東海大學

Exp. 17 實驗報告

Tunghai University

系級： 姓名

以固相萃取法結合氣相層析質譜儀分析揮發性香味之化學成份

組別 學號

日期 107.5.17

• 質譜（mass spectrometry，縮寫：MS）

→ 是一种电離化学物質並根據其荷質比（質量－电荷比）对其進行排序的分析技術。簡單來說，質譜測量樣品內的質量。質譜法被用於許多不同的領域，並被用於純樣品和複雜混合物。

→ 質譜是離子信號作為質荷比的函數的曲線圖。被用於確定樣品的元素或同位素，單質粒子或分子的質量，並闡明分子的化學結構，如胺基和其它化合物。

→ 在典型的質譜法中，可以是固体、液体或氣体的樣品被电離，例如用电子轟擊它。這可能導致樣品的分子破碎成帶电的碎片。然後，這些離子根據荷質比被分離，通常通过加速它們并使其經电場或磁場：相同質荷比的離子將經历相同的偏轉。離子通过能夠探測帶电粒子的机制被探測到，例如一个电子倍增管。

按电離方式区分：	按質量分析方式区分：
• 电子碰撞質譜	• 靜电磁扇型質譜
• 化学电離質譜	• 四極式質譜
• 光电離質譜	• 飛行時間質譜
	• 離子阱質譜
	• 傅立葉转换質譜

→ 应用：

質譜分析法具有定性和定量的用途。這些包括鑑定未知的化合物以確定在一个分子元素的同位素組成，和通过观察其碎片來確定化合物的結構。其它用途包括量化样品中化合物的量或研究氣相離子化学的基本原理。

東海大學
Exp. 實驗報告
Tunghai University

系級　　姓名

組別　　學號

日期

目的：學習樣品前處理、樣品分離到化合物鑑定整完整的分析步驟，並瞭解固相微萃取技術與氣相層析質譜儀的原理及操作技巧。

原理：(一) 質譜儀：包含有入口系統 (inlet)、離子化室 (Ion source)，質量分析器 (mass analyzer)、偵測器 (detector)。

(二) 固相微萃取法：具有高靈敏度、再現性佳、不需溶劑，裝置簡單、操作方便、樣品用量少；也能結合萃取、濃縮、樣品注入於單一步驟。可分為 ① 直接萃取 ② 頂空萃取 ③ 薄膜萃取。

本實驗利用頂空萃取的方式，將待測物濃縮在纖維管後，連同整個注射針筒組合，直接注入氣相層析儀，注射口的高溫可將待測物由纖維管壁脫附出來，冷捕捉在毛細管柱前端，開始進行氣相層析分離，再以質譜儀確認待測物的化學成份或含量。

實驗步驟：(1) 秤取市售 0.4 g 口香糖或 0.2 mL 香水，放入 13 mL 樣品瓶中。
(2) 在室溫下，利用 SPME 裝置做頂空萃取 2 min。
(3) 將已萃取完的 SPME 纖維管，進行氣相層析 / 質譜儀分析。
(4) 氣相層析/質譜儀分析條件如下：
(a) SPEM 纖維管脫附時間：250°C，2分鐘。
(b) 注射方式：不分流注射 (splitless)
(c) 注射口玻璃襯管：內徑 0.75 mm。
(d) 注射口溫度：250°C
(e) 分離閥開啟時間：2 min
(f) 載流氣體流速：氦氣 0.7 ml/min
(g) 層析升溫程式：初溫 60°C，維持 2 min，以每分鐘 10°C 升溫，至 210°C
(h) 離子源：EI
(i) 四極式質量分析器：掃描 m/z 50~350
(j) 偵測器溫度：280°C
(k) 傳輸管溫度：280°C

東海大學
Exp. 實驗報告
Tunghai University

系級　　姓名

組別　　學號

日期

注意事項：

1. 使用 SPME 時，不用壓到底，免得 SPME 卡住壞掉。
2. 將樣品置入質譜時，也不要壓到底，以免 SPME 前端的針斷掉卡在 GC 中。

儀器設定:

毛細層析管：

Rtx® -5 MS，30 m 長 × 0.25 mm 內徑 × 0.25 μm 膜厚，固定相為 95% dimethyl- 5% diphenyl polysiloxane

SPME 纖維披覆靜相：polydimethylsiloxane (PDMS)，膜厚 7 μm

SPME 纖維管脫附時間： 250°C 1 min

注射方式：不分流注射 (splitless)

注射口玻璃襯管(liner)：內徑 0.75 mm

注射口溫度：250°C

分流閥開啟時間： 2 min

載流氣體： He(g)

載流氣體流速： 0.7 mL/min

層析升溫程式：

初溫 60°C，維持 2 min，以 10°C/min 升溫升至 210°C

離子源： 电子游離方式 (EI)

四極式質量分析器： 掃描 m/z = 50 ~ 350

偵測器溫度： 280°C

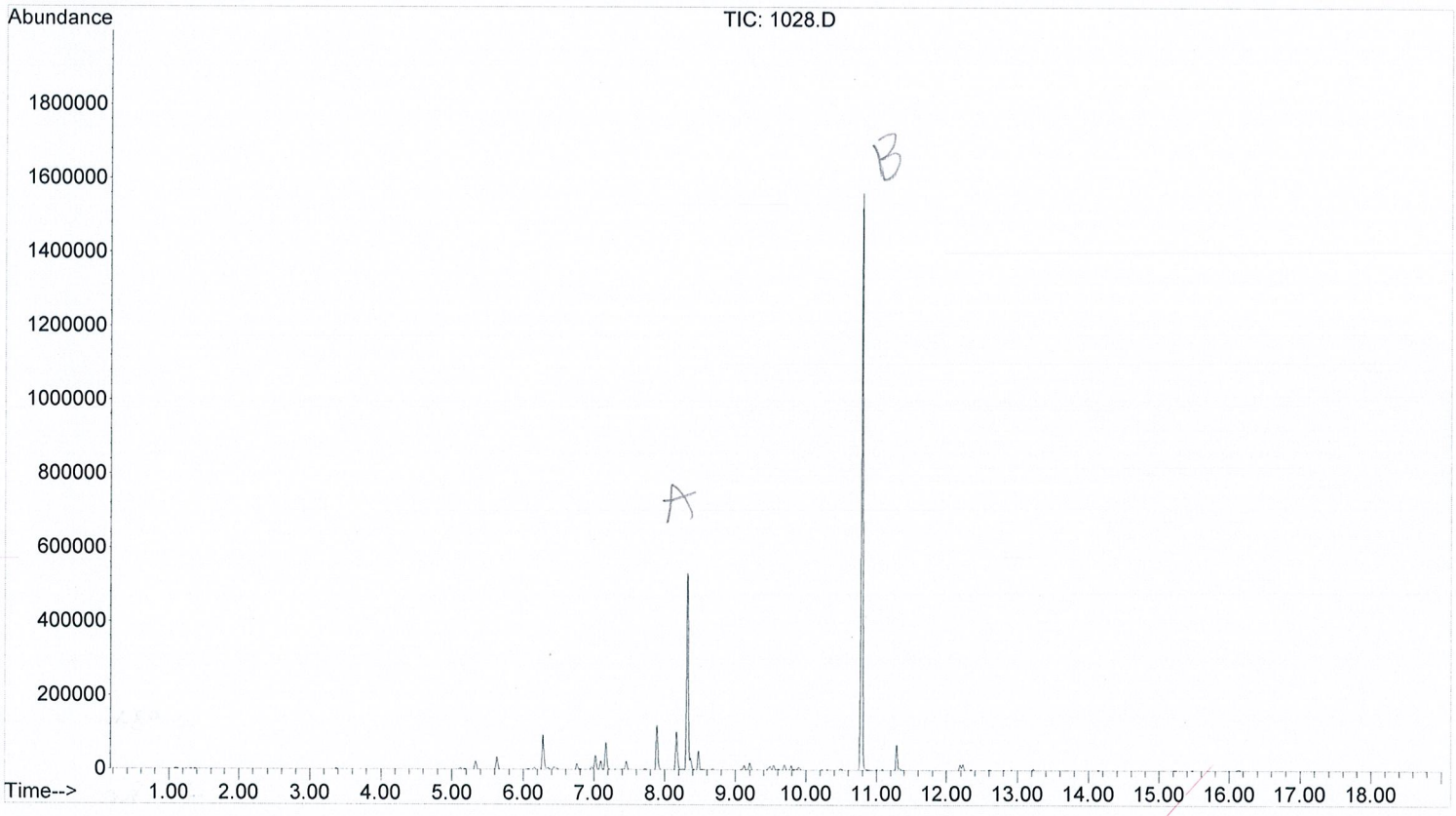
傳輸管溫度： 280°C

結果:

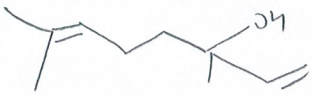
薰衣草精油 3,7-dimethyl-1,6-octadien-3-ol Linalyl butyrate

將實驗所得到的口香糖層析圖，分別利用 HP ChemStation 軟體中所含 NIST 資料庫，鑑定主要訊號為何種化合物。

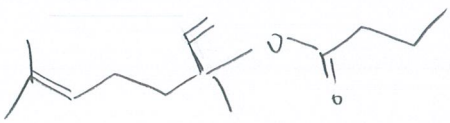
File : C:\MSDCHEM\1\DATA\1028.D
Operator :
Acquired : 4 May 2018 12:16 using AcqMethod EXP17
Instrument : Instrumen
Sample Name: 薰衣草精油
Misc Info :
Vial Number: 1



