



中心实验室仪器使用心得专栏----气质联用仪GC-MS之定量篇

第1期，2022年8月

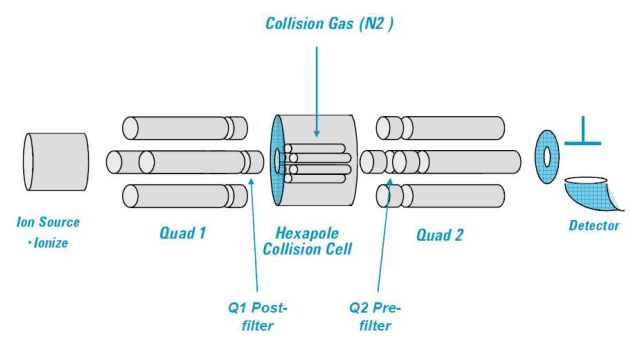


气相色谱-三重四级杆串联质谱仪

仪器型号: Agilent 7000D GC/MS Triple Quad

主要附件: 固、液、气体CTC自动进样器

主要应用: 对液体或气体中组成成分进行定性或定量的分析仪器，相较于普通单杆，三重四级杆可以使用多反应离子检测模式根据母离子和子离子及出峰时间对物质进行定量检测。



通过什么来实现精准定量



-----投稿人: 朱航鑫

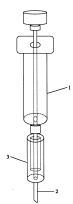


定性? 定量?

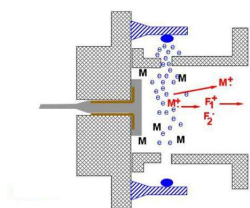
What's the difference

普通单杆: MS/SIM

SIM: 即只扫一个离子。对于已知的化合物, 为了提高某个离子的灵敏度, 并排除其它离子的干扰



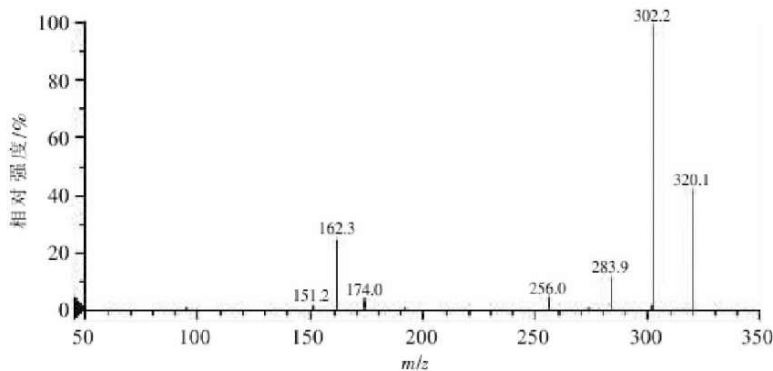
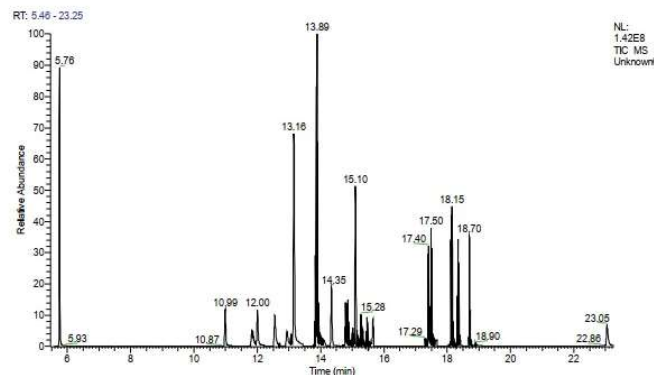
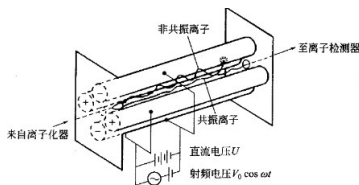
进样



