

50%苯基甲基聚硅氧烷气相色谱柱的独特选择性分离 包括苯并荧蒽在内的 18 种多环芳烃

Anila I. Khan, Thermo Fisher Scientific, Runcorn, UK

介绍

PAH 分析最常用的气相色谱柱为低极性 5% 联苯 /95% 二甲基聚硅氧烷 (与 5SiIMS 相当) 固定相色谱柱。根据美国 EPA 方法 610 可分离 16 种多环芳烃的标准混合物。然而, 当往混合物中添加两个 EU 多环芳烃, 即: 苯并 [e] 芘和苯并 [j] 荧蒽时, 苯并 [j] 荧蒽会和其它其它两种异构体成分 (即: 苯并荧蒽 b 和苯并荧蒽 k) 一起洗脱出来。气相色谱 - 质谱法难以分离这三种复杂的异构体。

TraceGOLD TG-17SiIMS 气相色谱柱固定相, 不像其它 50% 苯基甲基聚硅氧烷 (17MS) 固定相, 它经优化后可提供独特选择性, 从而可用气相色谱 - 质谱法分离异构体对和异构多环芳烃。所以该色谱柱可完全分离这些关键对。在 TraceGOLD TG-17SiIMS 气相色谱柱上从苯并荧蒽 b 和苯并荧蒽 k 中分离了苯并 [j] 荧蒽及 18 种多环芳烃。与 5% 联苯 /95% 二甲基聚硅氧烷固定相气相色谱柱相比, 这种低流失色谱柱可为分离关键对和异构体提供更多分辨能力。

实验详情

消耗品		件号
色谱柱:	TraceGOLD TG-17SiIMS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm 5% 联苯 /95% 二甲基聚硅氧烷 (与 5SiIMS 相当) 固定相色谱柱 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm	26072-1420
隔垫:	Thermo Scientific BTO, 17 mm	31303211
衬管:	Thermo Scientific™ 不分流 FocusLiner™ 衬管, 用于 50 mm 进样进样针, 5 × 8 × 105 mm	453T2999
色谱柱卡套:	100% 石墨卡套, 用于 Thermo Scientific™ TRACE™ 自动进样进样器 0.1–0.25 mm (内径)	29053488
色谱柱卡套:	石墨 /Vespel® 卡套, 用于连接管路, 0.1–0.25 mm (内径)	29033496
进样进样器:	10 μL 固定针进样进样器, 用于 Thermo Scientific™ TriPlus™ RSH 自动进样器	365D0291
样品瓶和瓶盖:	Thermo Scientific™ National™ Target™ DP (9 mm) 宽口螺盖样品瓶	C4000-1W
	Thermo Scientific National 9 mm 螺盖和隔垫, 红色聚四氟乙烯 / 白色硅胶 / 红色聚四氟乙烯材质	C5000-53B

样品制备

按照美国 EPA 方法 610 以 10 μg/mL 的浓度将苯并 [j] 荧蒽和苯并 [e] 芘添加到由 16 种多环芳烃构成的混合物中。在正己烷中制备标准样品, 用于气相色谱 - 质谱分析。

气相色谱 - 质谱条件	
仪器：	
气相色谱仪：	Thermo Scientific™ TRACE GC Ultra™
自动进样器：	Thermo Scientific™ TriPlus RSH™
检测器类型：	Thermo Scientific™ ISQ™ 质谱仪
载气：	氦气
色谱柱流量：	1.2 mL/min，恒流
柱箱温度：	
TG-17SiIMS：	90℃ (1.0 min)，30℃ /min，250℃，4℃ /min，330℃ (5 min)
5SiIMS 同等物：	90℃ (1.0 min)，25℃ /min,，280℃，4℃ /min，320℃ (2 min)
进样类型：	分流式 / 不分流
进样器工作方式：	分流式 25:1，30 mL/min 分流流量
进样器温度：	250℃
传输管路温度：	300℃
来源温度：	250℃
离子化条件：	电子轰击电离 (EI)
电子能量：	70 eV
发射电流：	50 μA
溶剂延迟时间：	2.8 min
扫描范围：	40–450 amu 全扫描
进样进样体积：	1 μL

