



2021年研究生仪器分析实验课程

# 液相色谱质谱仪器概况 及样品前处理

中心实验室



# 目录

CATALOG



液相色谱质谱概述



液相色谱质谱仪器概况



样品前处理注意事项



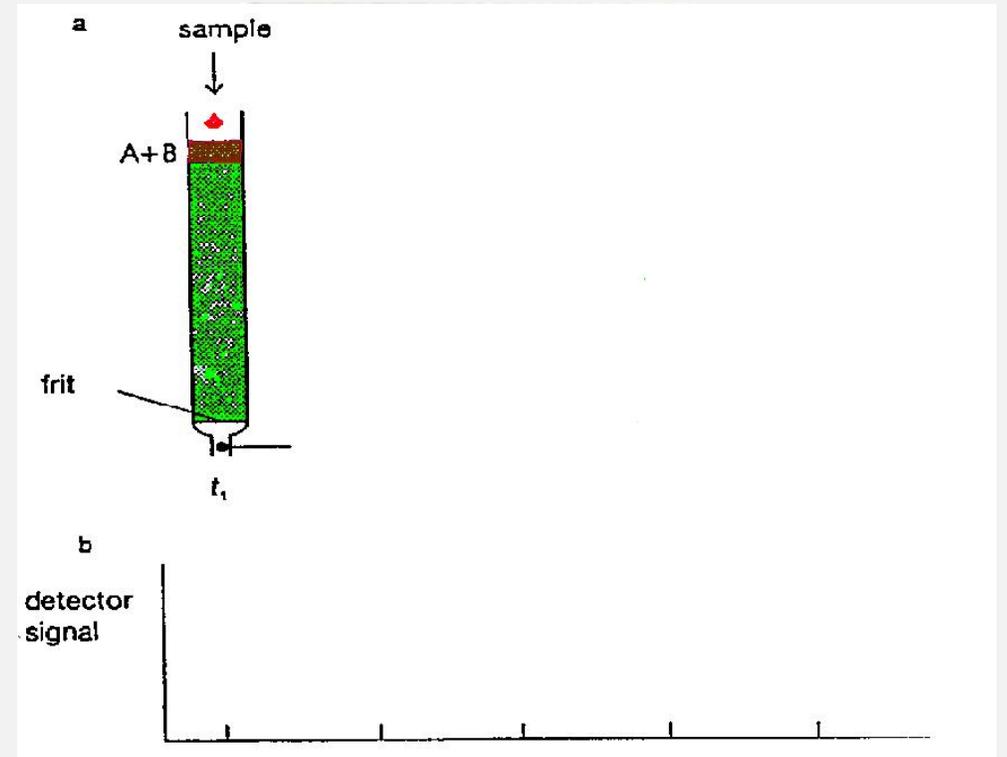
**色谱分析**是一种把混合物中多组分分离的实验技术。即利用物质的物理化学性质建立的分离分析方法。

**质谱分析**是通过对被测样品离子质荷比 ( $m/z$ ) 的测定来进行分析的一种方法。

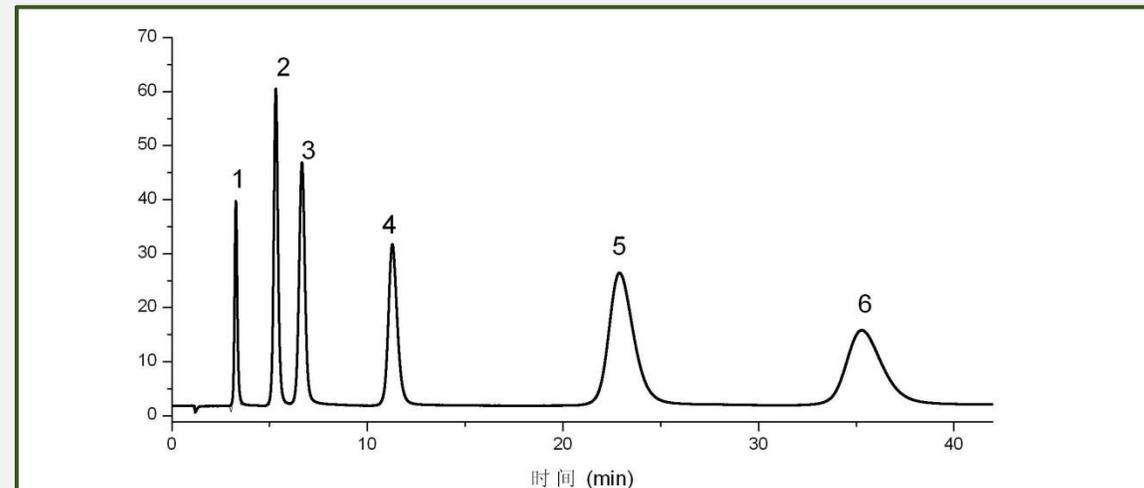
◆ **目的:** 实现已知化合物的定量分析或未知化合物的定性分析

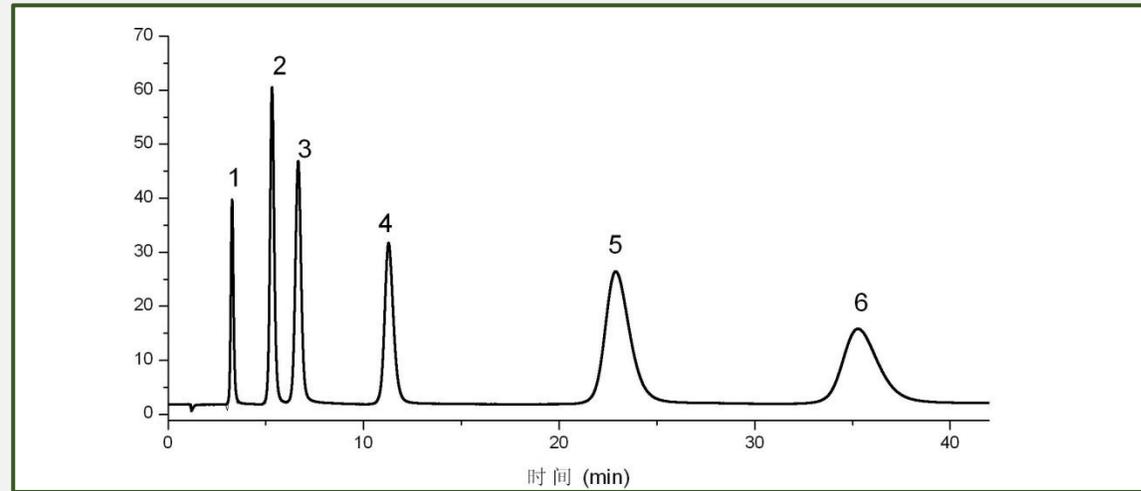
色谱法在1903年由俄国植物学家茨维特分离植物色素时首次采用。

将植物叶子的萃取物倒入填有碳酸钙的直立玻璃管内，加入石油醚使其自由流下，结果色素中各组分互相分离形成各种不同颜色的谱带，因此得名为色谱法。以后此法逐渐应用于无色物质的分离，“色谱”二字虽已失去原来含义，但仍被人们沿用至今。



