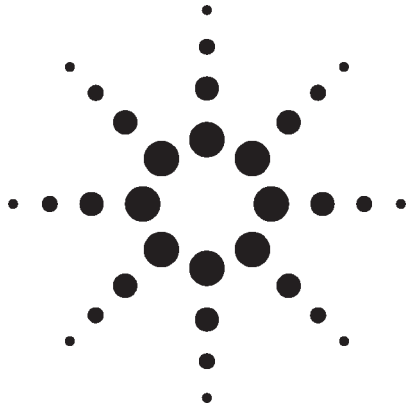


# 使用台式质谱仪分析二恶英应用



6890/5973 气相色谱/质量选择检测器

## 作者

Patrick D. Perkins  
Agilent Technologies Company  
Palo Alto, CA 94304  
USA

## 摘要

目前分析二恶英是采用高分辨率质谱 (HRMS)；但它通常被视为一种过于昂贵的技术。为了寻求一种更加经济有效的方式，需要对分析方法（样品净化和色谱分离）及台式质谱仪的灵敏度进行改进。<sup>1,2</sup>

比起早期的台式质谱仪，5973 质量选择检测器采用了许多创新的改进，对基于电子碰撞的检测具有明显更高的灵敏度。<sup>3</sup>

## 使用 GC/MSD 系统进行分析

本研究主要是利用文中指出的 GC/MSD 系统配置来确定对 2,3,7,8- 四氯二苯并二恶英的检测限。期望达到的分析目标是 0.2 pg。

首先，将送检样品 [2,3,7,8-TCDD 溶于 95/5 的己烷/乙醚中，浓度为 5 pg/ $\mu$ L (ppb)] 用纯的己烷稀释 100 倍。（己烷在使用前先分析其在合适质量处的响应，以检验其相对于分析物的纯度。）

对两个浓度均检测 319.9/321.9 的丰度比以验证合适的同位素比例。此外，两个浓度水平都测定质荷比  $m/z = 321.9$  的响应系数并加以比较，以检验较大浓度范围内的线性度。

## 结果

测得的 319.9/321.9 丰度比为 78%，正好反映了正常的同位素比例。观察到进样量为 0.05 pg 和 5 pg（进样体积均为 1  $\mu$ L）的响应比几乎相等，分别为 24.6 和 23.0 (2302.6  $\div$  100)。对于 0.05 pg 的进样量，信噪比大约是 4:1（峰/峰），此浓度可以代表系统的近似检测限。



Agilent Technologies

得到的结论是，5973 质量选择检测器 (MSD) 作为电子碰撞仪器其灵敏度非常适合用于二恶英的痕量分析，可作为 EPA 方法 625 和 613 分析的一种经济有效的检测仪器。<sup>4</sup> 对于 2,3,7,8-TCDD，5973 MSD 的检测限可以和高分辨率质谱 (HRMS) 相媲美。但是要注意，最终的方法检测限还将依赖于其他因素，如样品基体、所采用的样品净化方法等。采用大体积进样技术可能获得更高的灵敏度。<sup>3</sup> 未来的实验将评估 NCI (负化学离子源) 在 5973 MSD 上的性能，以期进一步提高灵敏度和选择性。

