

# GCMS Smart CI 复合离子源化合物定性定量测定应用

## GCMS-245

**摘要：**本文利用岛津公司 GCMS-QP2020 气相色谱质谱联用仪结合新型复合源 Smart CI 源，通过切换离子化方式对敌敌畏、毒死蜱、对硫磷、二嗪磷、五氯硝基苯、环氧七氯等 14 种化合物进行了 EI 和 CI 定性分析。对比了上述化合物的 EI 和 CI 质谱图，均得到了准分子离子峰  $[M+H]^+$ ，其中 11 种物质的  $[M+H]^+$  在 CI 图中是基峰，同时对比了 14 种化合物在 Smart CI 源和 EI 源的响应。该方法操作简单，不需要卸真空更换离子源，就可以在 Smart CI 源上实现对化合物 EI 和 CI 的测定。

**关键词：** Smart CI 源 CI 准分子离子峰

新型复合源 Smart CI 源兼具 EI 源 (电子轰击电离源) 和 CI 源 (正化学电离源) 的功能，与传统的 EI 源和 PCI 源相比，不需要卸真空更换离子源，只需要在 GCMSsolution 工作站更换离子化方式 EI 和 CI，就可以在 Smart CI 源上实现对化合物 EI 和 CI 的测定。

EI 被称为硬电离，可以获得丰富的碎片离子信息；CI 被称为软电离，因为不易发生化学键断裂所以获得的碎片离子少，但准分子离子峰比较强，这一特征可以弥

补 EI 的不足。

本文采用岛津单四极杆气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2020，结合新型复合源 Smart CI 源，测定了敌敌畏、毒死蜱、对硫磷、二嗪磷、杀螟硫磷、五氯硝基苯、环氧七氯等化合物。该方法操作简单，采用 Smart CI 源不需要卸真空更换离子源，就可以实现对化合物 EI 和 QCI(Quick-CI) 的测定。

## 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP2020 气相色谱质谱联用仪

### 1.2 分析条件

GCMS 条件：

色谱柱：InertCap-1701 ms, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：100℃ (1 min)\_10℃ /min\_270℃ (2 min)

进样口温度：280℃

进样方式：不分流 (1 min)

高压进样：250 kPa

进样量：1 μL

载气：氦气

载气控制方式：恒线速度 (40.7 cm/sec)

离子源温度：230℃

接口温度：270℃

离子化方式：EI

检测器电压：调谐电压 -0.1 kV

采集模式：Scan(50-350 或 50-400)

离子化方式：QCI

反应气：异丁烷

反应气压力：150 kPa

检测器电压：调谐电压 +0.4 kV

采集模式：Scan(100-350 或 100-400)

### 1.3 样品前处理

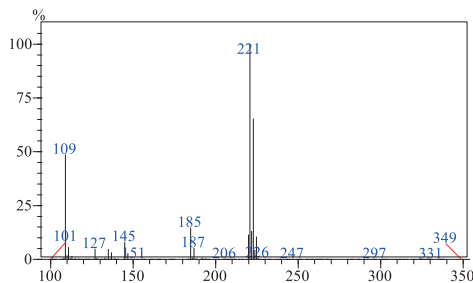
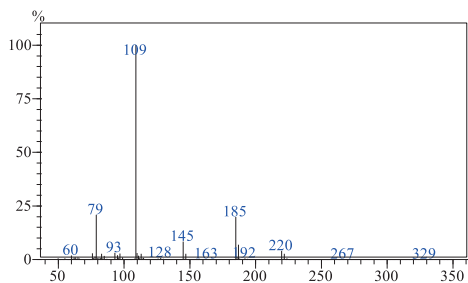
分别称取 25 mg 敌敌畏、毒死蜱、对硫磷、二嗪磷、甲拌磷、甲基对硫磷、乐果、三唑磷、杀螟硫磷、氧乐果、五氯硝基苯、马拉硫磷、环氧七氯、p,p'-DDD 至 50 mL 容量瓶中，用正己烷定容。然后将上述溶液稀释至 10 μg/mL，进样分析。

