



应用资料

热重分析仪-质谱联用技术

逸出气分析： 采用热重 - 质谱联 用技术，分析样品中的 残留溶剂

概论

热重分析仪（TGA）通常用于检测材料在升温或等温时的失重特性。在医药领域，很多材料的失重归因于水分或溶剂的挥发、脱溶、分解等现象，这些失重讯息常用于进一步揭示药品的纯度、稳定性以及适用范围。TGA 对于样品的失重提供了卓越的定量检测，但是不能对样品的逸出或者分解物进行定性判断。而 TGA 逸出物的定性判断对于研发工作是十分重要的检测内容。

热重分析仪与质谱（TGA-MS）联用技术正是为了测试分析逸出气的定性研究，为样品测试提供完整的逸出气讯息。

典型的 TG-MS 应用包括:

- 检测样品中水分或溶剂的失重行为 (例如, 药品的烘焙失重或脱水)
- 热稳定或降解特性
- 反应性研究 (例如, 聚合反应)
- 样品中痕量挥发份研究 (例如, 挥发性有机成份 (VOC) 测试)

仪器配置:

PerkinElmer所有的TGA仪器 (包括Pyris 1 TGA, TGA 4000, STA6000) 都可以方便的与MS仪器联用, 如图1所示, 图示联用的MS是Hiden Analytical的四级杆质谱仪HPR-20。另外, PerkinElmer 的Pyris 1 TGA可与本公司的GCMS进行联用测试, 如图2所示。

实验部分:

在下面的实例中, 联用仪器采用的是PerkinElmer Pyris 1 TGA与Hiden HPR-20质谱仪, 该质谱仪的质量范围为200 amu (原子质量单位)。由于绝大多数的药品溶剂质核比小于100, 所以200amu对于药品溶剂检测而言已经足够。TGA的载气总流量通常采用20至30ml/min。

一般而言, 样品的离子数不可知。在此例中, 常用方法是在质谱范围内做一次扫描, 得到样品逸出物的质核比; 然后针对我们感兴趣的核质比, 采用MID (多离子数检测) 进行第二次测试分析。MID对于选定离子检测而言, 由于其针对性检测而非宽质量范围检测, 所以可得到更佳的测试结果, 而且测试更高效。

大家常常关心样品中的逸出挥发物、残余溶剂的类别以及在结晶过程中是否与溶剂有键合作用。在下面的实例中, 样品从室温开始失重、到140度失重结束, 总的失重比例大约6%。

很多材料都含水, 但是, 相应的失重过程是否完全归因于水分的脱离, 这就是问题所在。对于该样品而言, 乙醇和丙酮在生产过程中可能残余于样品中, 所以也同时进行检测。水的核质数18 amu, 乙醇和丙酮通过软件谱图库初步选择的核质数分别为31和43。另外, 谱图库显示乙醇还具有核质数43, 所以此核质数不能对丙酮进行定性判断; 根据以上推论, 我们也选择丙酮另外的核质数58。

将样品放入TGA中, 采用常规升温程序测试; 在热分析软件中添加了按钮控制MS的启动和停止, 从而可以得到两个测试系统的同步结果。在测试过程中, 可同时监测到两个软件系统各自采集的数据。MS的数据可以传输到Pyris软件中、以时间或者温度为坐标显示。

测试结果

如图3所示, 从质量数18可推断水分的存在, 其分压在10⁻⁷数量级, 相应的TGA曲线如图4所示。

另外, 可以看出, 其它核质数的浓度明显低得多, 在10⁻⁸数量级。图5是MS的水峰和热重曲线的合成图谱。



图 1 - HPR-20 MS 与 STA6000 联用



图 2 - PerkinElmer Clarus 600 GCMS 与 Pyris 1 TGA 联用

质量数 31 清晰的确定样品中乙醇的存在，通过质量数 43 和质量数 56 的确证（如图 6 所示）证明样品中也存在丙酮。这是因为，质量数 43 的浓度明显高于质量数 31 的浓度，从而可以确定丙酮的存在。如果质量数 43 完全归因于乙醇，那么其测试的含量应该低得多。在这个实例中，质核数 43 有一小部分含量是归因于乙醇的第二质核离子。

