



Thermogravimetric Analysis – Mass Spectrometry

逸出气体分析： 用热重分析-质谱仪 测量残留的溶剂 污染物

前言

材料的热重分析 (TGA) 常用于测量加热或等温时来自样品的重量损失。在制药行业, 许多材料的重量损失与溶剂/水的损失、样品去溶剂或分解相关。此外这个信息来评估材料的纯度和稳定性及其适用性。

TGA提供样品的质量损失的定量测量, 但样品损失不能提供产品的本质信息, 这种信息往往需要完整的表征。

将质谱 (MS) 与TGA联用可以对气体进行分析和鉴定, 提供额外的有价值的信息。

TG-MS典型的应用包括:

- 检测从样品中损失的水分/溶剂 (如干燥失重或药物脱水)
- 热稳定性 (降解) 过程
- 研究反应 (如聚合)
- 样品中的痕量挥发物分析 (例如, 挥发性有机化合物 (VOC) 测试)

仪器构成

所有由珀金埃尔默提供的热重分析TGA系统 (Pyris™1 TGA, STA 6000和TGA 4000) 可以很容易地连接到质谱仪MS系统上 (图1)。本应用简介中使用的例子显示的是与Hiden的分析HPR-20四极质谱仪连接的。然而, 珀金埃尔默®Pyris 1 TGA也可以和我们自己的Clarus®质谱仪MS耦合, 如图2所示。

实验部分

在下面的例子中, 使用了一台连接到一个Hiden HPR-20 质谱仪MS的珀金埃尔默的Pyris 1 TGA来分析一种药物样品。该质谱仪系统的可测质量范围为200 amu (原子质量单位), 对溶剂质量离子多小于100 amu的大多数药物分析来说绰绰有余。TGA的吹扫气流量通常保持在总流量20–30毫升每分钟。

通常我们感兴趣的离子都是未知的。在这种情况下, 一个典型的分析方法是在整个质量范围内运行扫描, 看看从样品中放出的是何种质量离子, 然后在第二次运行中进一步对感兴趣的质量离子单独分析, 就是众所周知的MID (多

离子检测) 追踪。多离子检测追踪可以使选择的离子具有更好质量的数据, 因为被采样的离子是唯一的而不是一个很宽的质量范围, 这样可以花更少的时间分析每种质量离子。

一个经常被问到的问题都是关于挥发物损失和留在样品中的残留溶剂是什么, 它们是否都与结晶过程中所用溶剂有关这样的内容。下面的例子显示样品从室温开始直至140° C附近的一个约6%的宽范围失重。

水分在许多材料中都会被发现, 但由此引出的问题是这种情况是否仅仅是由于水的损失导致的。因此, 对样品进行了生产过程中可能仍然留存乙醇和丙酮以及水的分析。水有18原子质量单位的质量离子, 乙醇和丙酮的基本质量离子从软件库中选择分别为31和43。软件库还显示, 乙醇具有为43的次级质量离子, 所以该离子的存在可能不能成为确定丙酮的唯一依据。为此, 也选择58的丙酮次级质量离子用于分析。

一个样品被放入TGA和按一般情况设立热分析程序。热分析程序设定了一个附加的触发程序来启动和停止质谱仪MS, 使这两个系统能够同步。在运行过程中, 由各自的软件收集的数据都可以被观测到。在运行结束时, MS数据可以导入Pyris软件中并且数据可以以时间或温度为坐标来作图。

结果

水被发现是从下图所示预期的分压在10⁻⁷范围时出现质量18的痕迹来确定的 (图3)。相关的TGA曲线如图4所示。其他质量离子在10⁻⁸范围内非常低的浓度下得到。质谱中水峰在图5中的TGA谱图中也有展示。



图1. 连接有HPR-20 质谱仪的STA 6000



图2. 珀金埃尔默Clarus 600 C 质谱仪MS连接到Pyris 1 TGA。

质量31痕迹清楚地表明了乙醇的存在。丙酮的存在同样由如下所示的质量43痕迹表示,同时由质量58痕迹确定(图6)。质量43痕迹比其本身的质量31痕迹具有更高的浓度的事实表明了丙酮的存在。如果质量43仅仅是由于乙醇的存在造成的,它会比乙醇基本质量离子的量更小。在这个例子中,质量43离子可能有乙醇次级质量离子的小部分贡献。

