

GC/MS 定量分析芥子气

李志军 林爱华 赵莹雪

(解放军防化研究院 北京 102205)

1 仪器测量条件及实验方法

HP5890 II GC/HP5972MSD 色质联用仪。30m×0.25mm HP5MS 色谱柱；进样口温度 140℃；检测器温度 250℃；柱温 60℃—10℃/min—130℃；电离方式 EI；电子能量 70eV；扫描范围 20~400amu；进样量 1μl；分流比 20: 1；自动调节方式。

配制芥子气的一系列标准溶液：11.98, 29.96, 47.94, 59.56, 71.90mg/L；内标：氯化苄，28.8 mg/L；先用 Scan 扫描方式进样确定芥子气 (158,109,63) 和氯化苄 (126,91,65) 的特征离子。然后用 SIM 扫描方式依次进样。

2 实验结果

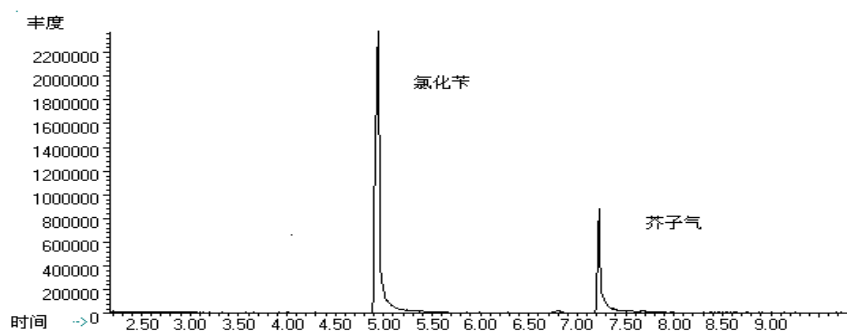


图 1 总离子流色谱图

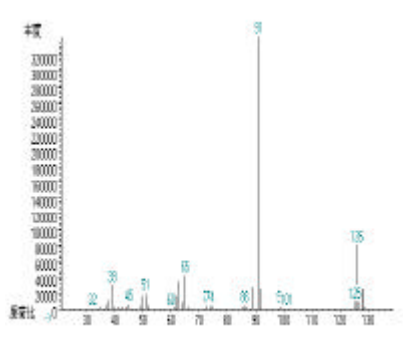


图 2 氯化苄的质谱图

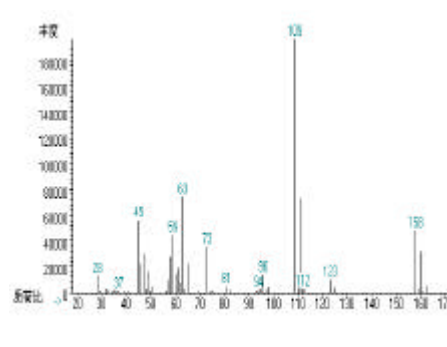
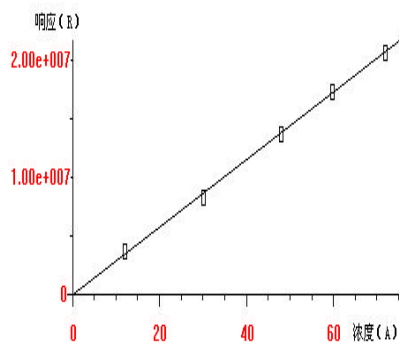


图 3 芥子气的质谱图

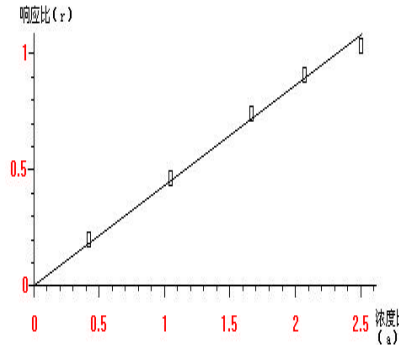
表 1 外标法、内标法分析芥子气的结果

序号	实际含量 ng	外标法		内标法	
		测定含量 ng	相对误差%	测定含量 ng	相对误差%
1	11.98	12.87	+7.4	13.05	+8.9
2	29.96	28.79	-3.9	30.84	+2.9
3	47.94	47.72	-0.5	49.91	+4.1
4	59.56	60.42	+1.4	60.71	+1.9
5	71.90	71.45	-0.6	69.04	-4.0



$R=2.87 \times 10^5 \times A$

图 4 SIM 方法外标曲线



$r=4.17 \times 10^{-1} \times a$

图 5 SIM 方法内标曲线

表 2 重复性的相对误差结果

序号	外标法相对误差%	内标法相对误差%
1	+7.8	+2.3
2	-5.6	-1.4
3	+13.9	+1.8

3 讨论

为获得最佳的分析结果，首先必须确保仪器工作状态的稳定。首先要对仪器的易污染部件进行清洗或更换。并用载气对色谱柱进行清洗。在用标准物质对仪器进行最大灵敏度调节的基础上，可以结合人工调节方式，以达到设置最佳的操作参数。分析未知浓度样品时仪器的设置条件应和制作标准曲线时仪器的设置条件相同，以保证获得准确的结果。

从芥子气的定量结果可以发现，外标法和内标法所测定的结果同在一个数量级上。通过对相同浓度样品进行 3 次重复进样，我们发现外标法的最大误差为 13.9%，内标法的最大误差为 2.3%。说明外标法测定结果的重复性要比内标法差。在实际应用中，以内标法较好。

Quantitative Analysis of Mustard Gas by GC/MS

Li Zhijun, Lin Aihua, Zhao Yingxue
(No.404 Post Box 1044 Beijing, 102205, China)

Abstract

Quantitative analysis of mustard gas was carried out by gas chromatography / mass spectrometry (GC/MS). SIM standard curves were established by internal and external standards separately.