

气相色谱质谱检索报告

一、实验概述

1. 实验目的

(1) 本实验旨在通过气相色谱质谱联用技术对未知样品进行定性分析和定量分析，以确定样品中的主要成分及其相对含量。通过实验，我们希望能够掌握气相色谱质谱联用技术的操作方法，包括样品前处理、色谱条件优化、质谱条件设置以及数据分析等环节。此外，本实验还将探讨不同色谱柱、流动相、流速和柱温等条件对分离效果的影响，为后续实验提供参考。

(2) 通过本实验，我们期望能够提高对复杂样品中成分分析的准确性和灵敏度。气相色谱质谱联用技术具有高分离度、高灵敏度和高选择性等优点，特别适用于复杂样品的分析。通过对实验数据的深入分析，我们可以更好地了解样品的化学组成，为产品质量控制和研发提供有力支持。同时，本实验还将培养实验者的实验操作技能和数据分析能力，为今后的科研工作打下坚实基础。

(3)

本实验的另一个目的是验证气相色谱质谱联用技术在未知样品分析中的应用价值。在实际应用中，许多样品的成分复杂，传统分析方法难以达到满意的效果。而气相色谱质谱联用技术凭借其强大的分离和分析能力，能够有效解决这一问题。通过本实验，我们希望能够验证该技术在未知样品分析中的可行性，为相关领域的科研工作者提供有益的参考。此外，实验过程中对实验数据的处理和分析，也有助于提高实验者的数据解读能力，为今后从事相关研究提供有力保障。

2. 实验材料

(1) 实验材料主要包括气相色谱质谱联用仪、色谱柱、质谱仪、自动进样器、氮气发生器、真空泵、高压泵、旋转蒸发仪、样品制备设备等仪器设备。气相色谱质谱联用仪由气相色谱部分和质谱部分组成，能够实现样品的高效分离和定性定量分析。色谱柱用于样品的分离，质谱仪用于检测分离后的化合物，自动进样器用于样品的自动进样，氮气发生器和真空泵为系统提供必要的载气和真空环境。

(2) 试剂方面，本实验使用的主要试剂包括标准品、内标物、溶剂、缓冲液、酸碱指示剂等。标准品用于定量分析，内标物用于校正分析结果，溶剂用于样品的溶解和色谱洗脱，缓冲液用于调节溶液的 pH 值，酸碱指示剂用于检测溶液的酸碱性。所有试剂均需符合实验要求，保证实验结果的准确性和可靠性。

(3)

样品方面，本实验采用不同来源的复杂样品，如食品、药品、环境样品等。样品在实验前需进行必要的预处理，包括提取、净化、浓缩等步骤，以确保样品中目标成分的富集和纯化。预处理过程中使用的溶剂、萃取剂、吸附剂等均需经过严格筛选，以减少实验误差。样品的量根据实验要求进行精确称量，确保实验数据的准确性。

3. 实验方法

(1) 实验开始前，首先对气相色谱质谱联用仪进行系统校准和调试，包括设置合适的色谱柱温度、流速、进样量等参数。随后，将样品通过自动进样器注入色谱柱，利用气相色谱技术实现样品中各成分的分离。色谱柱的选择和优化是实验的关键环节，通常根据样品的化学性质和预期分离效果来选择合适的色谱柱类型和规格。

(2) 在气相色谱分离完成后，分离出的各组分进入质谱仪进行检测。质谱仪通过高能电子轰击或化学电离等方式将分子电离，产生离子碎片，然后根据离子的质荷比 (m/z) 和丰度进行定性分析。在质谱分析中，需要优化离子源、碰撞能量、扫描范围等参数，以提高分析灵敏度和选择性。同时，通过比较待测化合物的质谱图与标准谱图，实现对未知化合物的鉴定。

(3) 实验过程中，对色谱和质谱数据进行实时采集和存储，以便后续分析。数据分析阶段，使用专业的数据处理软件对色谱峰进行积分、峰面积归一化等处理，以获取各成分

的定量信息。通过内标法或标准曲线法对目标化合物进行定量分析，计算其相对含量。此外，还需对实验结果进行讨论，分析实验误差来源，并评估实验方法的适用性和可靠性。

二、仪器与试剂

1. 仪器名称与型号

(1) 本实验所使用的气相色谱质谱联用仪为美国 Agilent Technologies 公司生产的 7890B 气相色谱仪，配备有 5975C 质谱检测器。该仪器具备高性能的分离能力和高灵敏度的检测能力，适用于复杂样品的定性定量分析。7890B 气相色谱仪具备多种色谱柱配置选项，能够满足不同类型样品的分离需求。

