

使用 GCMS™ 分析人工光合作用反应产物 (甲酸、甲醛)

在人工光合作用领域的研究中，有很多检测反应产物的分析方法，我们已经介绍了 GC 和 GCMS 的分析案例*。本次介绍使用磷酸处理的衬管，GCMS 分析人工光合作用领域的重要产物—甲醛和甲酸。

Y. Takemori

* 人工光合作用领域反应产物的 GC、GCMS 分析例

GC 应用新闻：G279A、G280C

GCMS 应用数据表：81

■ 衬管的磷酸处理

使用 GC、GCMS 检测低浓度甲醛、甲酸时，需要注意各部位的吸附。为了防止在进样口的吸附，对样品气化室的玻璃衬管进行了磷酸处理。将填充了玻璃毛的玻璃衬管（RESTEK 公司 Topaz 内衬 P/N: 23319）浸入 0.3% 磷酸 / 丙酮溶液 1 分钟，取出干燥后用于分析。

详细的处理方法等请参见应用新闻 G279A。

将填充了玻璃毛的衬管中玻璃毛位置（上端）从衬管下移 25 mm

↓

制备 0.3% 磷酸丙酮溶液

↓

将填充了玻璃毛的衬管浸入 0.3% 磷酸丙酮溶液中 1 分钟

↓

取出后，吹空气或氮气进行干燥

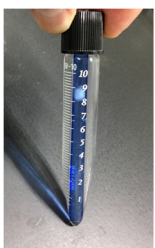


图 1 玻璃衬管的磷酸处理步骤

■ 样品制备

使用 20% 甲醇水溶液配置 0.1% 的甲酸。取制备的甲酸 100 μL 和 0.1% 甲醛标准溶液（富士胶片和光纯药：产品代码 066-06561）100 μL 混合，20% 甲醇水溶液定容 10 mL。将其逐级稀释，使甲酸、甲醛浓度分别为 0.1 ppm、0.5 ppm、1 ppm。

■ 分析条件

GCMS 装置配置和分析条件如表 1 所示。分析水样时，通过减少样品进样量，可以改善重现性和分离度。（本次为 0.5 μL）

另外，使用 AOC 用标准注射器分析时，柱塞的动作在使用过程中阻力变大，存在重现性变差的可能性。使用钛合金柱塞收缩性注射器 AOC (P/N: 221-49548) 可以稳定进样分析。

表 1 GCMS 装置配置及分析条件

模型	: GCMS-QP™ 2020 NX
自动进样器 (AOC-20i)	
注射器	: 收缩性注射器
进样量	: 0.5 μL
GC	
进样方式	: SPL
进样温度	: 240 °C
进样模式	: 分流
分流比	: 10:1
载气	: He
载气控制	: 恒线速度 (45 cm/sec)
色谱柱	: SH-Rtx™-1 (60 m × 0.32 mm × 5.0 μm)
柱温	: 40 °C (2 min) - 20 °C /min - 150 °C - 40 °C /min - 200 °C - 25 °C /min - 220 °C (10 min)
吹扫流量	: 3 mL/min
MS (EI 法)	
离子源温度	: 200 °C
接口温度	: 200 °C
离子化模式	: EI
测试模式	: SIM
事件时间	: 0.3 秒
监控离子 (m/z)	: 30, 29 (2.00 min - 4.33 min) 46, 45 (4.33 min - 8.00 min)

■ 经过磷酸处理的衬管效果

分析 1 ppm 标准溶液时的 SIM 图如图 2、图 3 所示。通过衬管的磷酸处理，可以检出甲醛、甲酸。

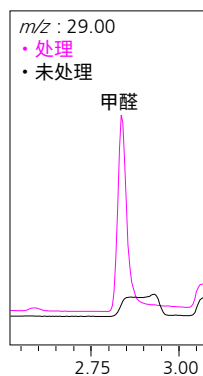


图 2 甲醛的 SIM 图

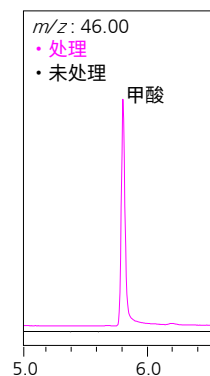


图 3 甲酸的 SIM 图

■ 分析结果

分析 0.1 ppm 标准溶液时的 SIM 图如图 4、5 所示，标准曲线如图 6、7 所示，分析标准样品 0.1 ppm 时的重现性 (n=3) 如表 2 所示。灵敏度、线性、重现性均获得了理想的结果。