- 填入不锈钢管内静止不动的一相称为**固定相**；自上而下运动的一相称为**流动相**；装有固定相的管子称为**色谱柱**。
- 当流动相中样品混合物经过固定相时，就会与固定相发生作用，由于各组分在**性质和结构上的差异**，与固定相**相互作用的类型、强弱也有差异**，因此在同一推动力的作用下，不同组分在固定相滞留时间长短不同，从而按先后不同的次序从固定相中流出。





- ① 样品中所含组分的最少个数
- ② 保留时间---定性分析
- ③ 色谱峰面积（或峰高）---定量分析
- ④ 色谱峰的保留值和区域宽度---评价色谱柱的分离效能
- ⑤ 根据相邻色谱峰之间的距离来选择合适的色谱分离条件

高效液相色谱仪的结构一般可分为4个主要部分：**高压输液系统**，**进样系统**，**分离系统**和**检测系统**。

其工作过程：首先高压泵将贮液器中流动相溶剂经过进样器送入色谱柱，然后从控制器的出口流出。当注入欲分离的样品时，流经进样器贮液器的流动相将样品同时带入色谱柱进行分离，然后依先后顺序进入检测器，记录仪将检测器送出的信号记录下来，由此得到液相色谱图。





## (1) 高压输液泵（流路系统）：

- ♥ 主要部件之一，压力： $150\sim 350 \times 10^5 \text{ Pa}$
- ♥ 具有压力平稳、脉冲小、流量稳定可调、耐腐蚀等特性。

由于高效液相色谱所用固定相颗粒极细，因此对流动相阻力很大，为使流动相比较快流动，必须配备有高压输液系统。它是高效液相色谱仪最重要的部件，一般由储液罐、高压输液泵、过滤器、压力脉动阻力器等组成，其中高压输液泵是核心部件。



## (2) 进样系统

高效液相色谱柱比气相色谱柱短得多（约5~30cm），所以柱外展宽（又称柱外效应）较突出。

柱外展宽是指色谱柱外的因素所引起的峰展宽，主要包括进样系统、连接管道及检测器中存在死体积。

柱外展宽可分柱前和柱后展宽。进样系统是引起柱前展宽的主要因素，因此高效液相色谱法中对进样技术要求较严。

## (3) 分离系统—色谱柱

色谱柱是液相色谱的心脏部件，它包括柱管与固定相两部分。柱管材料有玻璃、不锈钢、铝、铜及内衬光滑聚合材料的其他金属。玻璃管耐压有限，故金属管用得较多。一般色谱柱长5~30cm，内径为4~5mm，凝胶色谱柱内径3~12mm，制备柱内径较大，可达25mm以上。