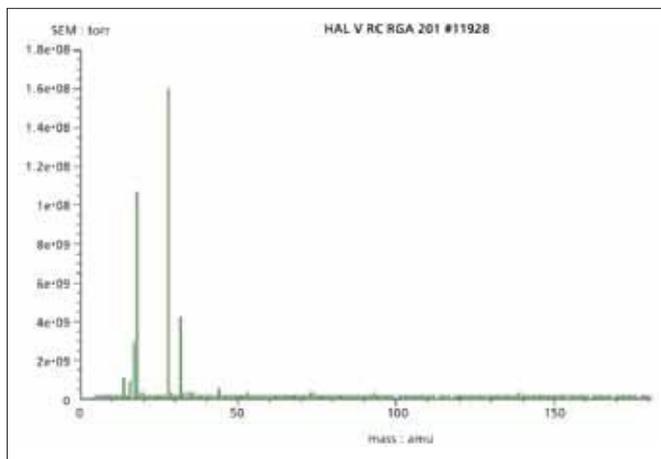


图3。初始扫描的柱状图以评估什么质量离子应被研究。

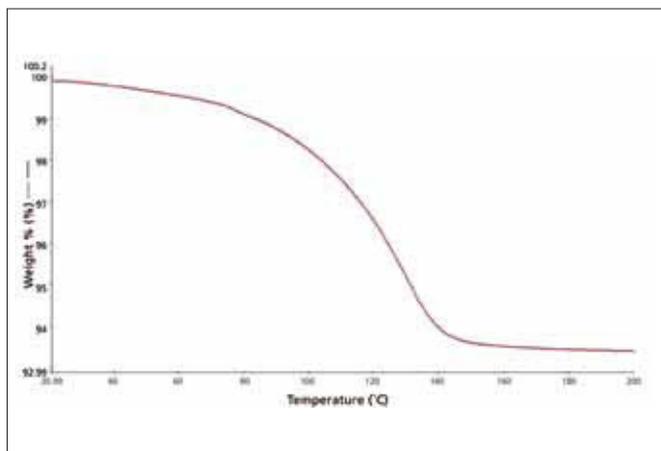


图4。样品显示从室温到140° C之间的一个宽的失重。

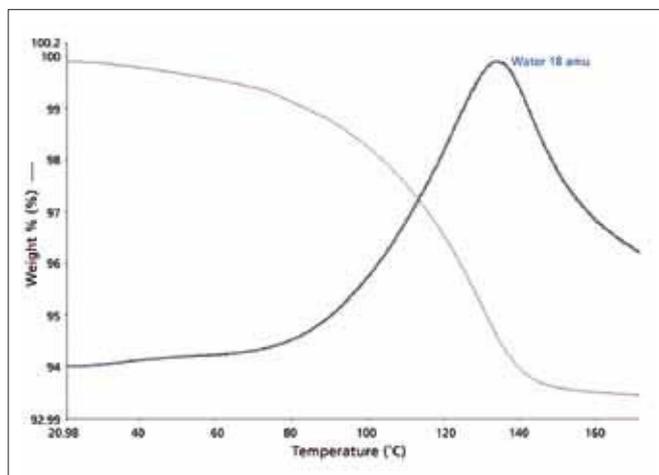


图5。失重和质量18(水)痕迹对比。

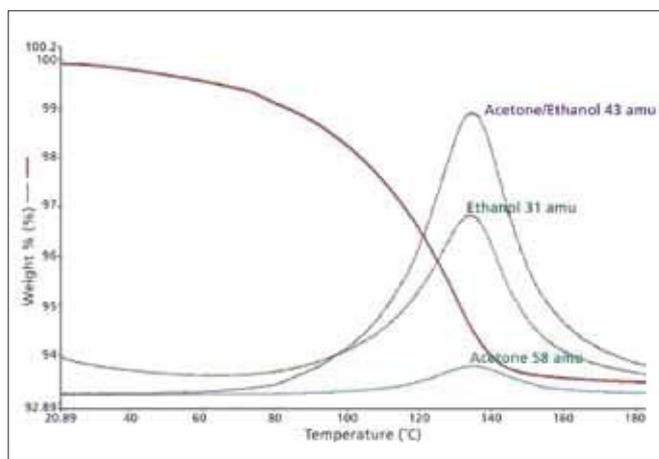


图6。在10-8范围内获得的质量与失重的比较。

珀金埃尔默仪器(上海)有限公司
 地址:上海 张江高科技园区 张衡路1670号
 邮编:201203
 电话:021-60645888
 传真:021-60645999
 www.perkinelmer.com.cn



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

版权所有 ©2014, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自所有者或所有者的财产。