数据处理

使用 Thermo Scientific™ Xcalibur™ 软件采集并处理数据。

结果

图 1 所示为在 TraceGOLD TG-17SiIMS 气相色谱柱上对 18 种多环芳烃进行分离，图 2 所示为与 5SiIMS 定相气相色谱柱相当固定相的比较。由于是异构状态，化合物苯并荧蒹 b、苯并荧蒹 k 和苯并荧蒹 j 需要进行色谱分离。要实现色谱分离，需要 TG-17SiIMS 毛细管色谱柱所提供的独特选择性，如图 1 所示。当与 5SiIMS 气相色谱柱 (图 2) 比较时，TG-17SiIMS 色谱柱完全分离了三个异构体。

比较峰值 16 和 17 的选择性，使用 TG-17SiIMS 气相色谱柱时，会出现共流出的现象；但使用基于分子量差异的质谱仪可以分离出它们。图 2 中同等的 5SiIMS 显示了化合物 16 和 17 异构体的分离。

TG-17SiIMS 色谱柱中的固定相设计用于达到高温下低流失的目的，如图 1 所示。这是高沸点时分析迟洗脱、大分子多环芳烃的理想选择。

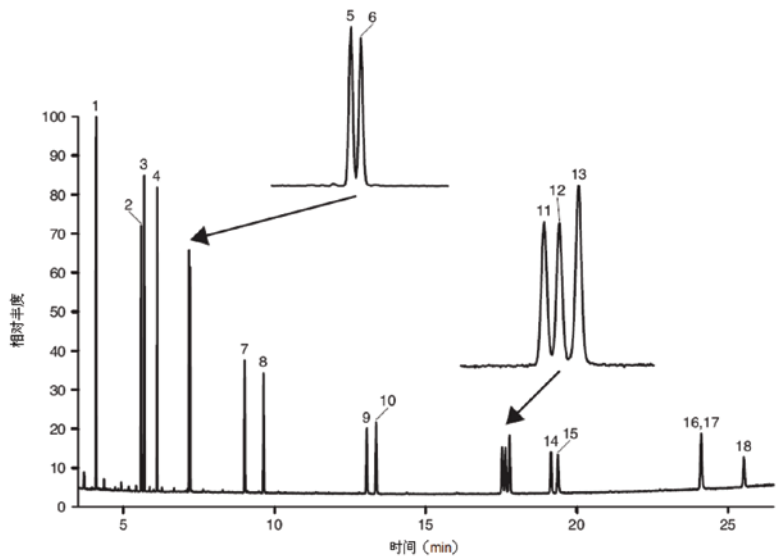


图 1. TG-17SiIMS 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm 气相色谱柱上 10 μg/mL 18 种成分混合物的总离子流色谱图 (TIC)

