

多维气质联用技术在尼古丁对映异构体分离中的应用

GCMS-192

摘要：应用岛津多维气质联用仪（MDGCMS-QP2010Ultra）建立了尼古丁对映异构体的分离方法，并通过与 GCMS 单柱数据对比，展现了 MDGCMS 在分离中的优势。

关键词：MDGCMS 尼古丁 对映异构

尼古丁是最常见和最丰富的生物碱，存在于烟草和烟草烟雾。尼古丁存在两种对映体：S-(-)-Nicotine 和 R-(+)-nicotine。由于对映异构体通常具有不同的生物学性质，因此，有效地分离对开展研究与认识立体化学化合物的组成非常重要。

多维色谱技术是上世纪 60 年代发展起来的技术，在异构体分离方面有着明显的优势。多维气相色谱原理是将两根极性不同的色谱柱串联，通过压力差将在一维

色谱柱上未得到有效分离的化合物切换至二维进行二次分离。岛津多维切割技术（Multi Dean Switch）可实现任意的多重切割而保留时间不发生漂移。另外，双柱箱系统的使用、气相检测器与质谱检测器的任意组合，将大大提高多维色谱的分离定性能力。

本文通过一个简单例子帮助用户建立 MDGCMS 分析尼古丁对映异构体的方法，并通过对比，展现 MDGCMS 的分离优势。

实验部分

1.1 仪器

岛津多维气质联用仪：MD-GCMS

岛津气质联用仪：GCMS-QP2010SE

1.2 仪器条件

仪器参数见表 1、表 2。

表1 仪器分析条件

分析仪器	GCMS-QP2010SE
色谱分析条件	色谱柱：CycloSil-B, 30m×0.25mm×0.25um 升温程序1: 50℃ (3min) _2℃/min_150℃ (0min) _5℃/min_180℃(9min) 升温程序2: 50℃ (3min) _1℃/min_150℃ (0min) _5℃/min_180℃(9min) 进样口温度 250℃、分流进样(10: 1)、恒线速度 (36.3cm/s)、进样量 0.1μL(样品浓度1000mg/L)
MS条件	离子源温度 200℃、接口温度220℃、检测器电压相对于调谐结果 0kV 扫描方式及范围: SCAN、35~500m/z

