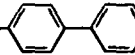


LC/MS 分析 4,4' 庚基联苯腈中杂质

刘密新 吴筑平 杨成对
(清华大学分析中心)

[摘要] 利用带有喷雾-传送带接口的液相色谱-质谱联用仪分析了 4,4' 庚基联苯腈中的杂质。鉴定了其中的三种杂质,并对实验结果进行了讨论。

关键词: 喷雾-传送带、4,4' 庚基联苯腈

4,4' 庚基联苯腈 ($C_{21}H_{15}$ --CN) 是一种液晶物质。在合成过程中,需要对合成产物中杂质进行分析,以便改进合成工艺和提高产品质量。但由于该物质汽化温度较高,用 GC/MS 分析比较困难,而用 LC 法又不能定性。因此,本文采用 LC/MS 联机方法进行了分析。LC/MS 的接口装置采用改进的加热喷雾-传送带接口。由于产品中杂质含量较少,故在进行 LC/MS 分析前,先对样品中杂质进行了浓缩处理。

实 验 条 件

LC 条件: 仪器型号为 VISTA54 HPLC, 色谱柱用 C_{18} 键合柱, 流动相为 100% 甲醇, 流量 1.0 ml/min。

MS 条件: 仪器型号为 FINNIGAN 4510 GC/MS, 电离电压 70V, 发射电流 0.25mA, 扫描速度 50—500 amu/zs。

LC-MS 接口: 改进的加热喷雾-传送带接口, 选择适当的雾化温度, 使 LC 流出物呈雾状喷出, 由传送带送入离子源。并选择适当的红外加热器温度及样品汽化温度, 以满足质谱分析要求。