(2) 配套的质谱检测器 5975C 采用电离源技术，包括电子轰击 (EI) 源和化学电离 (CI) 源，适用于不同类型化合物的检测。该质谱仪具有高分辨率的质谱图，能够精确测定化合物的分子量和结构信息。此外，5975C 质谱仪还具备多反应监测 (MRM) 功能，可以实现对目标化合物的定量分析。

(3) 实验过程中，为了确保样品的精确进样，采用美国 Agilent Technologies 公司生产的 G1379A 自动进样器。该进样器具备高速进样和精确进样的特点，能够满足复杂样品分析的需求。同时，为了提供稳定的载气和真空环境，实验中使用了美国 Agilent Technologies 公司生产的 G1362A 氮气发生器和 G1361A 真空泵。这些仪器的组合使用，为实验提供了稳定可靠的实验条件。

2. 试剂名称与规格

(1)

实验中使用的标准品包括一系列已知化学结构的化合物，如苯、甲苯、乙苯等，规格为纯度 $\geq 98\%$ 。这些标准品用于在气相色谱质谱联用分析中作为参考物质，以实现待测物质的定性鉴定和定量分析。

(2) 内标物选用的是 2-丙醇，规格为纯度 $\geq 99.5\%$ 。内标物在实验中用于校正分析结果的准确性和重复性，通过内标法可以减少由于样品制备和进样过程中的不确定因素对定量结果的影响。

(3) 溶剂方面，实验中使用了甲醇、乙腈、正己烷等有机溶剂，规格均为分析纯。甲醇和乙腈用于样品的溶解和提取，正己烷用于样品的萃取。此外，实验中还使用了去离子水，规格为电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ，用于配制缓冲溶液和清洗仪器。所有试剂均需在通风柜中操作，并严格按照实验室安全规范进行管理。

3. 试剂配制方法

(1) 标准溶液的配制：准确称取适量的标准品，使用微量移液器转移到容量瓶中，加入适量甲醇溶解。定容至刻度，充分混匀。根据需要，将溶液稀释至不同浓度。所有标准溶液在配制后均需密封保存，避免长时间暴露于空气中导致降解。

(2) 内标溶液的配制：准确称取 2-丙醇标准品，使用微量移液器转移到容量瓶中，加入适量甲醇溶解。定容至刻度，充分混匀。内标溶液的浓度需根据实验要求确定，通常

选择与待测物相近的浓度。

(3)

缓冲溶液的配制：称取适量的分析纯 NaOH，溶解于去离子水中，转移至容量瓶中，定容至刻度。将所得溶液与去离子水按一定比例混合，制成所需 pH 值的缓冲溶液。缓冲溶液在配制后应立即使用，避免长时间存放导致 pH 值变化。在配制过程中，应确保溶液充分混匀，避免产生沉淀。

三、样品处理

1. 样品来源

(1) 样品来源于不同类型的复杂混合物，包括但不限于食品、药品、环境样品以及工业产品。食品样品可能包括蔬菜、水果、肉类、乳制品等，这些样品通常由当地超市或农产品市场采购。药品样品则可能包括中成药、西药、保健品等，这些样品来自药店或医疗机构。环境样品可能包括土壤、水、空气等，通过环境监测机构获取。

(2) 工业产品样品来源于各种制造和加工行业，如石油化工、制药、食品加工、电子制造等。这些样品可能包括原材料、中间产品、最终产品或废料。工业样品的获取通常通过与相关企业合作，或者通过市场采购获得。

(3) 为了确保样品的代表性和可靠性，所有样品在采集前均需进行详细的记录，包括采集地点、时间、环境条件以及样品的状态。样品采集后，立即进行初步的物理和化学性质检查，以确保样品的完整性和质量。采集过程中，所有样品均需密封保存，避免污染和降解，并在运输过程中采取适当的措施，如冷藏或冷冻，以保持样品的稳定性。

2. 样品预处理

(1)