这将意味着实验室管理员可以选择能最大程度满足实验室工作负荷需要的色谱和 MSD 配置。本文所描述的工作表明，使用经济有效的台式质谱仪能够极大地提高检测灵敏度。

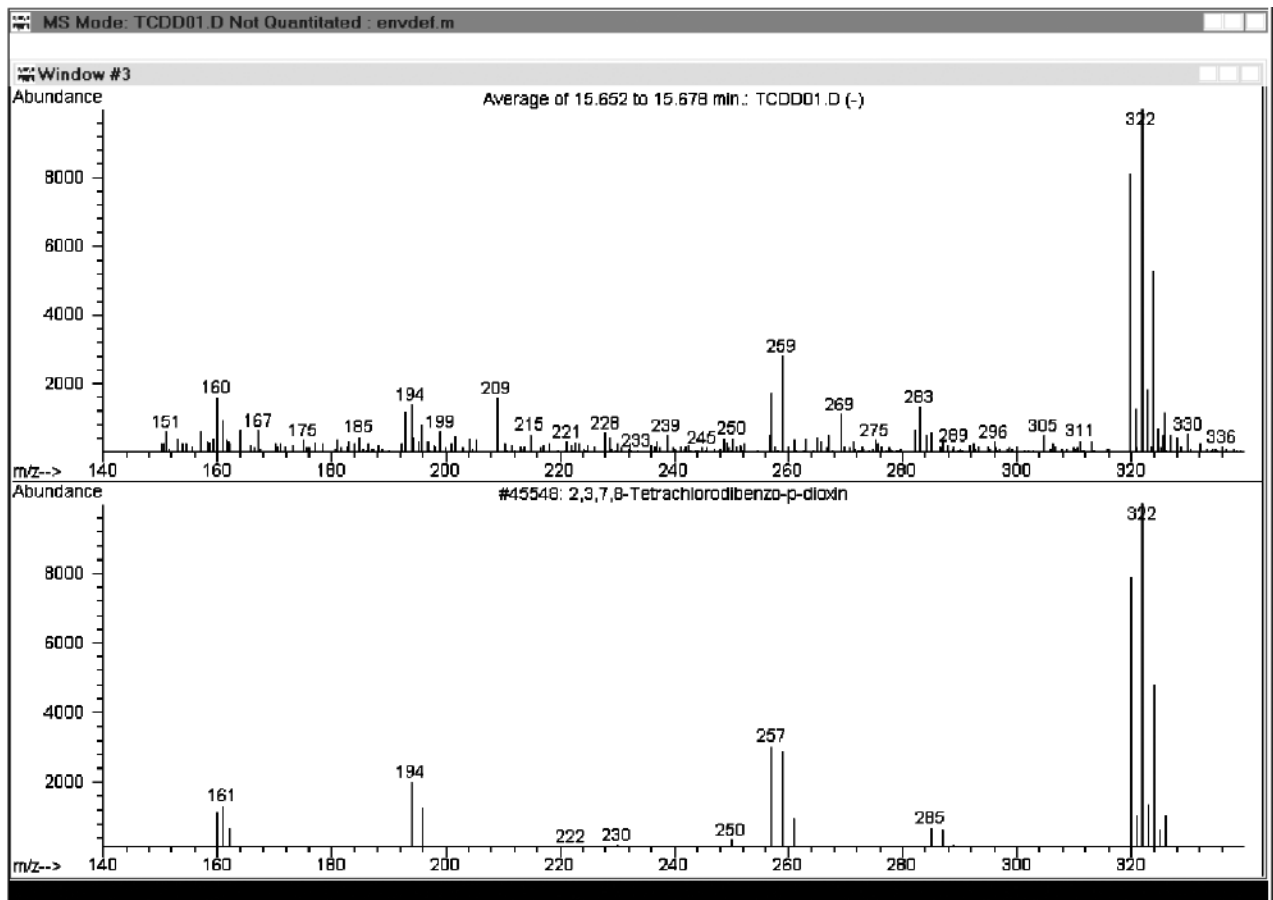


