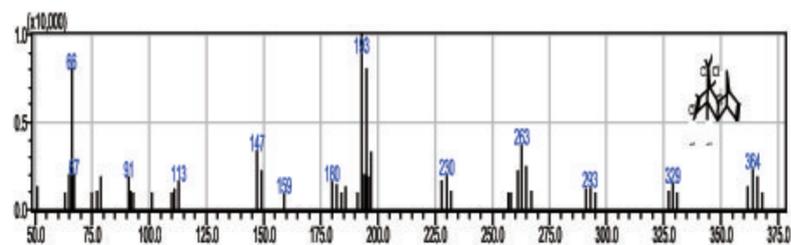


图10 化合物检索结果为异艾氏剂

结论

MDGC-GCMS系统拥有超强的分离能力，对于复杂基质以及不易分离的组分，可以轻松分离后，对目标化合物进行准确的定性，定量。经过试验，艾氏剂标准品中的杂质进一步分离，经过检索检出异艾氏剂，六氯等杂质。通过MDGC-GCMS系统可以对标准样品的纯度进一步控制，达到更高的纯度要求。