

岛津公司新型气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2010

吕强 许莉 肖宏展

(北京微量化学研究所 北京 100091)

摘要 本文介绍了岛津公司的新型气相色谱/质谱联用仪 GCMS-QP2010, 并与该公司的前一代产品 GCMS-QP5050A 进行了对比。着重介绍了 GCMS-QP2010 在提高灵敏度、仪器功能和使用范围以及仪器设计上所做的改进, 说明 GCMS-QP2010 与前代产品 GCMS-QP5050A 相比确实有较大的提高, 同时也表明了我们选购该型号仪器的原因。

关键词 气相色谱/质谱联用仪 新型 改进

岛津公司的 GCMS-QP2010, 是岛津新型号 GC/MS 首次进入中国市场。这里我们对该仪器作一简要介绍, 并将其与前一代产品进行了一些对比。

岛津新型 GCMS-QP2010, 采用四极杆作为质量分析器, 其气相色谱采用了新型的 GC-2010, 配有 EI、正负 CI 源和直接进样杆。

1 GC-2010 保持了原 GC-17A 的优点, 同时还有一些改进

1.1 GC-2010 仍具有良好的保留时间、峰面积、峰高的重现性, 同时对气化体积大的样品溶剂(如丙酮)的面积重现性提高了, 在对应室温变化上保留时间的稳定性也较上一代产品有所提高。

1.2 具有丰富的载气控制功能

重新设定了分析中保持平均线速度一定的机能, 即使在升温过程也可以保持载气平均线速度的恒定, 可以进行高压进样, 具有可达 7 段的压力程序; 隔膜吹扫、检测器气体都是数字控制, 而 GC-17A 是手动式的。

1.3 可以进行高效分析

其标准配置载气范围为 970kPa, 1200ml/min 的高压、高流量, 适应高分流比, 检测器数据采集由原来的最高速度 20ms 提高 4 倍到 4ms, 因此可用窄口径毛细管柱实现快速分析, 同时柱温箱的冷却速度也有所缩短, 从 8min 缩至约 6min, 有效降低分析时间, 提高装置利用率。

1.4 具有智能化自检功能

比 GC-17A 具有更强的自检功能, 可自检电路系统、样品气化室、检测室、流量控制器等单元, 确认装置是否正常工作。

GC-2010 在控制面板上采用了 240 × 320 点图形显示 (32 位 × 16 行) 的大型视窗, 信息丰富

直观, 使 GC 的操作更加简单清楚。

1.5 大体积进样口 (PTV 口)

大体积进样可以不用挥发溶剂, 浓缩样品, 减少了样品预处理时间, 同时避免了样品浓缩时某些组分丢失。

2 GCMS-QP2010 与 QP5050A 比较在质谱部分的改进

质谱部分的设计也做了许多的改进, 进一步提高了仪器的灵敏度, 扩展仪器的使用范围, 使仪器的设计更趋合理, 同时兼顾仪器使用与维护的方便性, 从而提高仪器的利用率,

在提高灵敏度中他们采取了几个措施

2.1 为实现高灵敏度, 最为重要的是尽可能地产生大量离子并将其高效地送至四极杆, 为此, GCMS-QP2010 全新设计离子源、离子光学系统, 设计中采用了岛津公司新开发的光学与荷电粒子解析软件, 高度地计算机模拟离子源、离子光学系统, 发现经电离后, 离子源中不同位置的离子的浓度不同, 找到离子浓度最大的位置, 将这一部分的离子中排斥出离子源送入四极杆, 从而提高了到达四极杆的离子的数量, 因而提高了仪器的灵敏度。

2.2 为了在四极杆外高效率地分离离子, 最好尽可能地保持高真空度。但是在离子源外不断地从色谱柱流入载气(He 气)和样品, 因此只能有限地保持高真空。为了解决这个矛盾, GCMS-QP2010 采用在离子源外和四极杆外分别使用一台涡轮分子泵的差动排气系统, 使在四极杆处的离子损失减少至最小限度, 不但提高了灵敏度还降低了背景。