实 验 结 果

在上述分析条件下, 得到重建离子色谱图 (图 1), 可知该样品有四个组分。图 2 是它们的质谱图。

1991 年 5 月 4 日收

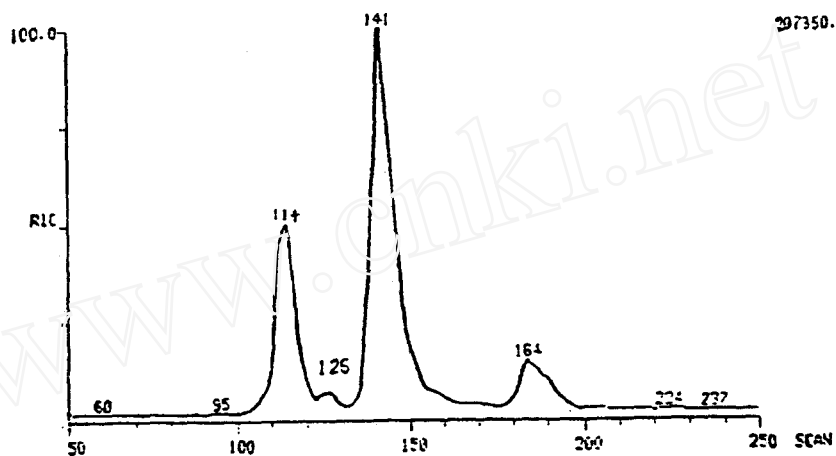


图 1 重建离子色谱图

Fig. 1 Reconstructed Ion Chromatogram

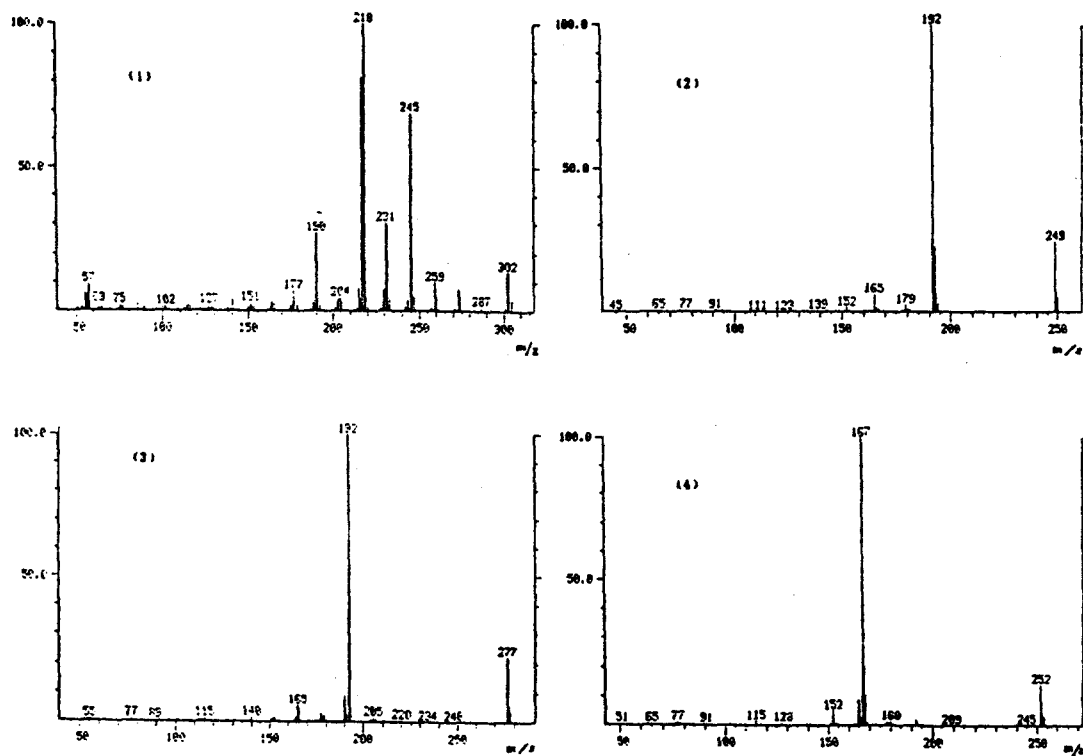


图 2 四个组分质谱图

(1) 114⁺ 峰, (2) 126⁺ 峰, (3) 141⁺ 峰, (4) 184⁺ 峰

Fig. 2 Mass Spectra of the Four Components

(1) Peak 114⁺, (2) Peak 126⁺, (3) Peak 141⁺, (4) Peak 184⁺

图2(3)为样品主成分 4, 4' 庚基联苯腈的质谱图。m/z 277 为分子离子

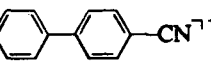
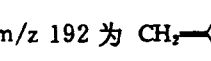
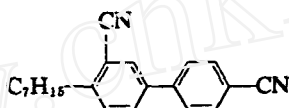
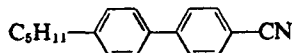
C_7H_{15} - $^{\cdot+}$, m/z 192 为 CH_2 - $^{\cdot+}$, 该质谱与化合物结构一致。

图 2(1)分子离子峰为 m/z 302, 它所代表的组分分子量比主成分分子量大 25amu, 而且分子量由奇数变为偶数, 结合化学反应历程, 推测该化合物为:



其中: m/z 287, 273, 259, 245, 231, 217 分别为 $M-15$, $M-29$, $M-43$, $M-57$, $M-71$, $M-85$ 所形成的离子。 m/z 218, 190 为重排峰。

图 2(2)所代表的组分分子量为 249, 比主成分分子量小 28amu, 基峰为 m/z 192, 与主成分相同。因此可以推测该化合物为:



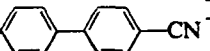
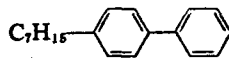
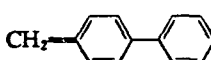
其中 m/z 192 为 CH_2 - $^{\cdot+}$

图 2(4)所代表组分的分子量为 252, 比主成分分子量小 25amu, 不含 N, 基峰为 167, 比主成分基峰小 25amu, 因此可以推测该组分为:



其中 m/z 167 为 CH_2 - $^{\cdot+}$

讨 论

1. 本文采用 LC/MS 联机方式成功地分析了某液晶产品中的杂质。联机分析采用的接口是加热喷雾-传送带接口。该装置是在原传送带接口的基础上改装而成的^[1-4]。它克服了原装置的缺点, 可以使液相色谱流出物先经加热雾化喷到传送带上, 然后由传送带送入离子源。该装置性能比较稳定, 在使用甲醇-水作为色谱流动相时, 水含量达到 30% 时仍有较好的雾化效果。在这种情况下质谱仪仍能维持高真空, 离子色谱图基线也比较平稳。

2. 利用这种接口装置进行的 LC-MS 联机分析, 得到的重建离子色谱图与单纯由 HPLC 得到的色谱图完全相同。图 3 是在相同液相色谱条件下得到的 HPLC 图, 由图 1

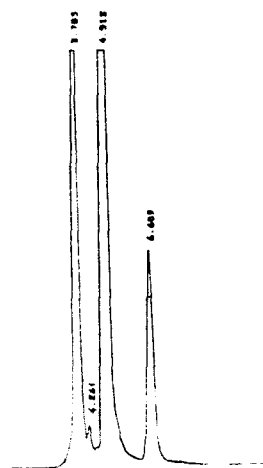


图 3 样品的 HPLC 图

FIG. 3 Liquid Chromatogram of Sample

和图 3 比较可知, 除灵敏度外, 二者完全相同。另外, 对于分析结果, 又采用标准样品进行

了验证,用标样得到的液相色谱保留时间和质谱图与分析结果完全一致。说明本文所进行的 LC-MS 联机分析具有良好的可靠性。

感谢 本实验所用接口装置中的雾化器由中国药品检定所陈民雄提供,在此表示感谢。

参 考 文 献

- [1] 陈培榕、刘密新等,质谱学报,Vol. 9, 增刊,31(1988)
- [2] 刘密新、陈民雄等,传送带式 LC/MS 接口装置的改进,第四届全国 F 四级质谱学术报告会,1990,安徽
- [3] E. D. Hardin, T. P. Fan, C. R. Blakley, M. L. Vestal, Anal. Chem., 56, 2(1984)
- [4] 土屋正彦、大桥守、上野民夫编,质量分析法的新展开,东京化学同人(1988)

Analysis of the Impurities in 4—heptyl—4'—biphenylnitrile by LC/MS

Liu Mixin Wu Zhuping Yang Chengdui

(Analysis Center, Tsing Hua University, Beijing 100084, China)

Received 4, May, 1991

Abstract

In this paper, the impurities in the 4—heptyl—4'—biphenylnitrile have been analysed by LC/MS with spray—belt interface. Three impurities were identified. The results have been discussed.

Keywords: 4—heptyl—4'—biphenylnitrile, spray—belt interface