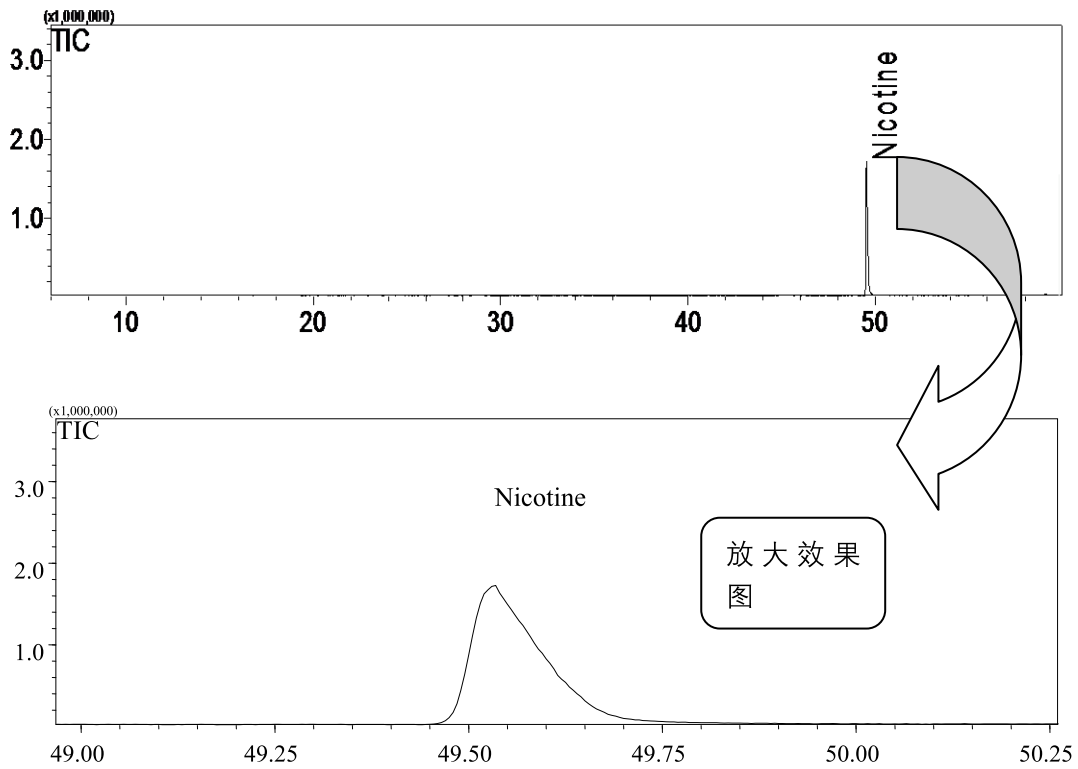


图1.程序升温 1 谱图及放大图

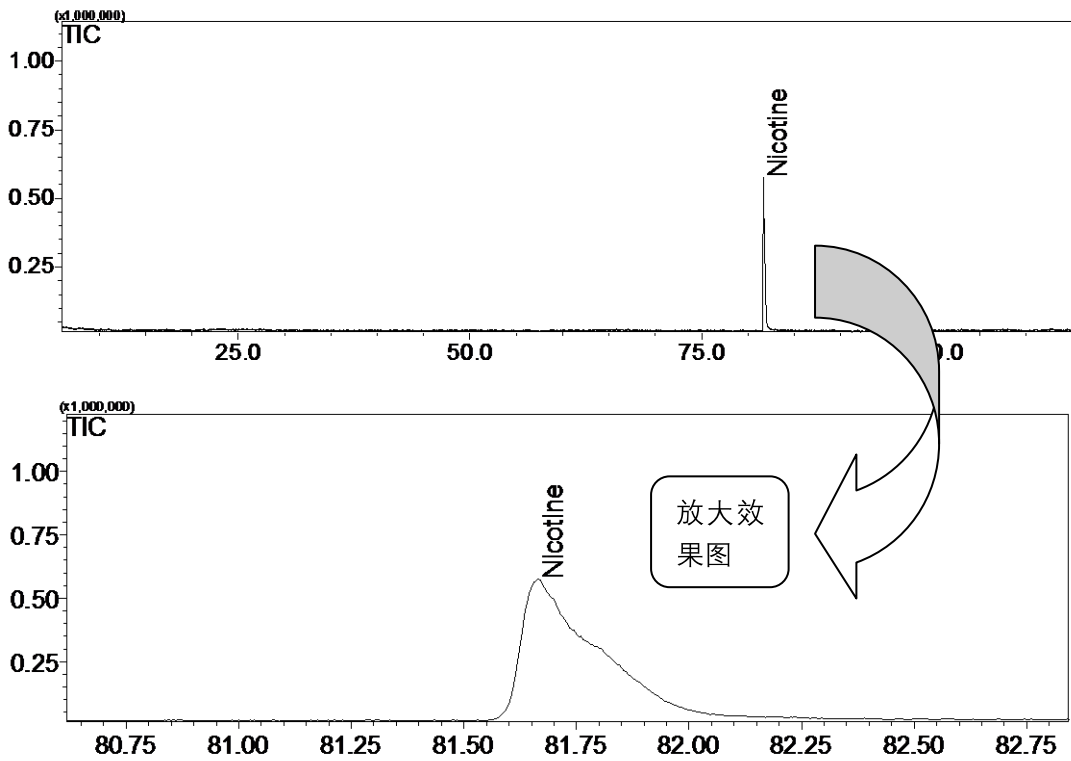


图2 程序升温 2 谱图及放大图

表2 仪器分析条件

分析仪器	MD-GCMS、MultiDeans Switching切割系统、MDGCsolution色谱工作站、GCMSsolution工作站
一维分析条件	色谱柱: Rtx-5ms ,30m×0.25mm×0.25um 升温程序: 80°C (1min) _10°C/min_200°C (5min) 进样口温度 250°C、分流进样(10: 1)、恒压进样 (147.7kPa)、进样量0.5μL 样品浓度 (1000mg/kg) FID: 280°C、氢气: 40mL/min、空气: 400mL/min、尾吹: 10mL/min、Switching压力为80kPa