2.3 实现高灵敏度的另一个要点就是降低进入检

测器的噪声, GCMS-QP2010 通过采用独特的 OD Lens, 即增加了去噪声透镜组, 切除和抑制了噪声, 从而提高信噪比, 目前, 此项技术正在申请专利中。通过采取以上几种措施, 即采用新设计的离子源、离子光学系统, 差动排气系统和去噪声透镜组, GCMS-QP2010 在 GCMS-QP5050A 基础上进一步提高了灵敏度, 对 EI 源, 用八氟萘作标样进行测定, 在扫描模式下, 1Pg 样品, $S/N \geq 60$, 在 SIM(选择离子检测)模式下, 100fg 样品, $S/N \geq 60$, 在同类产品中, GCMS-QP2010 的灵敏度现在是处于前列的。

3 与 GCMS-QP5050A 相比, GCMS-QP2010 在功能及测定范围上的扩展

3.1 由于采用了双涡轮分子泵, 载气流量由原来的最大 5ml/min 提高到了最大可达 15ml/min, 因此, 内径为 0.53mm 的宽口径毛细管柱可与质谱直接连接使用, 可以轻松使用在气体分析等分析中所需的宽口径毛细管柱, 扩展了分析对象。

3.2 由于可以快速收集数据, 因此可以使用内径 0.1mm 的窄口径毛细管柱的快速 GC/MS 分析, 这主要是因为 GCMS-QP2010 具备了可快速升温及冷却的柱温箱, 可进行高柱头压力设定的控制的毛细管控制单元, 可高速扫描的质谱, 可对应细内径色谱柱的高灵敏度 MS, 由于具备了以上各因素才能实现使用窄口径毛细管柱进行高速 GCMS 分析, 从而可以在不影响分离能力的前提下, 缩短分析时间, 提高工作效率, 提高仪器的利用率。

3.3 GCMS-QP2010 的质量测定范围也由 GCMS-QP5050A 的 10-900AMU 扩展到了 1.5-1024AMU, 扩展了可测化合物的范围。

3.4 由于 GCMS-QP2010 所具备的丰富的载气控制功能, 利用使载气线速度保持恒定的线速度恒定方式, 可以在 GC 与 GC/MS 分析中得到同样的分离结果, 则以 GC 检测的未知成分可用 GC/MS 简便地进

行鉴定, 实现 GC 与 GC/MS 的无差异分析。

4 CMS-QP2010 对比 GCMS-QP5050A 在许多部件的细微处也进行了一些改进

4.1 GC 与 MS 的接口由原来的 301mm 缩短至 147mm, 使热分布更好, 同时避免因接口太长而使经 GC 分离充分的样品的分离得到破坏, 从而得到更高质量的单组分的质谱图。

4.2 离子源由 GCMS-QP5050A 的依靠接口传导加热改成了独立加热控温, 从而消除了离子源的热不均匀和局部热核的存在, 可以更充分地将样品气化, 提高灵敏度, 减少离子源的污染。

4.3 离子化能量由原来的 70eV 改为从 10 ~ 200eV 可调, 可以通过调节离子化能量来调整所得谱图中分子离子峰与碎片峰的相对比例, 对结构分析、谱图解析提供更有价值的信息。

4.4 灯丝发射电流由原来的恒定 $60\mu\text{A}$ 变为 10 ~ $250\mu\text{A}$ 可调, 可在一定程度上起到改善定量测定的重现性。

4.5 具有双灯丝的设计, 在分析样品过程中, 当使用的灯丝突然断裂时, 另一个灯丝会自动打开, 可以继续采样, 避免了因为灯丝故障导致数据的丢失。

4.6 为了方便操作者的使用, 离子盒的拆装更加简单, 方便清洗, 节约日常维护所需时间。

岛津 GCMS-QP2010 另一个优点在于它的直接进样部分, 岛津 GCMS-QP2010 直接进样部件可以一直装在质谱仪上, 当从气质联用切换到直接进样时, 不需要破坏真空, 插入直接进样杆就能进行测试, 这种设计对于经常需要在气质联用和直接进样间切换的用户十分方便, 岛津的零配件相对较多, 售后服务队伍比较稳定。综合考虑仪器性能、价格、售后服务我们认为新型岛津 GCMS-QP2010 基本能满足当前国内一般科研需要。

New type GC/MS produced by Shimazu——GCMS-QP2010

Lv Qiang Xu Li Xiao Hongzhan

(Beijing Institute of Microchemistry Beijing 100091)

Abstract In this paper new type GC/MS produced by Shimazu which type is GCMS - QP2010 was introduced. Compared with the previous type GCMS - QP5050A, there are lots of improvement in increasing sensitivity, enhancing function and application range, and design on the new type.

Key words GC/MS New type Improvement