## (4) 检测系统

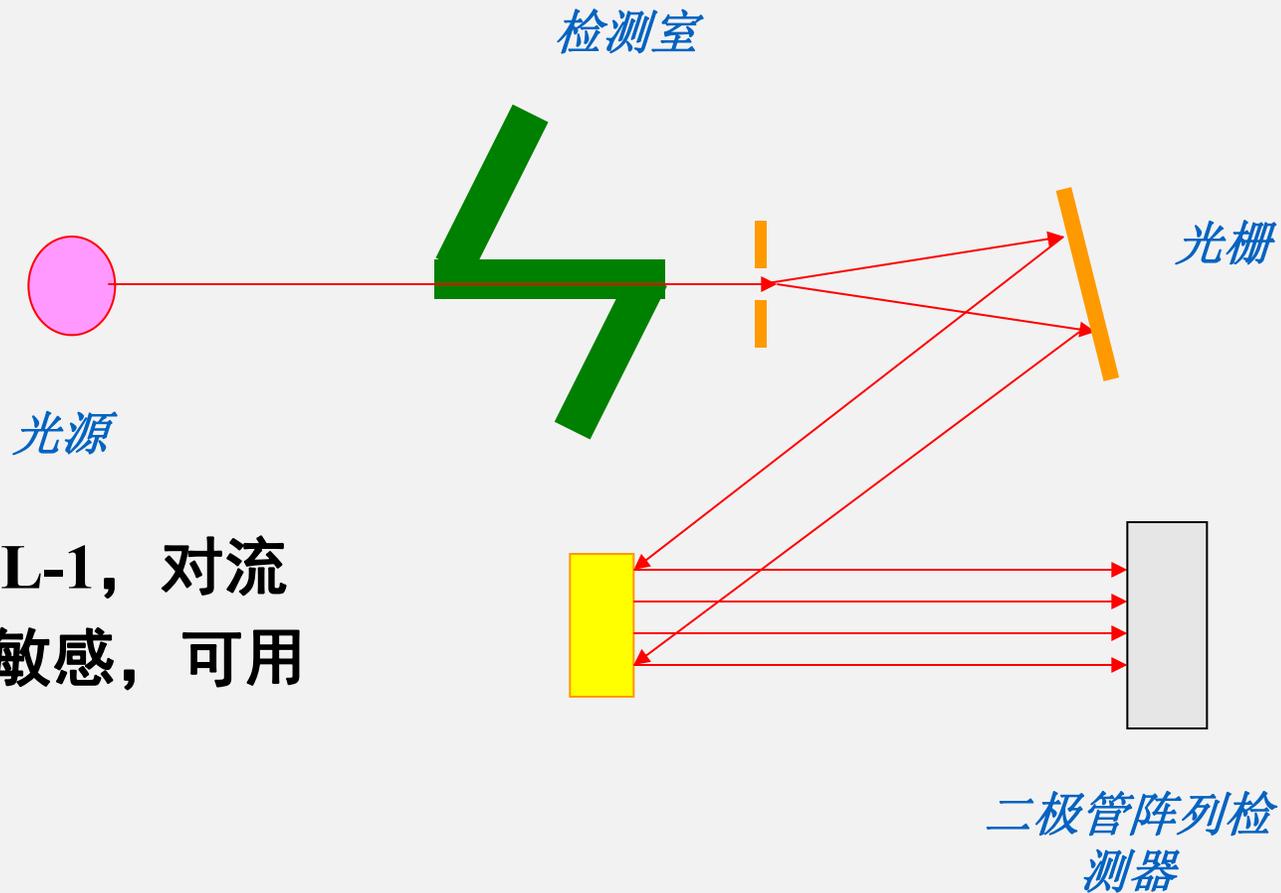
用来连续监测经色谱柱分离后的流出物的组成和含量变化的装置。

在液相色谱中，有两种基本类型的检测器。一类是溶质性检测器，它仅对被分离组分的物理或化学特性有响应，属于这类检测器的有紫外、荧光、电化学检测器等。

另一类是总体检测器，它对试样和洗脱液总的物理或化学性质有响应，属于这类检测器的有示差折光，电导检测器，质谱检测器等。



## ❖ 1. 紫外-可见检测器（或二极管阵列检测器）

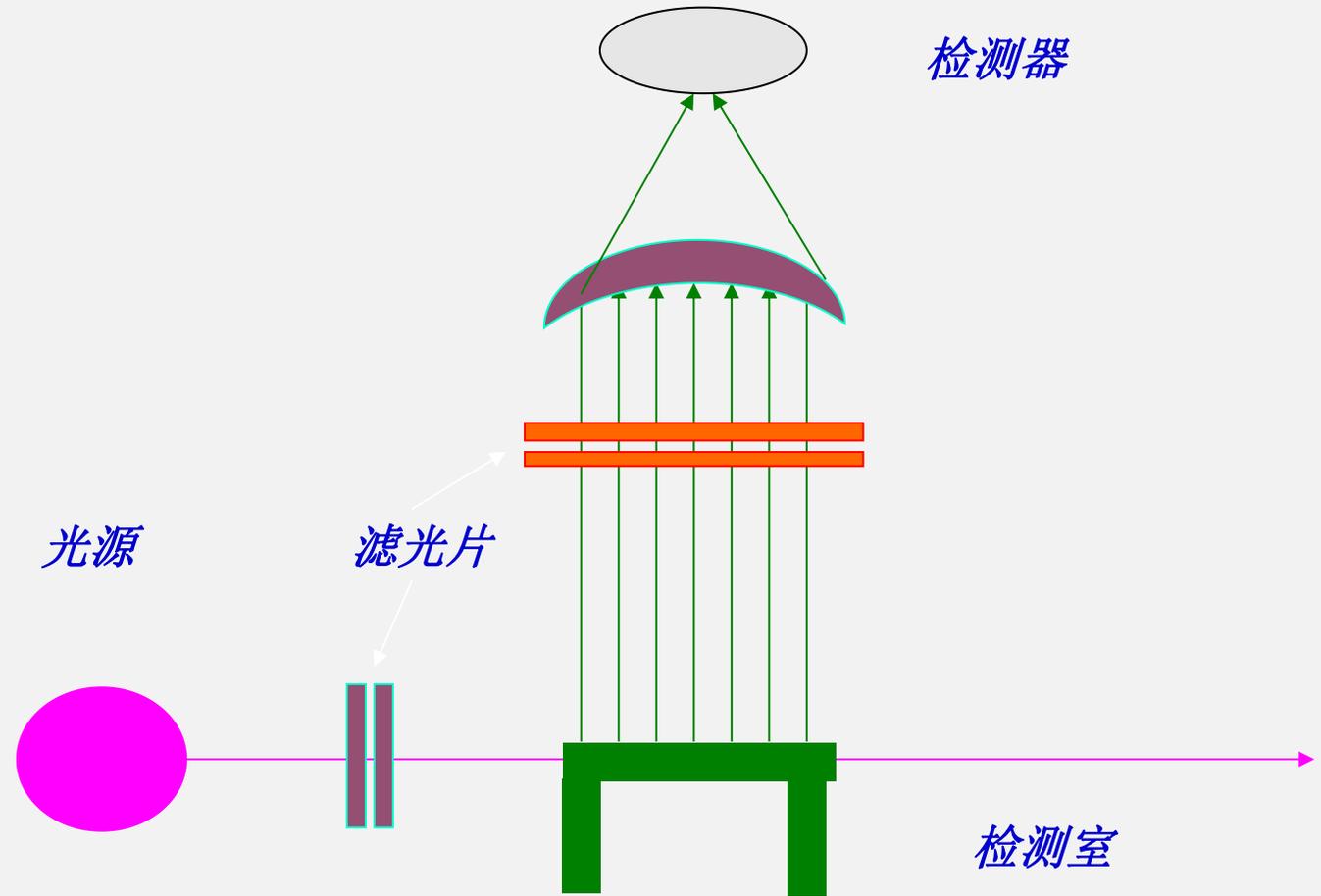


最小检测量 $10^{-9}\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，对流量和温度的波动不敏感，可用于梯度洗脱。

## ❖ 2. 荧光检测器

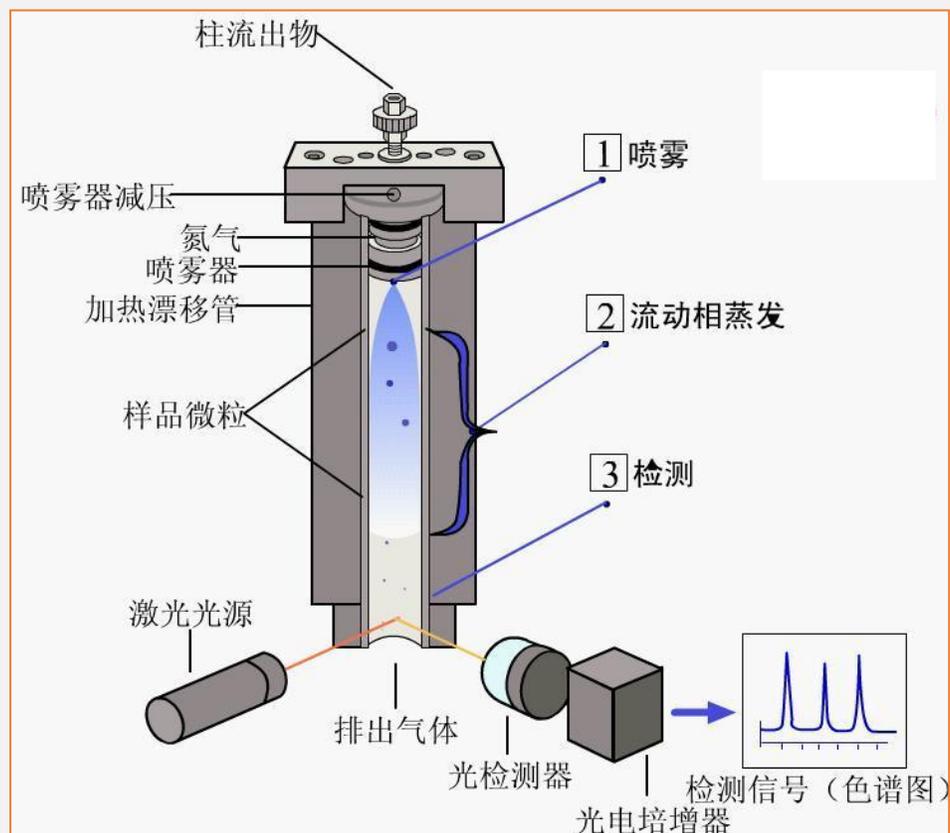
许多有机化合物，特别是芳香族化合物、被一定强度和波长的紫外光照射后，发射出较激发光波长要长的荧光。