分别量取 50 μL 上述单标溶液至 10 mL 容量瓶中，用正己烷定容得到 0.05 μg/mL 溶液，采用 Smart CI 源和 EI 源进样分析。

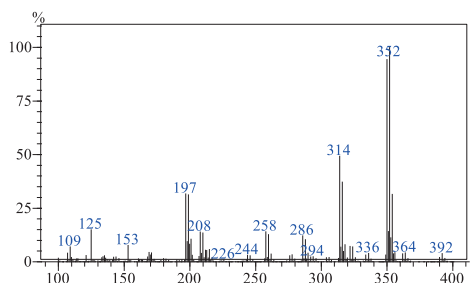
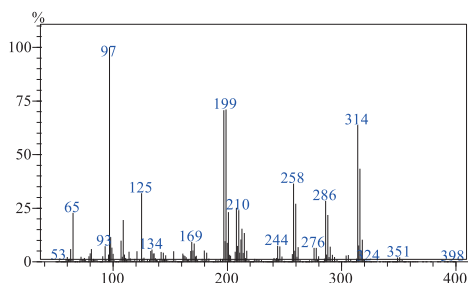
## ■ 结果讨论

### 2.1 化合物 EI 和 QCI 谱图

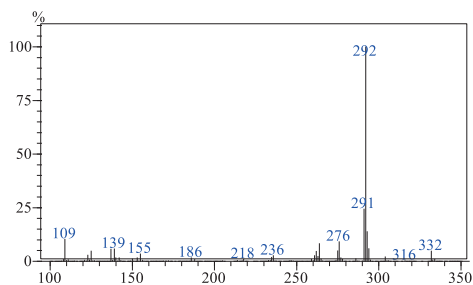
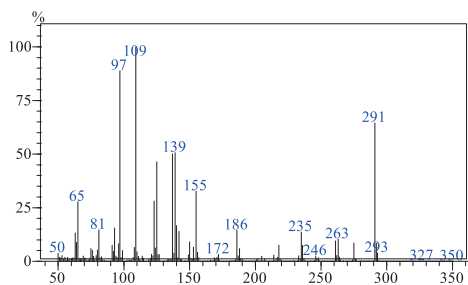
敌敌畏、毒死蜱、对硫磷、二嗪磷等化合物的 EI 和 QCI 图如图 1 所示，由于篇幅有限，仅列出部分化合物的 EI 和 QCI 图。



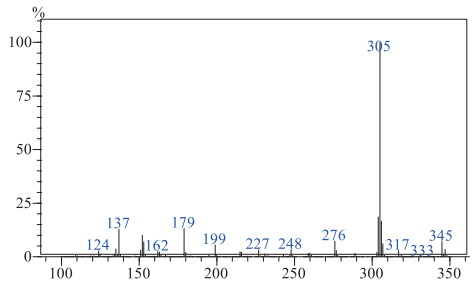
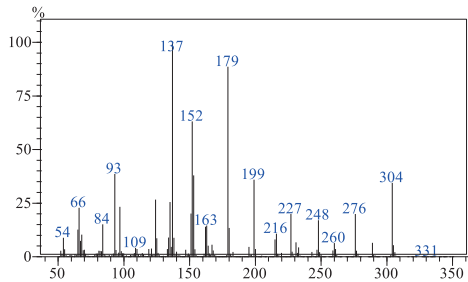
敌敌畏 (MW:220) EI图敌敌畏QCI图



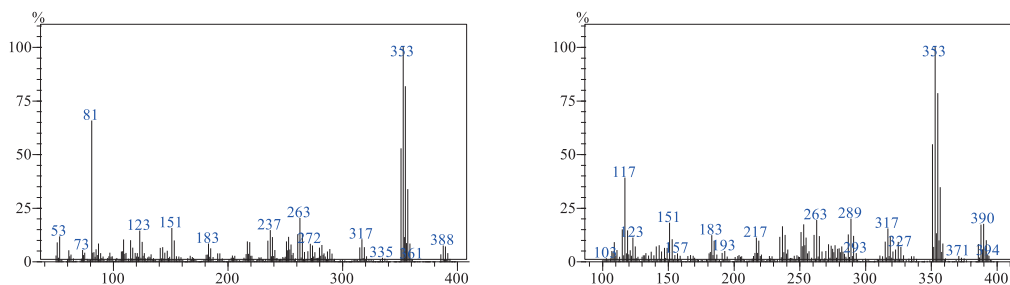
毒死蜱 (MW:351) EI图毒死蜱QCI图



对硫磷 (MW:291) EI图对硫磷QCI图



二嗪磷 (MW:304) EI图二嗪磷QCI图



环氧七氯 (MW:389) EI图对环氧七氯QCI图

图1 化合物EI和QCI图(部分)