离子化



检测器



定性分析和定量分析

定性: 在气相色谱质谱中, 若要使用质谱对物质进行定性分析, 通过NIST谱库进行比对, 或是通过计算保留指数确认。

定量: 通过将对应物质的离子峰与标准曲线比对后计算浓度。

-----投稿人: 朱航鑫

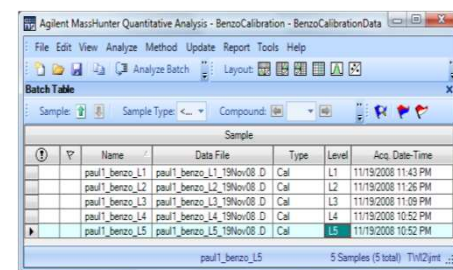
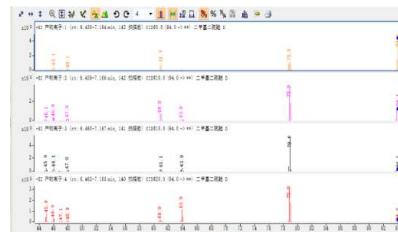
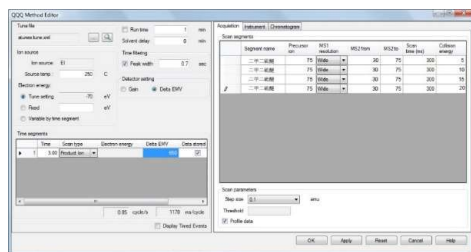
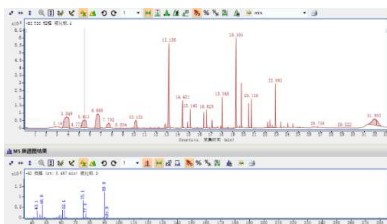


一般步骤---Accurate quantitative

三重四级杆：MS/SIM/MRM

由两个四极杆质量分析器组成的串联质谱仪，它们之间有一个（非质量分辨）射频-只有四极杆，充当碰撞-诱导解离（CID）的碰撞池，裂解选定的前体/母离子，并产生碎片/子离子。

| 物质 | 保留时间/min | 母离子m/z | 子离子m/z | 碰撞能量eV | 定量限 |
|--------|----------|--------|--------|--------|-----------------|
| 二甲基二硫醚 | 5.413 | 94 | 75 | 15 | 0.005 μ g/L |



通过全扫得到物质对应的碎片离子峰 90,75

使用不同的碰撞能量对母离子 (94,75) 进行优化
5/10/15/20/

选择最优离子碰撞能15eV

定量分析

-----投稿人：朱航鑫



Sample injection tips

| 进样方式 | 样品处理方法 | 注意事项 |
|------|---|---|
| 液体 | 液体进样是常用的进样方式。富集浓缩后，液体进样。萃取方式例如液液萃取，固相萃取。香气物质一般通过二氯甲烷溶剂进行萃取，反复萃取数次之后，加入无水硫酸钠，或者在-20℃冰箱中除水后可进样。 | ①液体样品需经处理方可进样，以减少水对色谱柱的破坏 ②进样前需使用洗针溶剂多次洗针后，否则会出现杂峰 |
| 萃取头 | 顶空固相微萃取(HS-SPME)和直接固相微萃取(DI-SPME)。顶空固相微萃取一般吸附空气中的风味物质，在样品上方进行富集，而直接固相微萃用于检测液体样品中污染物的情况较多。 | ①确保顶空进样瓶的隔垫厚度适中，以避免萃取头损坏 ②长期不用（半年），需要在载气保护下老化半小时 |

-----投稿人：朱航鑫



Quantitative analysis tips

归一化

归一化是最常用的定量方式，即将样品中所有组分的含量之和定为100%，根据峰面积或峰高计算其中某一组分百分比，据此可得到样品主成分。向样品中加入内标后，可以利用校正因子，进行定量分析。

外标

外标法是在升温程序，分流比，进样体积不变的条件下，使用不同含量的标准品进行分析，建立峰面积与标准品的关系，将样品带入计算。

内标

内标法是在外标标准曲线基础上，向其中加入浓度一定的内标，在最后，建立外标峰面积/内标峰面积与浓度的关系，用以排除进样误差，以及萃取过程中的干扰

内标选择

- 内标物应是该试样中不存在的纯物质。
- 它必须完全溶于被测样品（或溶剂）中，且不与被测样品起化学反应；并与试样中各组分的色谱峰能完全分离。
- 能加入内标物的量应接近于被测组分。
- 色谱峰的位置应与被测组分的色谱峰的位置相近，或在几个被测组分色谱峰中间。且又不共溢出，目的是为了仪器的不稳定性所造成的灵敏度的差异。

-----投稿人：朱航鑫



Quantitative analysis tips



Liquid

对于液体样品的定量，其操作与比色法的定量类似，液体进样体积一般控制在1 μ L左右，需要设置分流比。



SPME

SPME的定量与液体定量略有不同，由于不同的基质会干扰定量结果（**萃取头竞争性吸附**），所以需要建立一个与待测样品相似的基质；以葡萄酒为例，需要建立一个与葡萄酒类似的基质后，再向其中加入外标和内标进行定量。

-----投稿人：朱航鑫