特点：有非常高的灵敏度和良好的选择性，灵敏度要比紫外检测法高2~3个数量级，特别适合于药物和生物化学样品的分析。



荧光检测器结构示意图

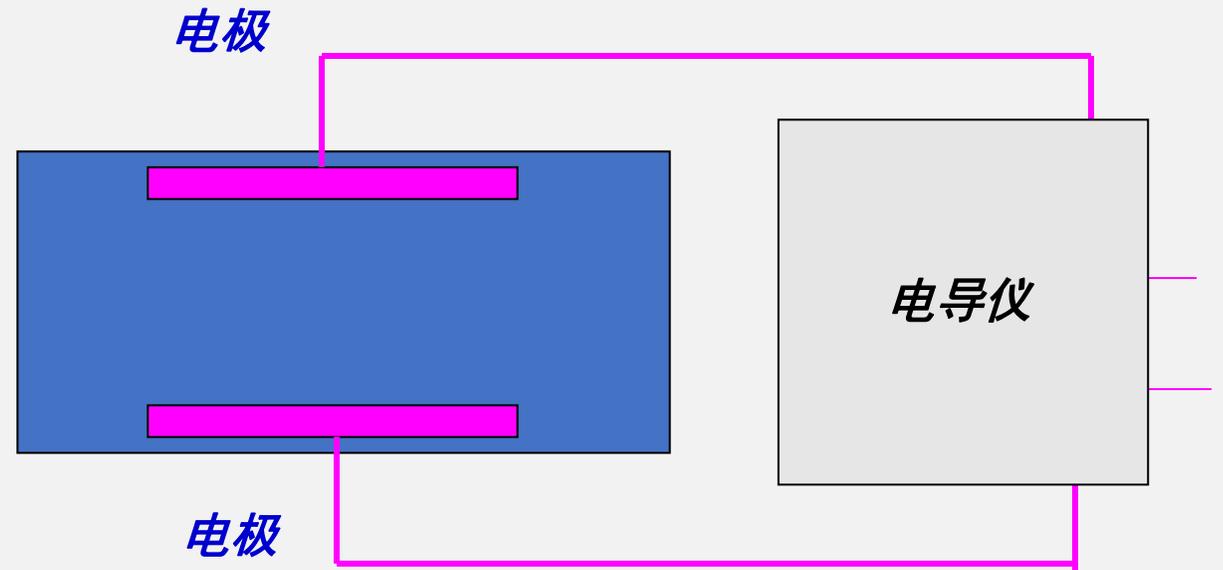
## ❖ 3. 蒸发光散射检测器



蒸发光散射检测器适合于无紫外吸收、无电活性和不发荧光的样品的检测。  
检测池不耐压。

## ❖ 4. 电化学检测器（以电导检测器为例）

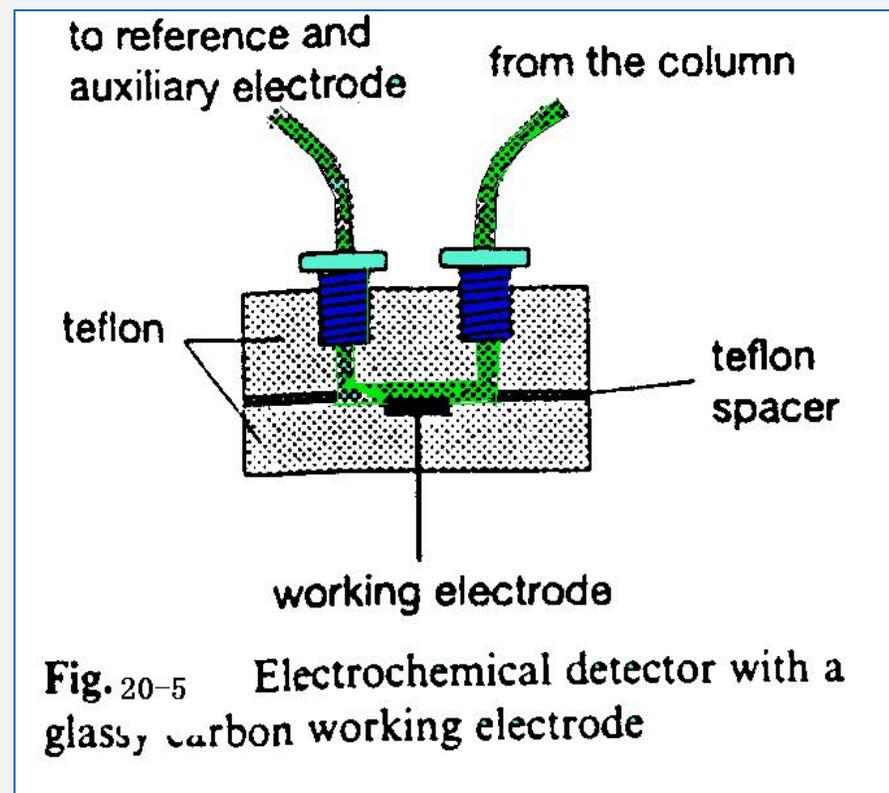
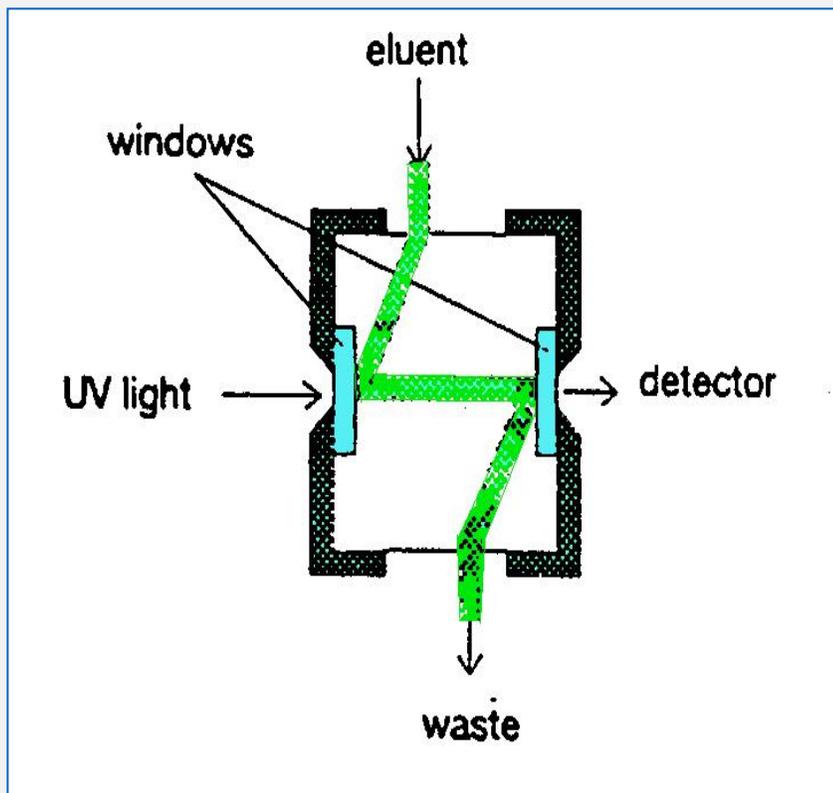
- 电导检测器(ECD)是一种选择性检测器，用于检测阳离子或阴离子，其在离子色谱中获得广泛应用。
- 由于电导率随温度变化，因此测量时要保持恒温。
- 不适用于梯度洗脱。





## ❖ 5. 示差折光检测器

几乎所有物质都有各自不同的折射率，因此差示折光检测器是一种通用型检测器。灵敏度可达  $10^{-7} \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 。主要缺点是对温度变化敏感，并且不能用于梯度淋洗。流通池不耐压。





## ❖ 6. 质谱检测器



## ◆液相色谱仪的应用范围

### 1、在生命科学领域的应用

氨基酸、多肽、蛋白质、核碱、核苷、核苷酸、核酸（RNA、DNA）等重要的生命物质，可以采用液相色谱仪纯化和分析测定。

### 2、药物分析

合成药物的纯化及质量控制，中草药有效成分的分离制备及纯度测定以及临床医学的药代动力学研究中的分离分析都采用液相色谱仪解决。据报道，除聚合物外，约80%的药物都能用液相色谱仪进行分离和纯化。特别是手性药物的分离分析，液相色谱仪已引起一个重要的分析方法。

