

高分辨快原子轰击质谱法研究

程光荣 曹淑兰 张 刚

(辽宁省分析测试研究中心质谱室 沈阳 110015)

〔摘要〕本文介绍高分辨快原子轰击质谱技术(HRFABMS)。同时给出了内标物质和测量条件,讨论了数据处理方法。

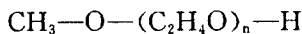
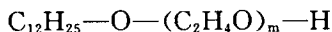
关键词:高分辨快原子轰击质谱法 底物 内标物质

1 引言

自从快原子轰击质谱法出现以来,已在很多方面得到了应用,如糖类、核苷、核酸和抗生素等。通常可以得到准分子离子数据,因此,如果我们能知道分子离子的元素组成,它将是非常有用的信息。由高分辨快原子轰击质谱法所得到的数据总是使用感光探测方法,这是因为感光板灵敏度高,通用性广,有积分性质的原因,适用于信号较弱和波动性较强的离子流。然而快原子轰击峰匹配技术、多通道分析技术或精确质量测量技术已有报道。可是这些操作都是很复杂的,并且原来的仪器要做一些改动(如干板法和多通道分析器)。本实验选择了一种特殊的内标物,并且不改动物器,获得了一组精确的质量数据。

2 实验仪器和材料

本工作使用 JMS—D300 双聚焦质谱仪和 JMA—2000 数据处理系统(日本电子公司产品),国产快原子轰击离子源,内标物是一种非离子型表面活性剂。在室温下为乳化剂,是由两种化合物组成的混合物,分子式分别是:



式中 $m=1,2,3,\dots,18$; $n=6,7,\dots,18$ 。

当测量时,乳化剂作为一种底物(matrix),同时也是一种溶剂,然后与被分析的样品一起涂在进样杆前的靶上,再加 8kV 的高压,电流大约是 1mA。计算机收集这两种离子流(样品和内标物)并处理。

3 结果和讨论

曾有一些文献报道过 HRFABMS,是使用峰匹技术、干板法和多通道分析器方法等。

1993 年 11 月 9 日收

如果不改动仪器的话,这些技术在本实验室很难实现。由于我们选择了一种非离子表面活性剂作为内标物质,因此可以实现 HRFABMS。首先,该内标物的 FAB 离子流比场解吸质谱离子流强 10 倍左右,计算机很容易收集,而且比 FD 的离子流要稳定得多,没有强烈的起伏,能持续一段时间,使得计算机可以收集并处理这些数据。所选择的非离子型表面活性剂作为内标物有如下特点:

2.1 质量间隔均匀,为 22amu。这和以前文献中提到的用 CsI 和 KI 作内标物有很大的不同。

该标准物质质量数(理论值)如下(m/z 200~800):

231.2316	341.2166	451.3621	561.4471	671.4926	781.4776
253.1644	363.3099	473.2949	583.4404	693.4254	803.5709
275.2577	385.2427	495.3882	605.3732	715.5187	825.5037
297.1905	407.3360	517.3210	627.4655	737.4515	
319.2838	429.2688	539.4143	649.3993	759.5448	

