

气相色谱串联四极杆质谱法分离分析16种多环芳烃

明红 王勇为

赛默飞世尔科技(中国)公司 色谱质谱部

Key Words

- Quantum GC
- 多环芳烃PAH
- GC/MS/MS

1. 引言:

多环芳烃是指具有两个或两个以上苯的一类有机化合物。多环芳烃是分子中含有两个以上苯环的碳氢化合物,包括萘、蒽、菲、芘等 150余种化合物。英文全称为polycyclic aromatic hydrocarbon,简称PAHs。有些多环芳烃还含有氮、硫和环戊烷,常见的具有致癌作用的多环芳烃多为四到六环的稠环化合物。国际癌研究中心(IARC)(1976年)列出的94种对实验动物致癌的化合物。其中15种属于多环芳烃,由于苯并[a]芘是第一个被发现的环境化学致癌物,而且致癌性很强,故常以苯并(a)芘作为多环芳的代表,它占全部致癌性多环芳烃1%-20%。其中四,五和六环多环芳烃比二,三和七环的多环芳烃有更强的致癌作用。二级质谱由于抗基质干扰能力强,特别适合于复杂样品中多组分的痕量分析,本文即采用四极杆串联质谱分析16种多环芳烃。

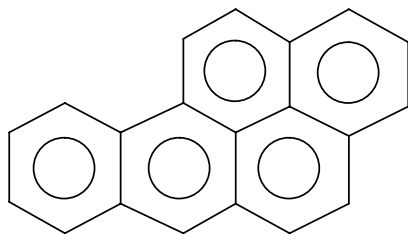


图1: 苯并[a]芘的结构

2. 实验部分

2.1 仪器与试剂

Quantum GC气相色谱三重四极串联质谱仪(赛默飞世尔科技Thermo Fisher Scientific公司)。配置有EI源(+/-CI源), Trace GC Ultra 2000气相色谱系统,配分流/不分流进样口。Triplus自动进样器。色谱柱为TR5-MS柱: 0.25mm x 30m, 0.25um。多环芳烃标准品有山东省出入境检验检疫局提供,其它实际为色谱纯。

2.2 仪器条件

色谱条件: 分流/不分流进样口, 270°C; 不分流进样, 1min; 载气为高纯氮气, 1.2mL/min, 恒流; 程序升温, 起始70°C维持1min, 然后以25°C/min升温至140°C, 再以10°C/min升温至240°C, 最后以5°C/min升温升温到300°C, 保持5分钟。传输线温度:280°C。质谱条件: Close EI源, 正离子模式; 离子源温度为250°C; 发射电流为25uA; 碰撞气压力为1.5mTorr; SRM扫描模式, 质谱条件见表1。

	化合物名称 (英文)	化合物名称 (中文)	保留时间 (min)	MW	母离子	子离子	CE
1	Naphthalene	萘	5.7	128	128	102	20
					128	126	20
					128	127	25
2	Acenaphthylene	芴烯	8.08	152	152	126	20
					152	150	30
3	Acenaphthene	芴	8.41	153	153	126	40
					153	151	40
					153	152	20
4	Fluorene	芴	9.38	166	166	115	40
					166	139	30
					166	163	20
					166	165	20
5	Phenanthrene	菲	11.38	178	178	152	20
					178	176	25
6	Anthracene	蒽	11.47	178	178	152	20
					178	176	20
7	Fluoranthene	荧蒽	14.08	202	202	150	40
					202	152	30
					202	200	20
8	Pyrene	芘	14.57	202	202	150	40
					202	152	30
					202	200	20
9	Benzo(a)anthracene	苯并(a)蒽	17.81	228	228	202	20
					228	226	30
10	Chrysene	屈	17.95	228	228	202	20
					228	226	30
11	Benzo(b)fluoranthene	苯并(b)荧蒽	21.29	252	252	226	20
					252	250	30
12	Benzo(k)fluoranthene	苯并(k)荧蒽	21.37	252	252	226	20
					252	250	30
13	Benzo(a)pyrene	苯并(a)芘	22.34	252	252	226	20
					252	250	30
14	Indeno(1,2,3,c,d)pyrene	茚并o(1,2,3,c,d)芘	25.93	276	276	224	50
					276	248	50
					276	274	50
15	Benzo(g,h,i)perylene	苯并(g,h,i)芘	26.68	276	276	224	50
					276	248	50
					276	274	50
16	Dibenz(a,h)anthracene	二苯并(a,h)蒽	26.07	278	278	250	50
					278	276	40