二维分析条件	色谱柱: CycloSil-B , 30m×0.25mm×0.25um 升温程序: 50°C (3min) _2°C/min_130°C (0min) _5°C/min_180°C (9min) 离子源温度 200°C、接口温度 220°C、检测器电压相对于调谐结果 0 kV、溶剂延迟 :3min; 扫描方式及范围: SCAN、35~500m/z

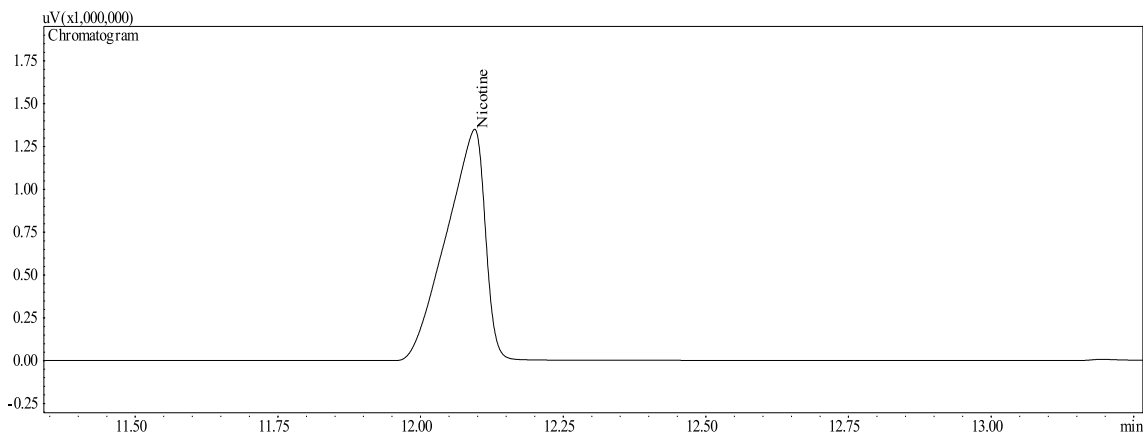


图3 一维FID色谱图

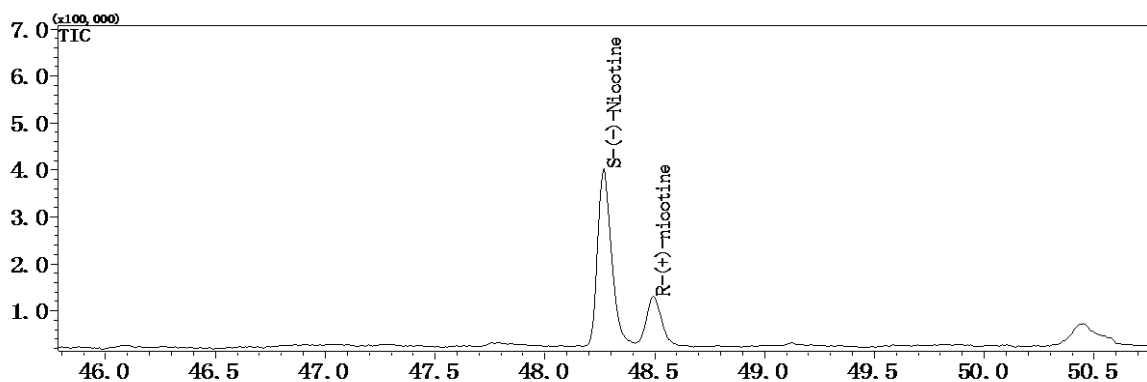


图4 二维色谱图

结论

从各图中我们可以看到，单独使用一根手性柱尝试不同的方法并没有使尼古丁得到有效的分离，使用 MDGCMS 在较短的时间即可实现两种对映异构体的分离。