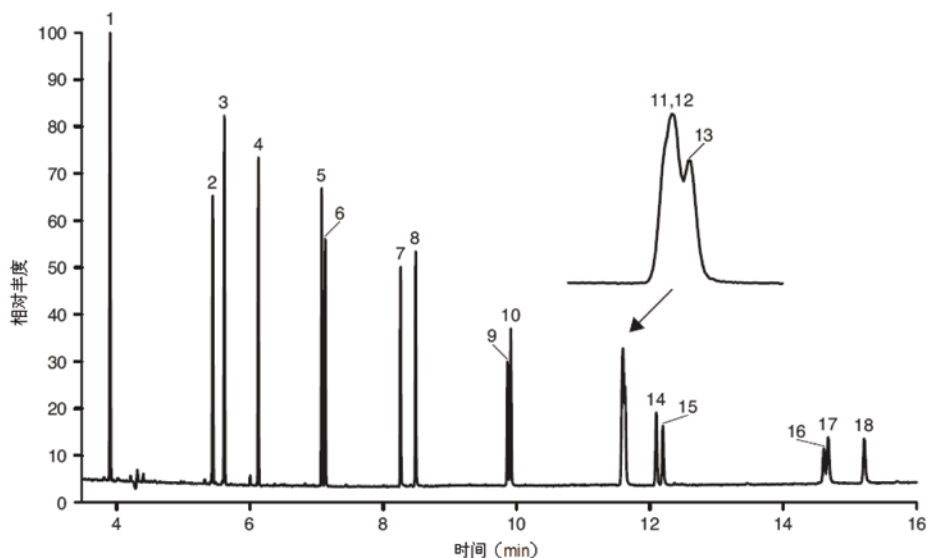


图 2. 同等 5SiIMS 定相 $30\text{ m} \times 0.25\text{ mm} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ 气相色谱柱上 $10\text{ }\mu\text{g/mL}$ 18 种成分 PAH 混合物的总离子流色谱图 (TIC)。

峰值	化合物	TG-17SiIMS tR (min)	5SiIMS 同等值 tR (min)
1	萘	4.10	3.91
2	苊烯	5.59	5.44
3	苊	5.69	5.62
4	芴	6.12	6.13
5	菲	7.18	7.08
6	蒽	7.21	7.13
7	荧蒽	9.01	8.26
8	芘	9.63	8.49
9	苯并 [a] 蒽	13.05	9.86
10	蒽	13.36	9.91
11	苯并 [b] 荧蒽	17.53	11.59
12	苯并 [j] 荧蒽	17.64	11.59
13	苯并 [k] 荧蒽	17.77	11.62
14	苯蒽 [a] 芘	19.14	12.09
15	苯并 [e] 芘	19.37	12.20
16	茚并 [1,2,3-cd] 芘	24.11	14.61
17	二苯并 [a,h] 蒽	24.11	14.67
18	苯并 [g,h,i] 蒽	25.52	15.21
31	二十碳四烯酸甲酯 (C20:4 [顺 -5,8,77,14])	2	69.06
32	二十三烷酸甲酯 (C23:0)	2	70.06
33	二十二碳二烯酸甲酯 (C22:2 [顺 -13,16])	2	70.57
34	二十四烷酸甲酯 (C24:0)	4	71.06
35	顺式 -5,8,11,14,17- 二十碳五烯酸甲酯	2	73.41
36	二十四碳一烯酸甲酯 (C24:1 [顺 -15])	2	74.74
37	顺 -4,7,10,13,16- 二十二碳六烯酸甲酯	2	77.23

表 1. 根据 $10\text{ }\mu\text{g/mL}$ 18 种多环芳烃的保留时间进行的峰识别

结论

TraceGOLD TG-17SiIMS 气相色谱柱可分离三种复杂的异构体多环芳烃，即：苯并荧蒹 b、苯并荧蒹 k 和苯并荧蒹 j。该色谱柱还可分离菲和蒽等其他异构体对。由于关键对茚并 [1,2,3-cd] 芘 (峰值 16) 和二苯并 [a,h] 蒽 (峰值 17) 不是异构体，所以用质谱仪便可轻易地分离。

www.thermoScientific.com

©2013 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. ISO is a trademark of the International Standards Organization. All other trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries. This information is presented as an example of the capabilities of Thermo Fisher Scientific Inc. products. It is not intended to encourage use of these products in any manners that might infringe the intellectual property rights of others. Specifications, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.



Thermo Fisher
Scientific, Austin, TX
USA is ISO 9001:2008 Certified.

上海
上海浦东
新金桥路 27 号 6 号楼

成都
成都市武侯区临江西路 1 号
锦江国际大厦 1406

北京
北京东城区安定门东大街 28 号
雍和大厦西楼 F 楼 7 层

沈阳
沈阳市沈河区惠工街 10 号
卓越大厦 3109 室

广州
广州市东风中路 410-412 号
时代地产中心 3001-04 室

西安
西安市高新区科技路 38 号
林凯国际大厦 1006-08 单元

服务热线
800 810 5118
400 650 5118

AN20740_E-CN

ThermoFisher
SCIENTIFIC