样品预处理的第一步是提取，针对不同的样品类型，选择合适的提取方法。对于食品和药品样品，常用的提取方法包括超声波提取、索氏提取和微波辅助提取等。提取过程中，需要精确控制提取溶剂的种类、体积和提取温度，以确保提取效率。

(2) 提取后的样品通常含有大量杂质，需要通过净化步骤去除干扰物质。常用的净化方法包括固相萃取（SPE）、液-液萃取（LLE）和吸附剂净化等。在 SPE 中，选择合适的 SPE 小柱和洗脱剂，通过吸附和洗脱步骤，实现样品中目标化合物的富集和净化。

(3) 净化后的样品可能需要进行浓缩，以降低溶剂体积，便于后续的色谱分析。浓缩方法包括旋转蒸发、氮吹和离心浓缩等。在浓缩过程中，需注意控制温度和压力，避免样品的分解或残留溶剂的污染。浓缩后的样品需复溶于适量的流动相中，并经过过滤以去除可能存在的微粒，确保色谱分析的顺利进行。

3. 样品制备

(1) 样品制备过程中，首先对采集到的样品进行初步处理，包括称重、记录样品基本信息等。根据样品的物理状态（固体、液体或气体），选择适当的制备方法。对于固体样品，可能需要研磨、筛分以增加其表面积，便于提取；液体样品则可能需要过滤、离心以去除悬浮物；气体样品可能需要通过吸附或冷凝等方法收集。

(2)

制备过程中，提取步骤至关重要。根据样品特性和目标分析物，选择合适的提取溶剂和提取方法。例如，对于极性化合物，可能使用水或有机溶剂进行超声提取；对于非极性化合物，则可能采用索氏提取或微波辅助提取。提取后，样品溶液需经过适当的净化步骤，如固相萃取、液-液萃取或吸附柱净化，以去除干扰物质。

(3) 净化后的样品溶液需要进行浓缩和定容。浓缩步骤通常采用旋转蒸发或氮吹法，以去除大部分溶剂，浓缩至较低体积。随后，根据实验要求，将浓缩后的样品溶液复溶于适量流动相中，并调整至所需的浓度。定容过程中，需使用精确的移液器和容量瓶，确保溶液体积的准确性。最后，样品溶液需经过 0.45 微米滤膜过滤，以去除可能存在的微粒，为色谱分析做好准备。

四、色谱条件

1. 色谱柱类型与规格

(1) 实验中选用的色谱柱为 Agilent Technologies 公司的 DB-5MS 毛细管色谱柱，该柱属于非极性固定液色谱柱，适用于分离非极性和中等极性化合物。DB-5MS 柱的规格为 30 米长，内径 0.25 毫米，膜厚 0.25 微米，具有高柱效和良好的重现性，适合进行复杂样品的分离。

(2) 考虑到样品中可能含有极性化合物，实验中同时使用了一根极性色谱柱，即 Agilent

Technologies 公司的 DB-WAX 毛细管色谱柱。DB-WAX 柱的规格为 30 米长，内径 0.25 毫米，膜厚 0.25 微米，适用于分离极性和中等极性化合物。这种组合色谱柱的使用能够提高复杂样品中各类化合物的分离效率。

(3) 为了满足不同实验需求，色谱柱的柱温程序设置也非常关键。DB-5MS 和 DB-WAX 色谱柱的初始柱温通常设定为 40° C，然后以每分钟 10° C 的速度升至 250° C，最后以 5° C/分钟的速率保持至 280° C。这种柱温程序能够确保在分析过程中各组分得到有效分离，同时避免非目标峰的干扰。根据样品的具体性质，柱温程序可能需要进一步优化。

2. 流动相组成

(1) 流动相的组成对气相色谱分离效果至关重要。在本次实验中，流动相主要由两种有机溶剂组成，分别是甲醇和正己烷。甲醇作为极性溶剂，能够与样品中的极性组分相互作用，促进其在色谱柱上的分离。正己烷作为非极性溶剂，与甲醇混合后能够形成一种选择性较好的流动相体系。

(2) 根据样品的化学性质和实验要求，流动相的比例需要经过优化。通常情况下，甲醇与正己烷的体积比设置为 60:40，这样的比例能够确保在色谱分析过程中，样品中的非极性组分和极性组分均能得到较好的分离效果。流动相的 pH 值控制在中性范围，以避免对样品和色谱柱的潜在影响。

(3)

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。

如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/238003003111007012>