### 3、食品分析中的应用包括：

- a.食品本身组成，特别是营养成分，如糖、有机酸、维生素、蛋白质、氨基酸、脂肪的分析。
- b.食品添加剂，如防腐剂、抗氧化剂、合成色素、甜味剂和保鲜化学物质的分析。
- c.食品污染物，如农药残留和黄曲霉素等的分析。

### 4、环境监测中的应用

用于分子量大，挥发性低、热稳定性差的有机污染物的分离和分析。如多环芳烃、酚类、多氯联苯、邻苯二甲酸酯类、联苯胺类，阴离子和非离子表面活性剂、有机农药等。

### 5、精细化工产品分析

对于一些具有较高分子量和较高沸点的有机化合物，如高碳数脂肪族或芳香族的醇、醛和酮、醚、酸、酯等化工原料，以及各种表面活性剂、药物、农药、染料等化工产品，均可液相色谱仪分析。

### 6、制备分离应用

在许多科学研究和生产领域，往往需要制备或提取一些高纯化合物，如新合成化合物的结构鉴定，药物的生物和毒理试验，以及某些特殊的标准化合物，制备色谱是一个重要的手段。

# 液相色谱质谱概述

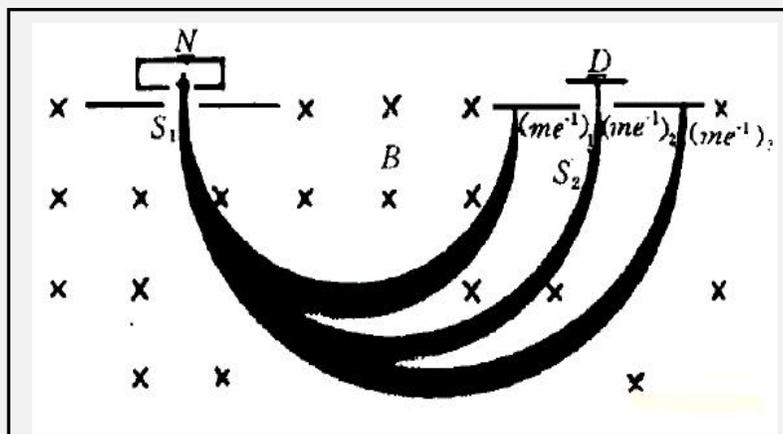


◆世界上第一台质谱仪于1911年由英国物理学家**Joseph John Thomson**研制成功，到20世纪20年代，质谱才逐渐成为一种分析手段，被化学家采用。

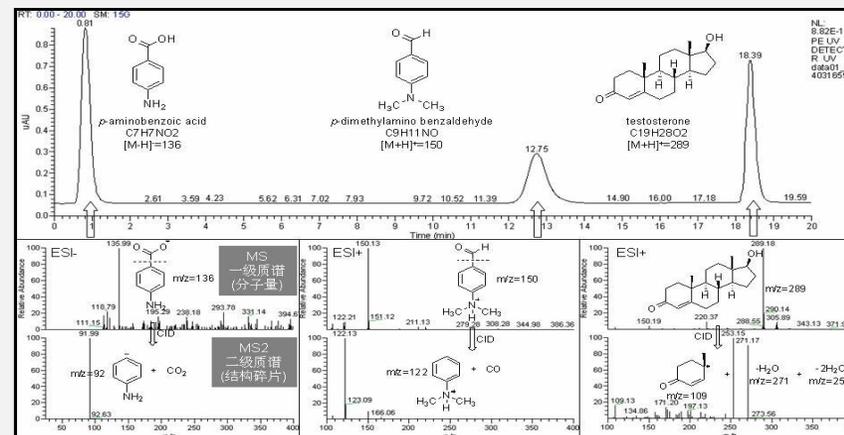
◆质谱分析的基本原理是使试样中各组分在离子源中发生电离，生成不同质荷比的带电荷的离子，经加速电场的的作用，形成离子束，进入质量分析器。在质量分析器中，再利用电场和磁场使发生相反的速度色散，将它们分别聚焦而得到质谱图。