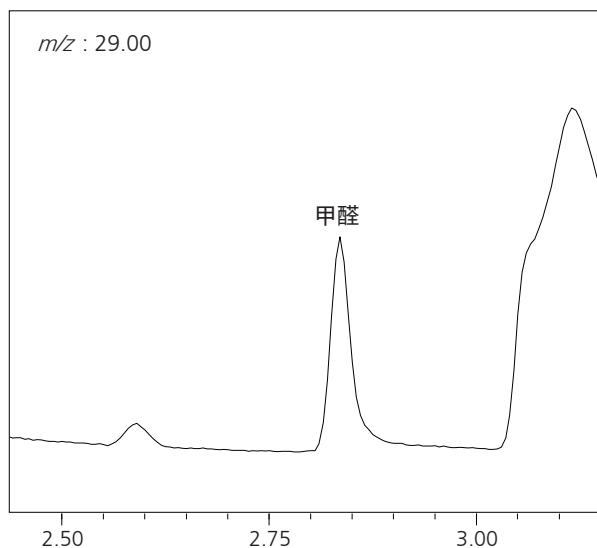


图 4 0.1 ppm 甲醛的 SIM 图

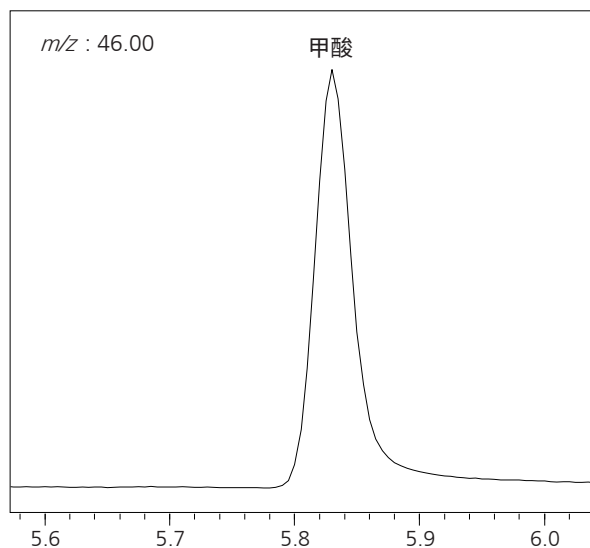


图 5 0.1 ppm 甲酸 SIM 图

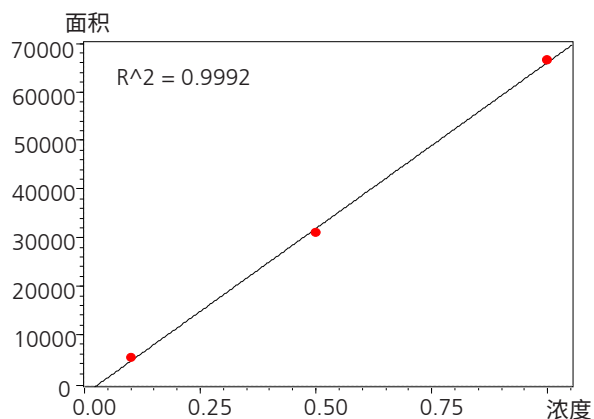


图 6 甲醛的标准曲线

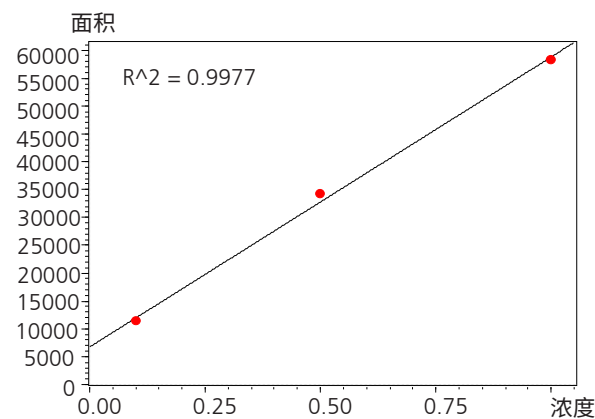


图 7 甲酸的标准曲线

表 2 反复分析重现性

化合物名称	数据 1	数据 2	数据 3	面积平均	%RSD
甲醛	7148	7192	7322	7221	1.3
甲酸	13635	15303	15372	14770	6.7

■ 总结

使用 GCMS 分析了人工光合作用领域的重要成分—甲醛和甲酸，灵敏度达到 0.1 ppm。另外，线性、重现性也获得了理想的结果。

GCMS 及 GCMS-QP 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的商标。
Topaz 及 Rtx 是 Restek Corporation 在美国以及其他国家的商标或者注册商标。
此外，本文中出现的公司名称和产品名称是各公司的商标及注册商标。
本文中可能对“TM”和“®”进行了省略。

岛津应用云



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2020 年 4 月