如表 1 所示敌敌畏、毒死蜱、乐果、氧乐果、马拉硫磷和环氧七氯 EI 图谱给出的分子离子峰很小或几乎见不到分子离子峰。CI 图谱均得到了准分子离子峰  $[M+H]^+$ ，其中敌敌畏、毒死蜱、二嗪磷、乐果、氧乐果、五氯硝基苯等 11 种物质的  $[M+H]^+$  在 CI 图中是基峰。EI 图谱可以给出丰富的碎片信息，结合 CI 图谱获得的准分子离子峰，更有利于化合物的定性。

表1 化合物的EI和CI质谱比较

化合物名称	CAS 号	相对分子质量(MW)	EI			CI	
			NIST 谱库相似度	分子离子峰	$I_R/\%$	$[M+H]^+$ (m/z)	$I_R/\%$
敌敌畏	62-73-7	220	98	220	3.89	221	100
毒死蜱	2921-88-2	351	91	351	2.02	352	100
对硫磷	56-38-2	291	95	291	72.48	292	100
二嗪磷	333-41-5	304	95	304	34.48	305	100
甲拌磷	298-02-2	260	94	260	11.81	261	100
甲基对硫磷	298-00-0	263	95	263	59.26	264	100
乐果	60-51-5	229	95	229	4.72	230	100
三唑磷	24017-47-8	313	95	313	9.35	314	100
杀螟硫磷	122-14-5	277	96	277	63.28	278	100
氧乐果	1113-02-6	213	96	213	1.60	214	100
马拉硫磷	121-75-5	330	94	330	—	331	35.54
五氯硝基苯	82-68-8	295	96	295	88.76	296	100
环氧七氯	1024-57-3	389	90	389	—	390	17.90
p,p'-DDE	72-55-9	318	95	318	70.30	319	24.69

注：—表示未检测到

## 2.2 化合物在 Smart CI 源和 EI 源灵敏度对比

采用 Smart CI 源的 EI 模式和 EI 源分别测定了 0.05  $\mu\text{g/mL}$  敌敌畏、毒死蜱、对硫磷、二嗪磷等化合物。EI 源测定的峰面积与 Smart CI 源 EI 模式测定的峰面积基本相当，Smart CI 源 EI 模式可以用于定量测定。两者峰面积对比见表 2。

表2 化合物在Smart CI源和EI源峰面积对比

No.	化合物名称	定量离子	Smart CI 源 (EI 方式)	EI 源 (EI 方式)
1	敌敌畏	109	383285	453166
2	毒死蜱	97	69676	78975
3	对硫磷	109	46518	45459
4	二嗪磷	137	156285	172211
5	甲拌磷	75	217537	253346
6	甲基对硫磷	109	54470	54727
7	乐果	87	163446	189538
8	三唑磷	161	90085	100692
9	杀螟硫磷	125	75155	77520
10	氧乐果	110	101001	79979
11	马拉硫磷	127	135938	153568
12	五氯硝基苯	237	15373	17411
13	环氧七氯	353	19576	24814
14	p,p'-DDE	246	87316	105457

## 结论

岛津公司新型复合源 Smart CI 源，不需要卸真空更换离子源，仅仅通过切换离子化方式 EI 和 QCI，就可以实现对化合物 EI 和 CI 的测定。采用 GCMS-QP2020 气相色谱质谱联用仪结合新型复合源 Smart CI 源，测定了敌敌畏、毒死蜱、二嗪磷、五氯硝基苯等 14 种化合物，均得到了准分子离子峰  $[M+H]^+$ ，其中 11 种物质的  $[M+H]^+$  在 QCI 图中是基峰。对比了上述化合物在 Smart CI 源和 EI 源上的响应值，两者灵敏度基本相当，Smart CI 源 EI 模式可以用于定量测定。