$$eV = mv^2 / 2$$



质谱分析原理图



典型质谱图谱分析

**液质联用 (HPLC-MS)** 又叫液相色谱-质谱联用技术，它以液相色谱作为分离系统，质谱为检测系统。样品在质谱部分和流动相分离，被离子化后，经质谱的质量分析器将离子碎片按质量数分开，经检测器得到质谱图。



三重四级杆质谱



离子阱质谱



傅立叶变换离子回旋共振质谱仪

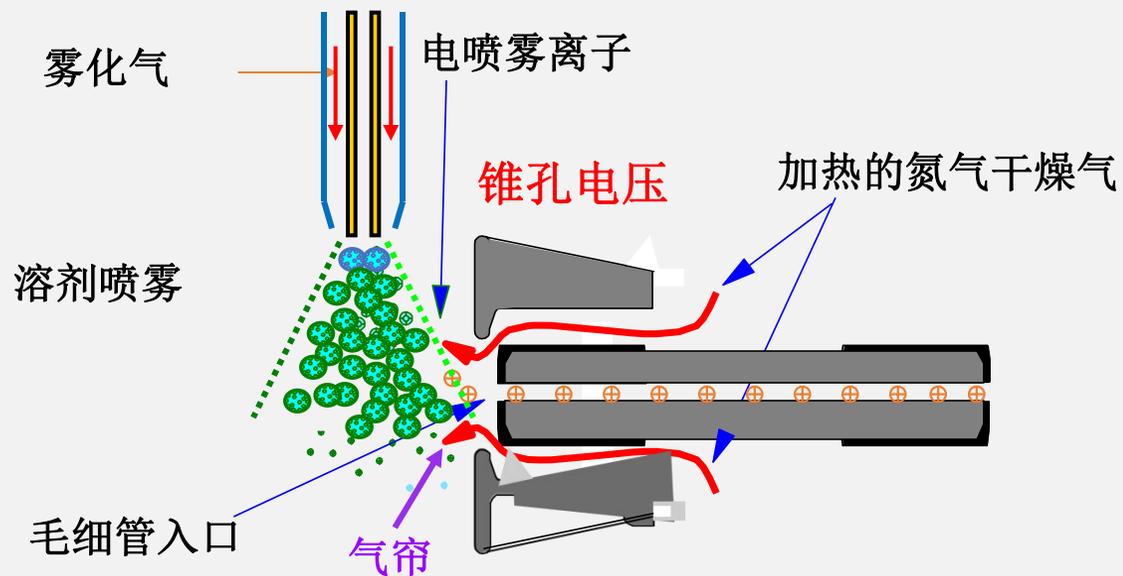


飞行时间质谱

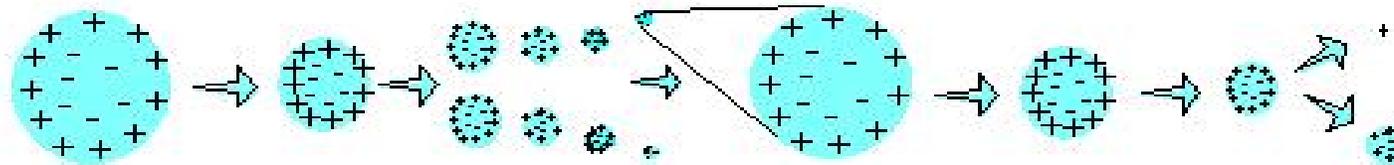
# 液相色谱质谱概述



雾化器组件  
nebulizer是同轴  
套管

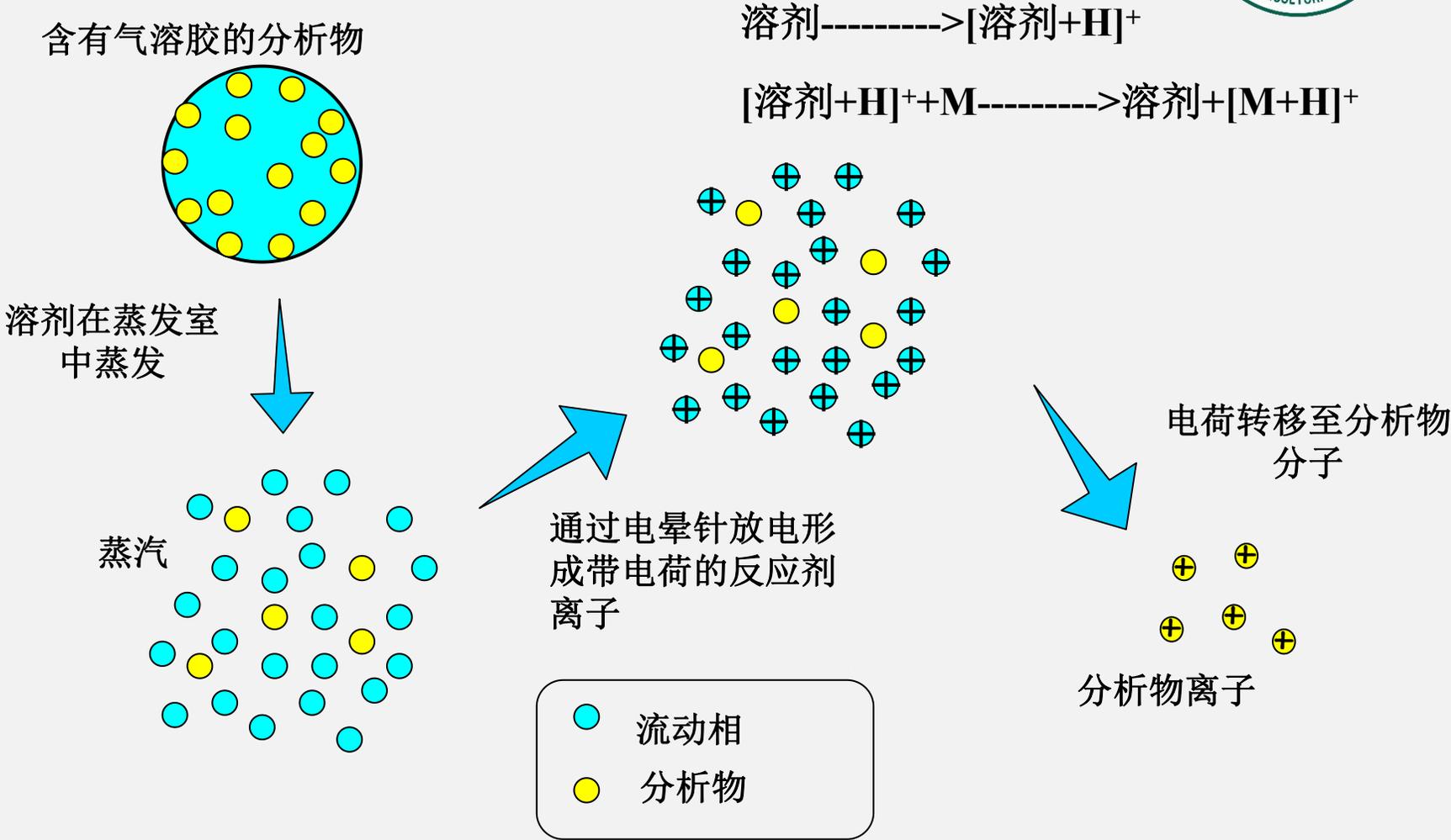
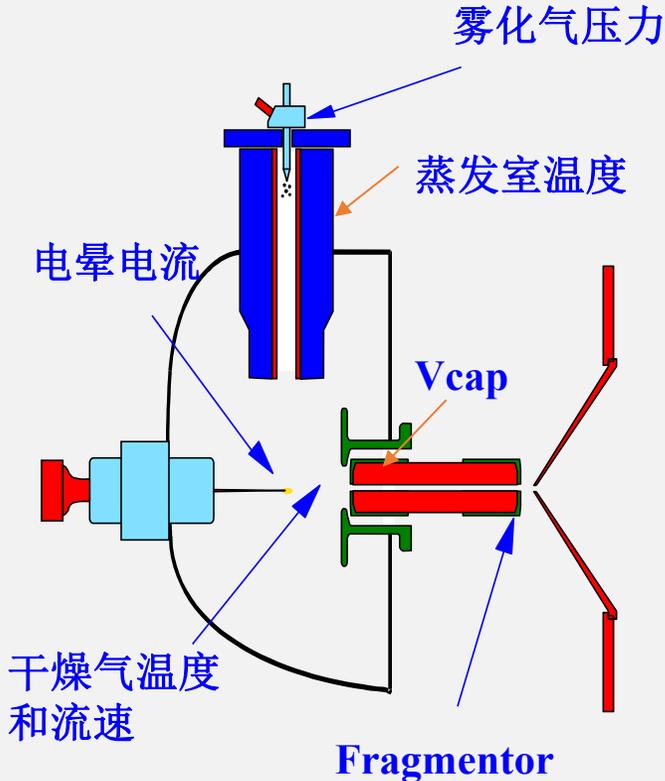