A : 3,7-dimetyl-1,6-octadien-3-ol

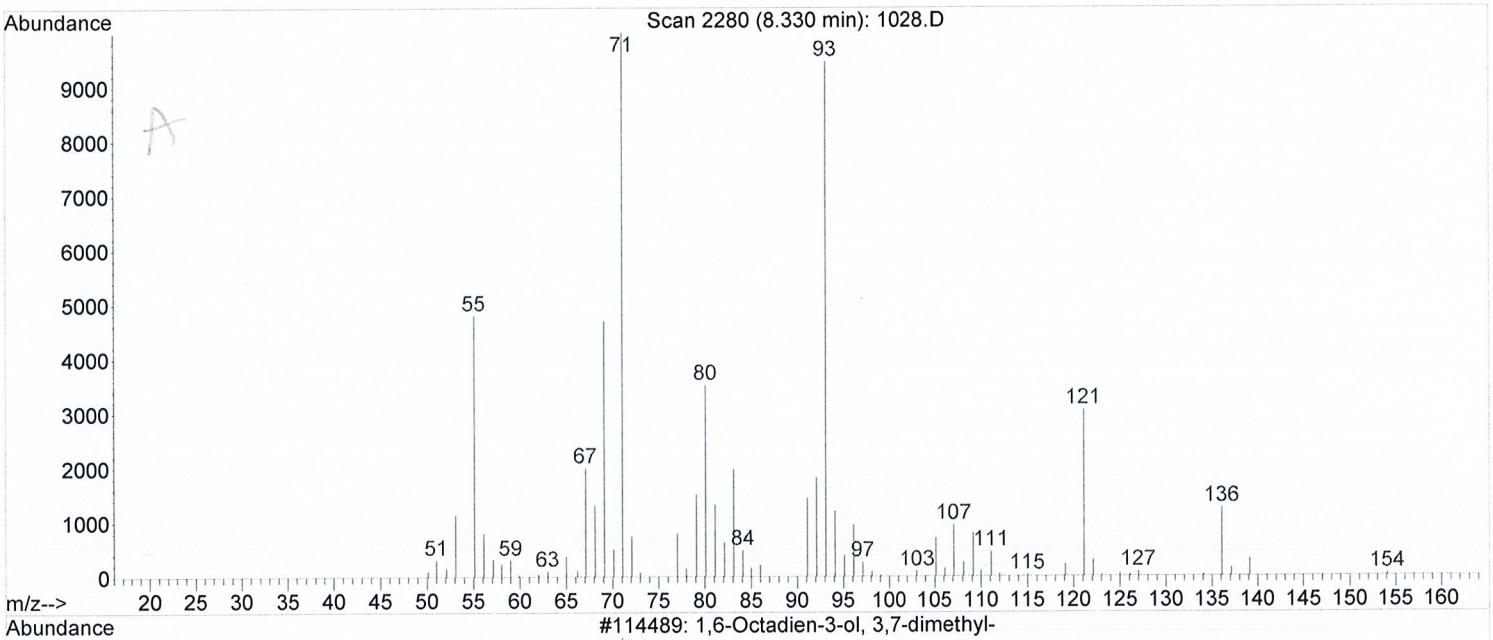


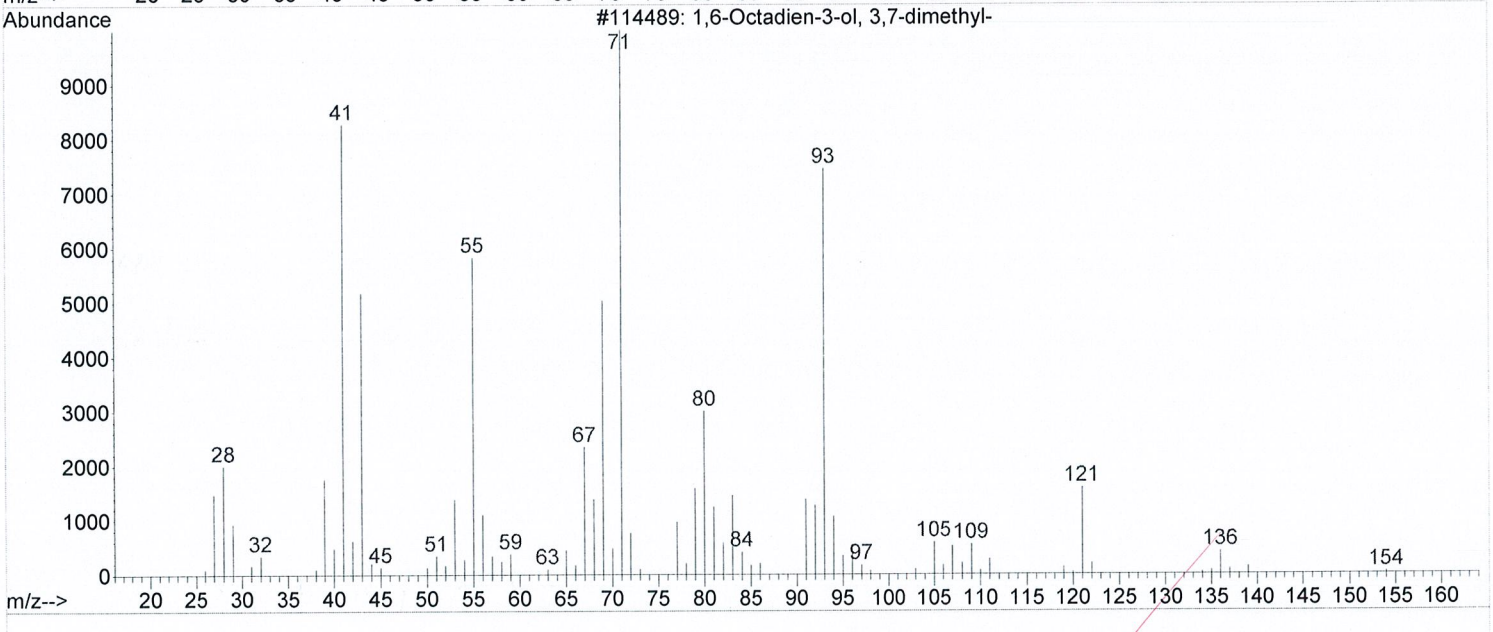
B = Linalyl butyrate