其质谱见图 1。这些都是质子化碎片。

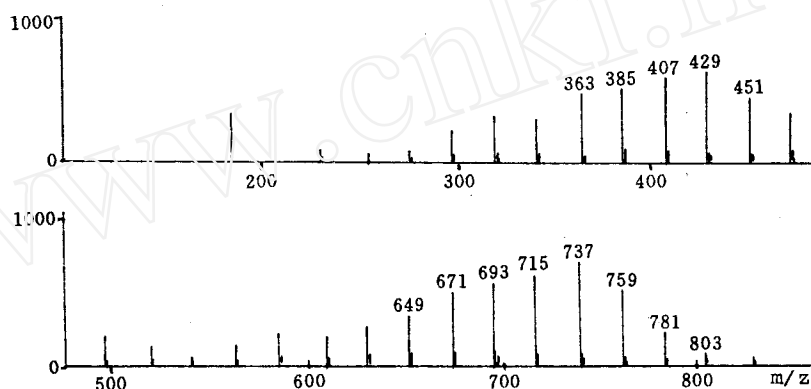


图 1 本实验所用底物的 FABMS

用 CsI 作内标,图形不规则不易辨认且间距很大,近 100amu,见图 2。

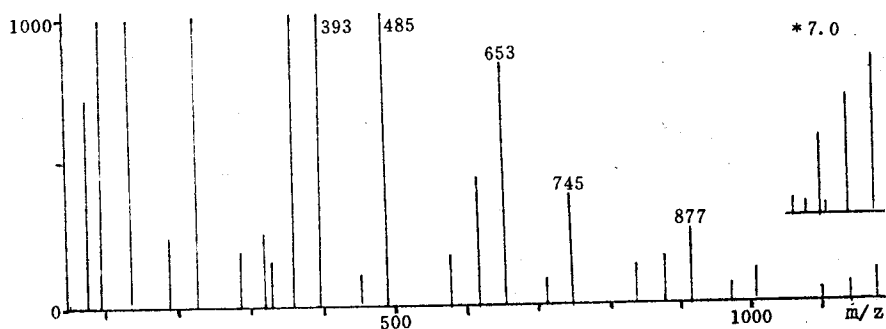


图 2 CsI 的 FABMS

用 KI 作内标在低质量区强度很低,只是在 $m/z > 300$ 才可行且不规律。见图 3。

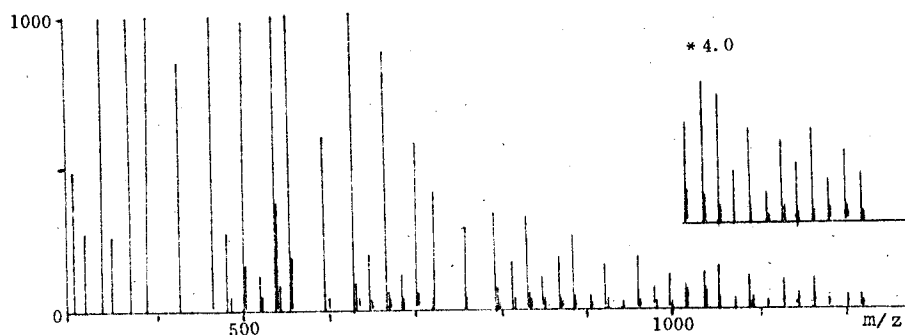


图3 KI的FABMS

2.2 碎片峰组成的外形是很特殊的,易于辨认,质量标志也不会有什么问题的。用CsBr作内标质量间隔就更大了,强碎片峰之间达200amu,见图4。

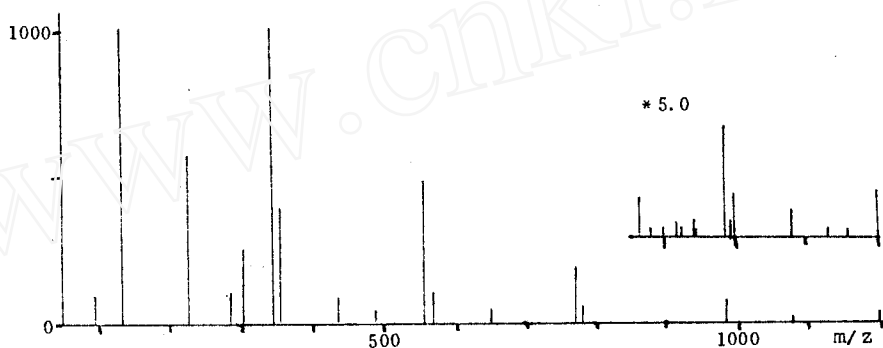


图4 CsBr的FABMS

2.3 在高质量区,峰强要比低质量区高一些,这样有利于测量大分子化合物。

2.4 作为溶剂的内标物可以溶解许多种样品。

在处理数据时,对不饱和度要作一点修改。因为分子离子的不饱和度是整数,在我们的实验中得到的是质子化的分子离子,因此准分子离子的不饱和度应是半整数。只要记住这个规律,就可以得到合理的结果。根据以上所述,我们已测量了一些样品,结果如下:

测量值 (amu) (M+H) ⁺	误差 (mmu) (毫质量单位)	不饱和度	元素组成
582.2749	1.5	5.5	C ₂₁ H ₄₀ N ₇ O ₁₂ (STREPTONYCIN SILFATE)
686.3330	-0.3	10.5	C ₂₄ H ₄₄ N ₁₃ O ₁₀ (VIOMYCIN SILFATE)
373.1678	2.2	9.5	C ₂₁ H ₂₅ O ₆ (未知样品)

参 考 文 献

- 1 汪聪慧. 质谱学杂志, 1980, 5(3): 41.
- 2 Schuiten H R. Inter J Mass Spec Physics, 1979, 32: 92—283.

A Study on High Resolution Fast Atom Bombardment Mass Spectrometry

Cheng Guangrong, Cao Shulan, Zhang Gang
(Laboratory of Mass Spectrometry, Liaoning
Province Analysis, Testing and Research
Centre, Shenyang 110015, China)

Received 1993-11-09

Abstract

A new high resolution fast atom bombardment mass spectrometry (HRFABMS) method different from photographic detection peakmatching and multichannel analyzer has been studied in this paper. It uses a non-ionic surface active agent as internal standard material different from CsBr, CsI and KI, and it is the matrix. The data processing method is also given.

Key Words: HRFABMS, matrix, internal standard material.