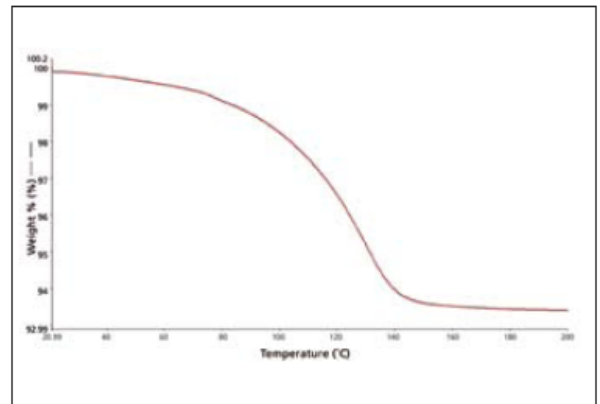


图 4 样品从室温到 140 度的宽范围失重

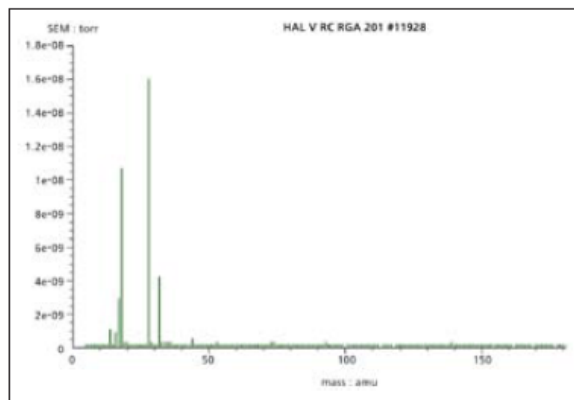


图 3 初步扫描确定深入分析的核质数

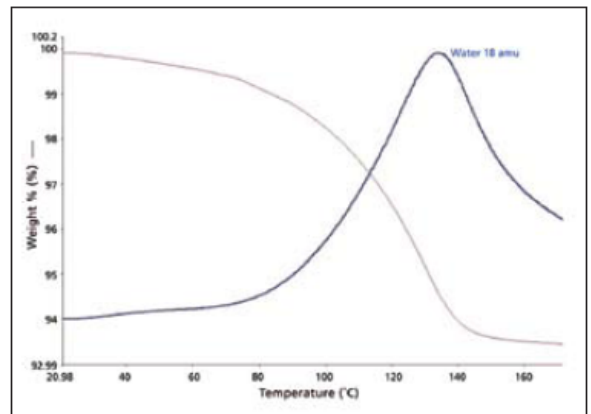


图 5 失重曲线和质量数 18 的水峰比较

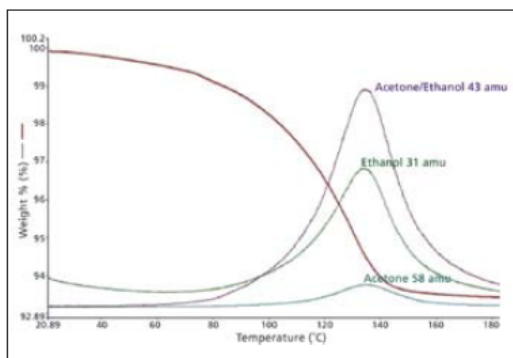


图 6 失重曲线与 MS 质量数 (10^{-8} 数量级) 谱图

PerkinElmer, Inc.

大中华区总部

地址: 上海张江高科园区李冰路67弄4号

邮编: 201203

电话: (021) 3876 9510

传真: (021) 387 91316

www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问 www.perkinelmer.com.cn/ContactUs

©2009 PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer徽标和外观设计是PerkinElmer的注册商标。文中提及的其它非PerkinElmer及其子公司所有的其它商标均为其各自所有者的财产。PerkinElmer保留随时更改此文档的权利, 恕不另行通知。对于编辑、图片或排版错误概不承担任何责任。