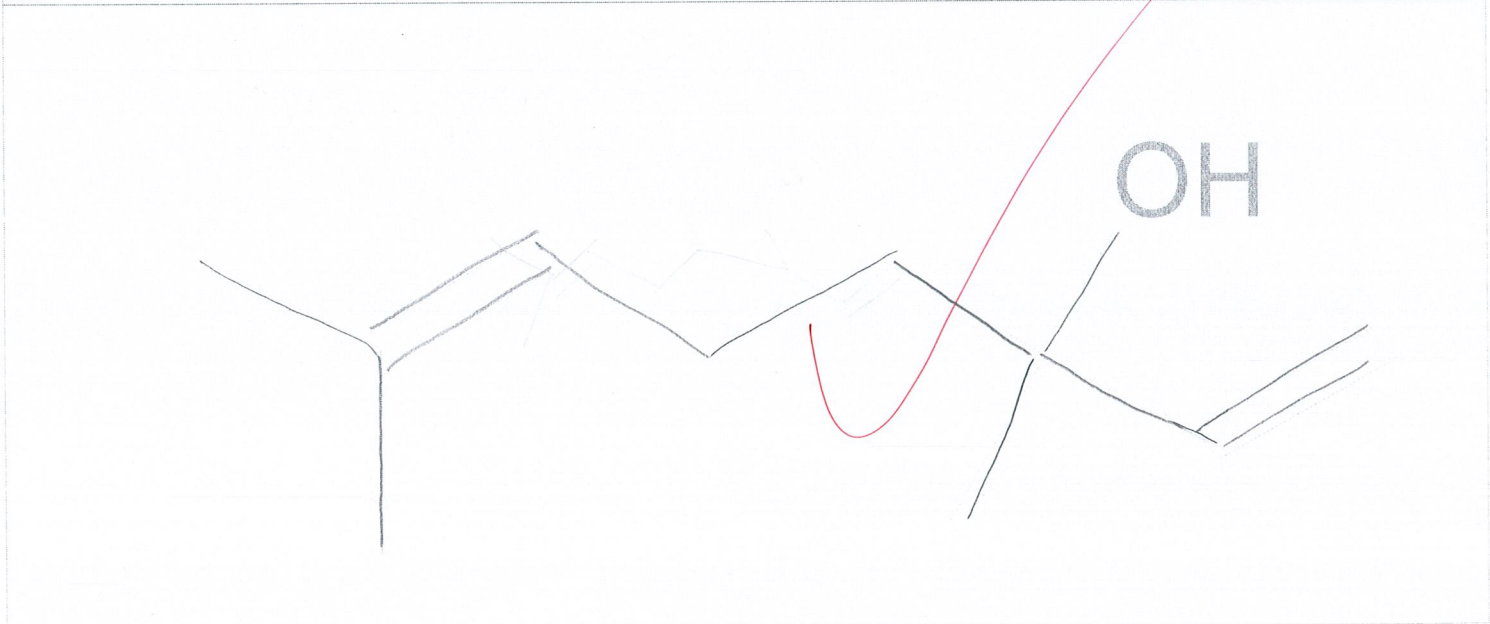


Library Searched : C:\DATABASE\NIST98.L
Quality : 94
ID : 1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimethyl-