图 1. 5 pg 2,3,7,8-四氯二苯并二恶英离子流图与谱库搜索结果 (下层图) 对比。匹配度为 90%

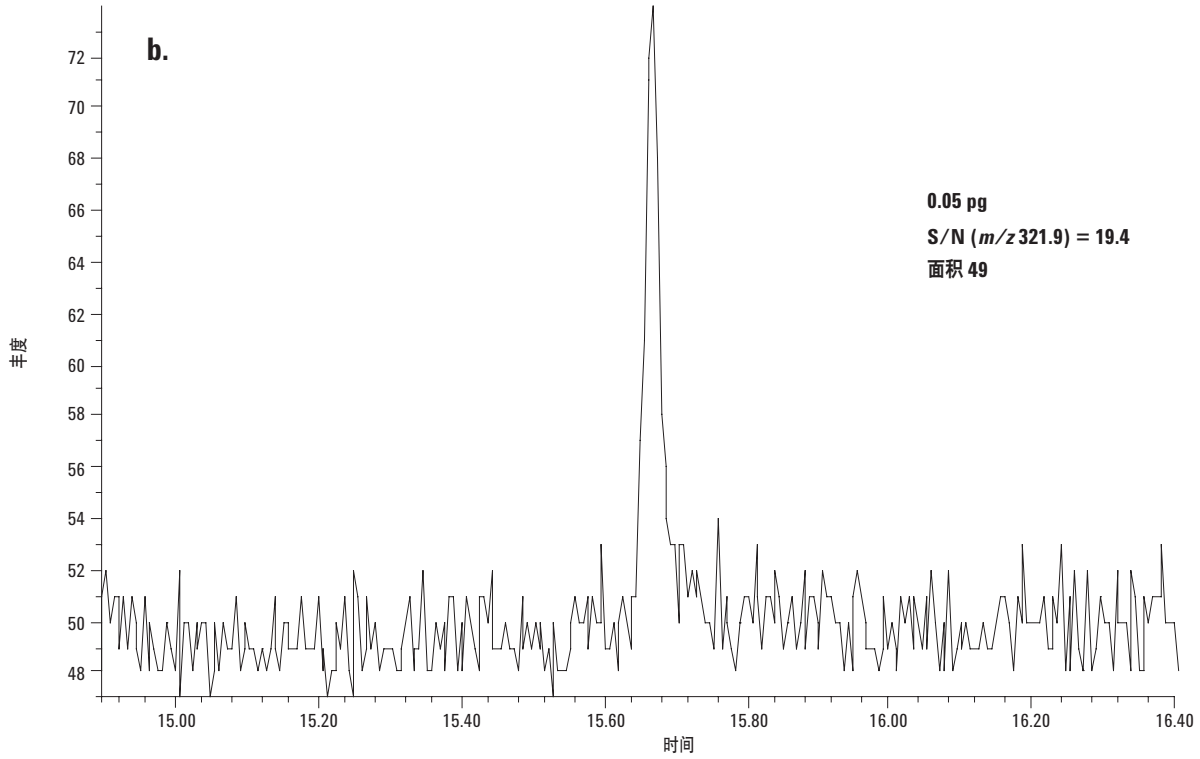
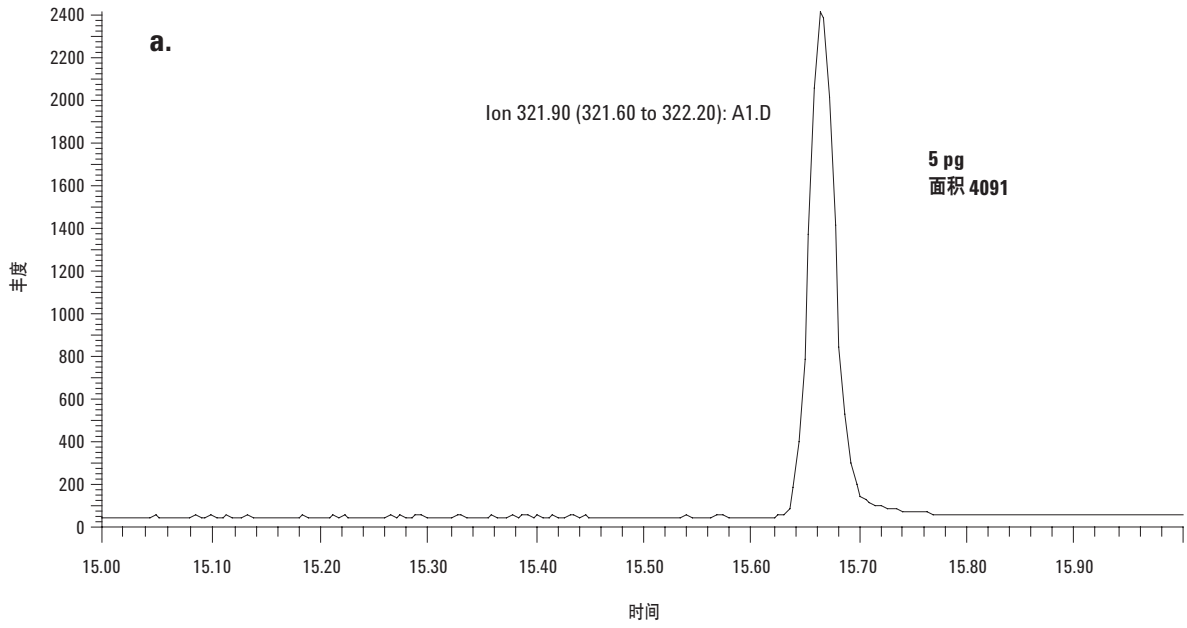