蒸发 → Rayleigh 极限 Coulomb 爆裂 蒸发 → 被分析离子

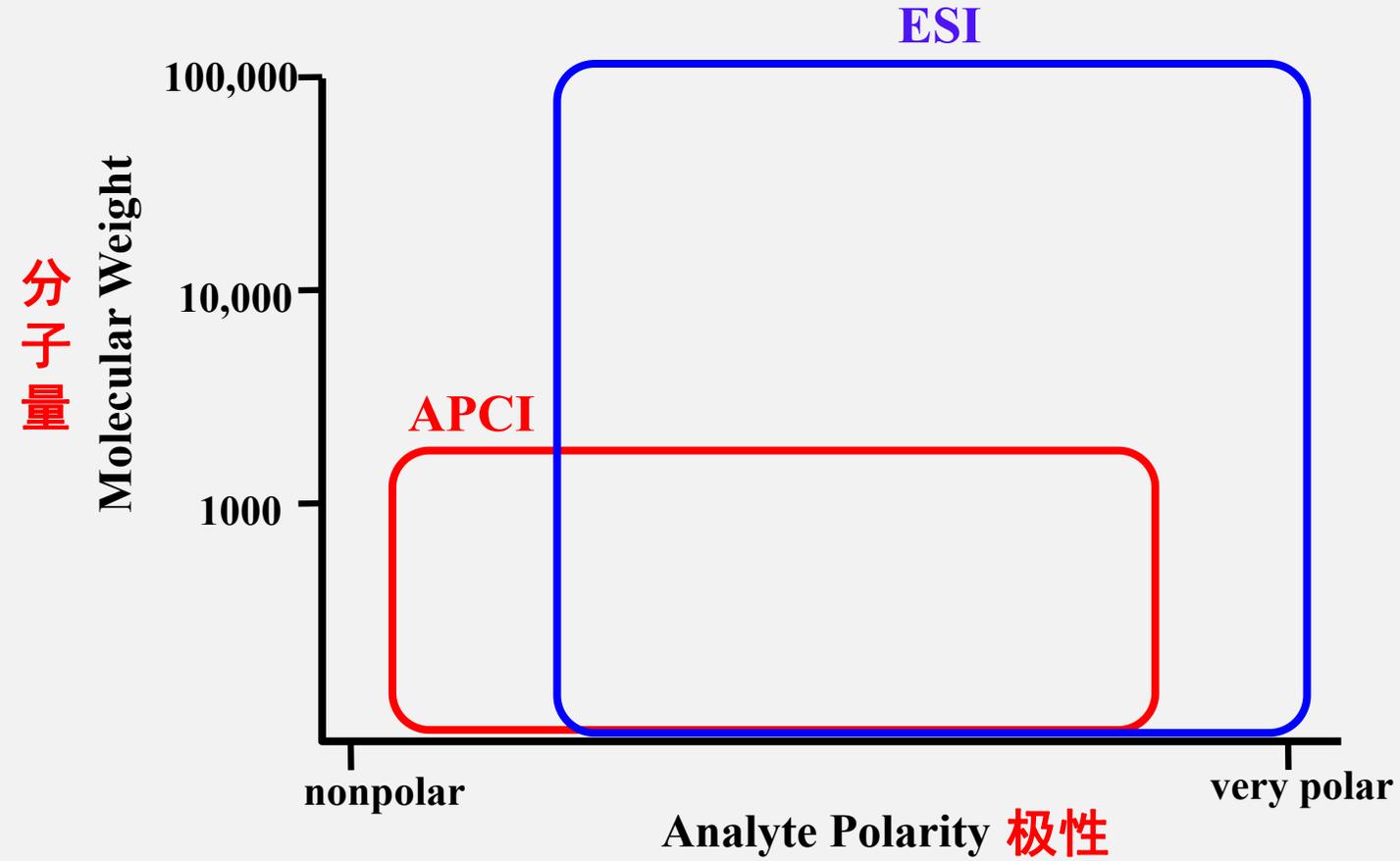


ESI源工作原理

# 液相色谱质谱概述



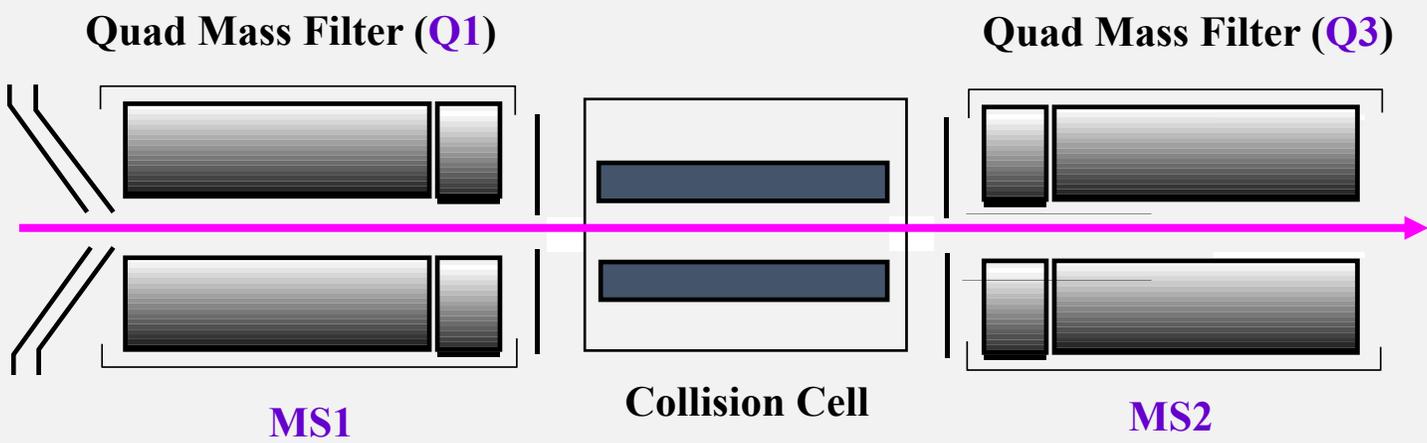
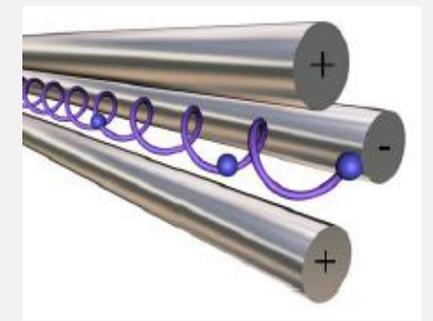
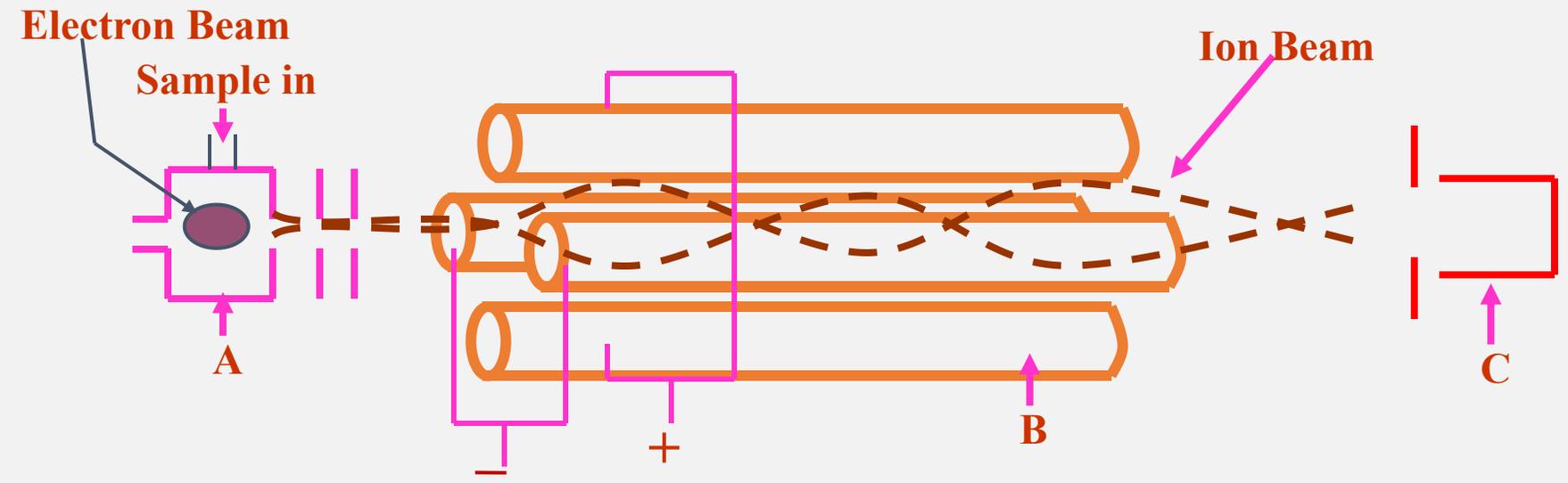
APCI源工作原理