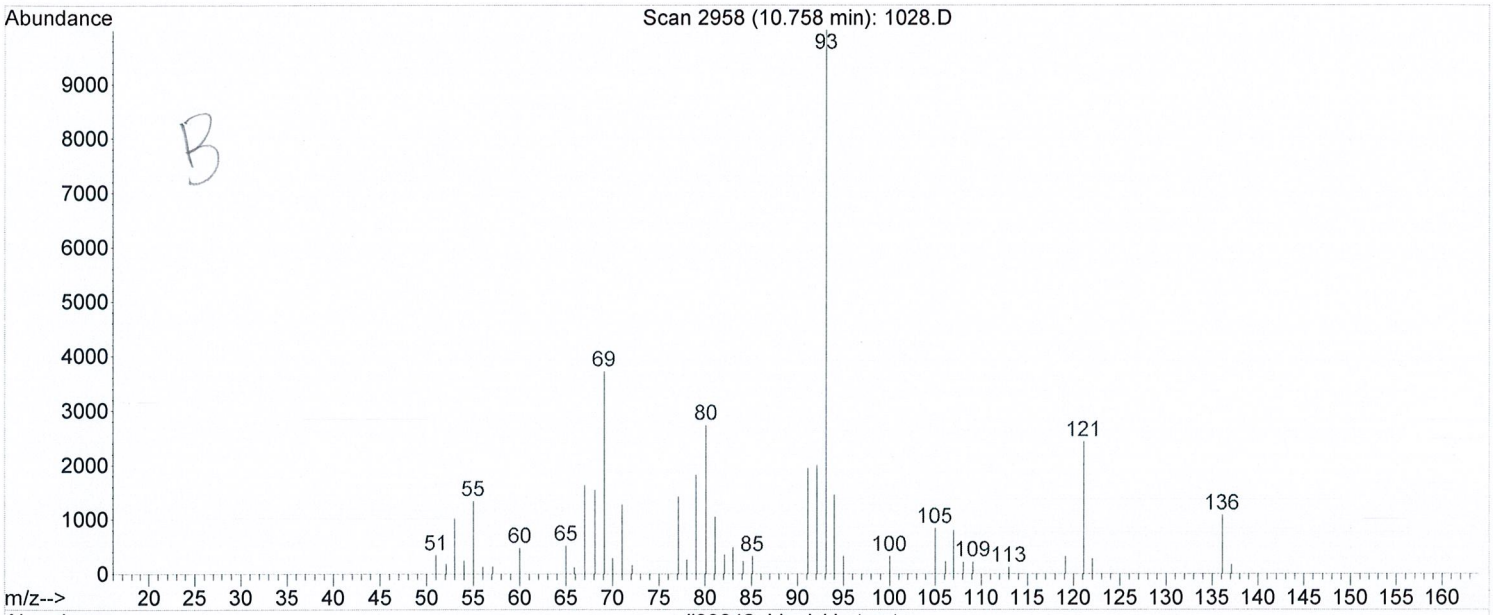
3,7-dimethyl-1,6-octadien-3-ol

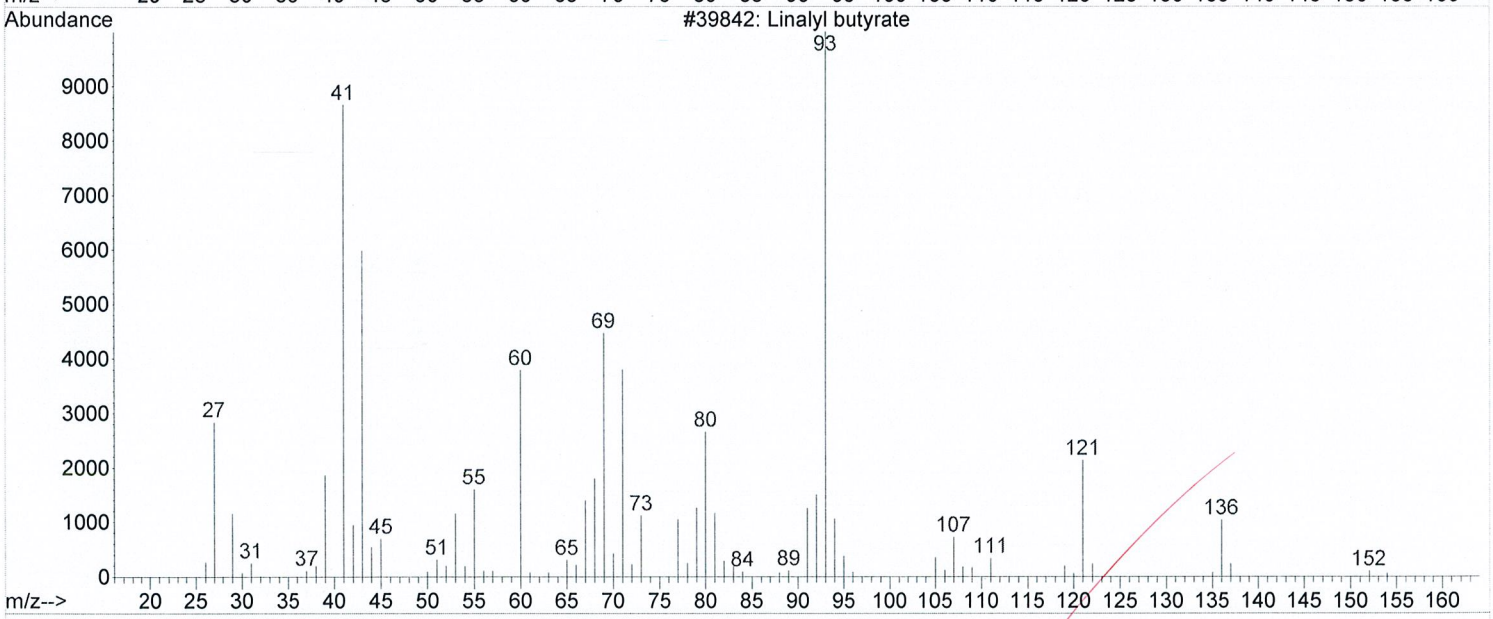