表1 16种多环芳烃的二级质谱条件

3. 实验结果和讨论

3.1 方法优化

由于多环芳烃的结构非常稳定，有些结构必须使用较高的碰撞能量才能进行有效的碎裂，否则难以打碎，见图2。通过子离子二级全扫描优化碰撞能量可以确定每个化合物SRM质谱条件（母离子-子离子-碰撞能量）见表1，在该条件下运行样品可得到16种多环芳烃的SRM色谱质谱图见图2。

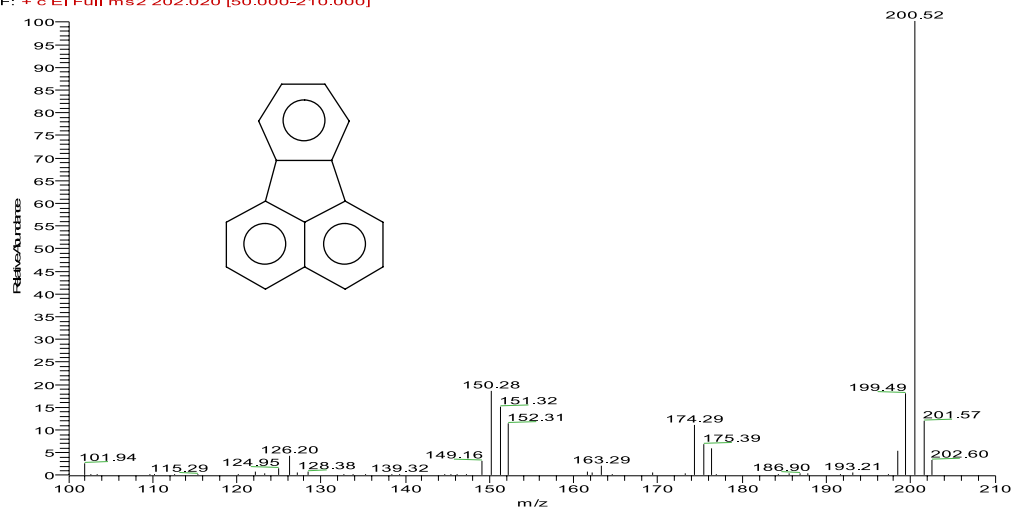


图1. 荧蒽 (Fluoranthene) 的子离子二级全扫描质谱图 碰撞能量 CE=40V

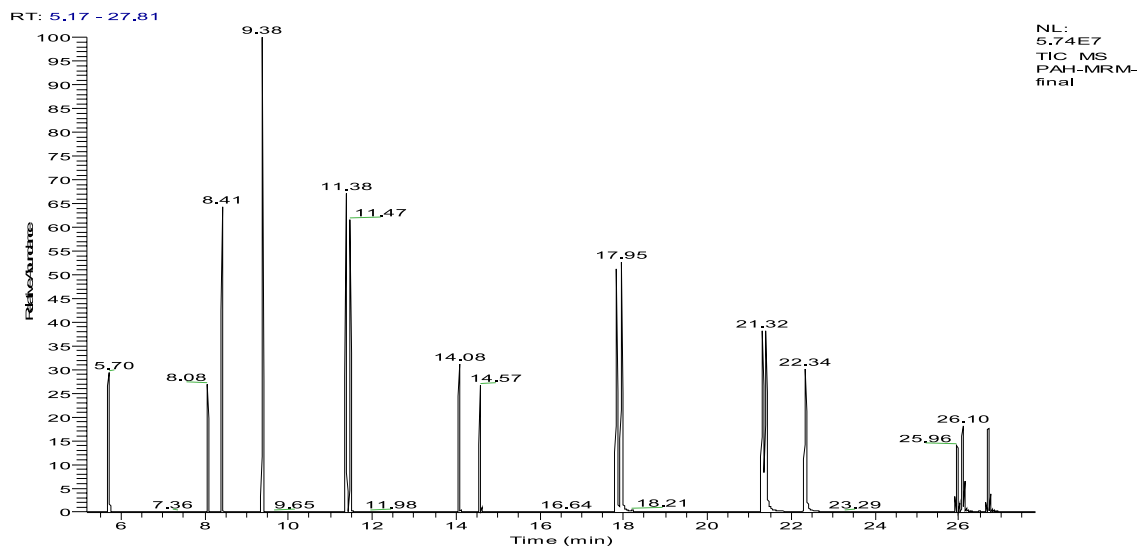
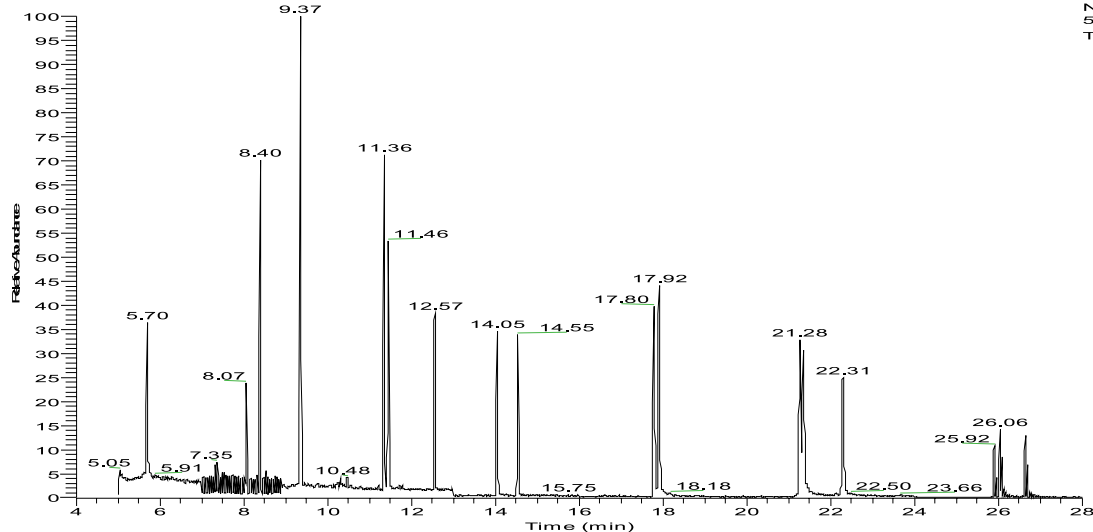


图2 16种多环芳烃的SRM分离色谱质谱图

3.2 方法灵敏度

Quantum GC串联质谱通过采用二级质谱方法可以有效消除基质干扰，提高灵敏度，图3显示的是16种多环芳烃1ppb的SRM色谱图。

RT: 4.00 - 28.00



NL:
5.94E5
TIC MS 01

图3: 1ppb的的SRM色谱图和质谱图

3.3 样品检测

用该方法对食品样品中多环芳烃检测，可监测<1ppb的含量（实际检测0.8ppb）。

4 结论

采用Quantum GC 四极杆串联质谱分析16种多环芳烃灵敏度高，分离效果好，分析速度快，抗干扰能力强，是分析复杂样品中多组分痕量分析的理想的分析工具。

参考文献:

- [1]. 安华娟, 郑存江, 刘清辉, 马军“气相色谱-质谱多级质谱测定水中的多环芳烃” 现代科学仪器 2007, 3: 92-94

In addition to these offices, Thermo Fisher Scientific maintains a network of representative organizations throughout the world.

赛默飞世尔科技

上海
上海浦东新金桥路27号6号楼
电话: 86-21-6865 4588
传真: 86-21-6445 7830

北京
北京市东城区安定门东大街28号
雍和大厦西楼702-715室
电话: 86-10-8419 3588
传真: 86-10-8419 3589

广州
广州东风中路410-412号
健力宝大厦3003-3004室
电话: 86-20-8348 7138
传真: 86-20-8348 6621

服务热线:
800 810 5118 400 650 5118

www.thermo.com
analyze.cn@thermofisher.com



Thermo Fisher Scientific,
San Jose, CA USA is ISO Certified.

CM0039 01/10