图 2. SIM 模式下，进样量分别为 5 pg (a.) 和 0.05 pg (b.) 在荷质比 321.9 处的总离子流图 (TIC)

## 配置 5973 MSD 的 6890

进样	<ul style="list-style-type: none"><li>带有玻璃毛塞的脉冲不分流单锥衬管 部件号 5062-3587</li><li>250 °C</li><li>1 µL 进样体积</li><li>粘性延迟 1 s</li><li>样品清洗 3 次；进样后溶剂清洗 4 次</li></ul>
色谱柱	HP-5MS: 30 m × 250 µm, 0.25 µm 膜 (用 5% 的 Ph Me 硅氧烷交联), 部件号 19091S-433
载气	氦气 37 cm/s; 打开真空补偿。
温度	初始值: 70°C 保持 1.50 min
升温程序	第 1 步: 以 25.00 °C/min 的速度升温至 150 °C 第 2 步: 以 10.00 °C/min 的速度升温至 280 °C 最后: 在 280 °C 下保持 0.00 min
压力	25.0 psi, 保持 1.50 min; 然后
程序	恒定流速 1.0 mL/min
MSD	<ul style="list-style-type: none"><li>温度 传输线 = 300 °C 离子源 = 230 °C 四极杆 = 106 °C</li><li>调谐 = 自动调谐</li><li>发射电流 = 35 µA</li><li>SIM 模式, EMV = 自动调谐 + 400 V</li><li>溶剂延迟 = 14.00 min</li><li>每个离子驻留时间 = 125 ms</li><li>SIM 离子 (<i>m/z</i>): 319.9, 321.9</li></ul>
自动进样器	7673B
化学工作站	G1701AA

## 参考文献

1. P. R. Gardinali et al, Chemosphere 32 (1), pp. 1-11 (1996).
2. R. Malisch et al, Chemosphere 32 (1), pp. 31-44 (1996).
3. L. Doherty, "Enhancing Pesticide Analysis with a Highly Sensitive GC/MSD System," 应用摘要, 出版号 5966-0370 (1997)。
4. Code of Federal Regulations, Title 40, Vol. 13, Parts 136-149, Appendix A. Revised, July 1, 1997. U.S. Government Printing Office (via GPO Access; CITE: 40CFR136). Method 613 - 2,3,7,8-tetrachloro-dibenzo-p-dioxin by GC/MS (SIM). Method 625 - Base/Neutrals and Acids, Semivolatiles by GC/MS (SCAN).

有关我们的产品与服务的详细信息, 请访问我们的网站 <http://www.chem.agilent.com/cn>。

安捷伦对本资料中出现的错误, 以及由于提供或使用本资料所造成的相关损失不承担责任。

本资料中涉及的信息、说明和指标, 如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2001  
2001 年 4 月 2 日, 中国印刷  
5966-4294CHCN