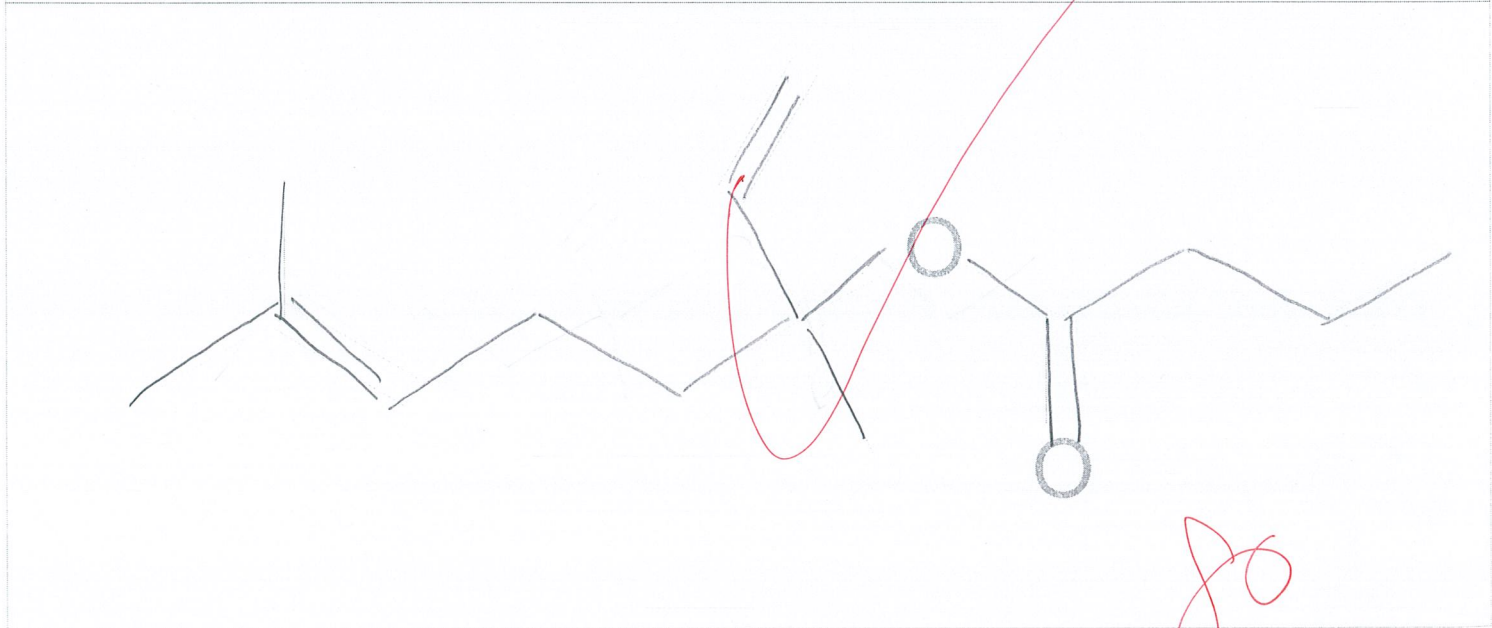




Library Searched : C:\DATABASE\NIST98.L
Quality : 90
ID : Linalyl butyrate







80