离子源的适用范围



## 四极杆质量分析器 (QQQ)



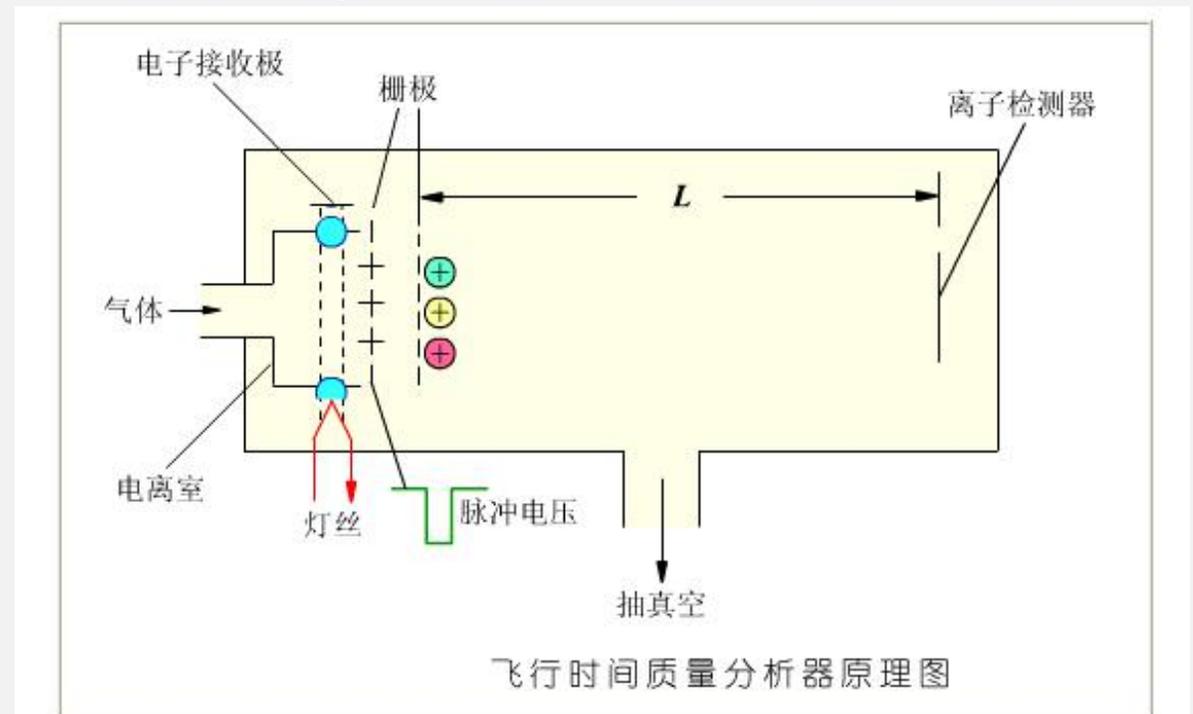
特点：四极杆质谱结构简单，价廉，体积小，易操作，扫描速度快

## 飞行时间质谱仪 ( Time of Flight MS, TOF )

TOF的核心部分是一个无场的离子漂移管；加速后的离子具有相同的动能

$$\frac{1}{2}mv^2 = zV \quad v = \left(\frac{2zV}{m}\right)^{1/2}$$

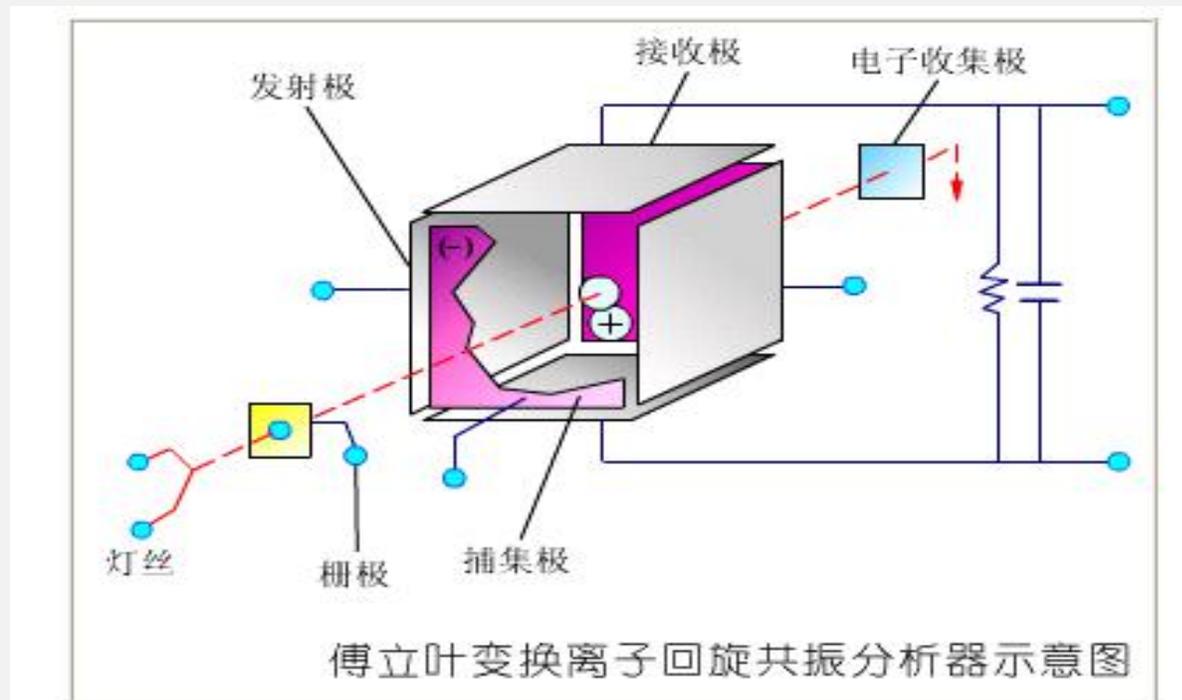
- ◆  $m/z$ 小的离子，漂移运动的速度快，最先通过漂移管；
- ◆  $m/z$ 大的离子，漂移运动的速度慢，最后通过漂移管。
- ◆ 适合于生物大分子，灵敏度高，扫描速度快，结构简单，分辨率随 $m/z$ 的增大而降低。



## 傅立叶变换离子回旋共振质谱仪

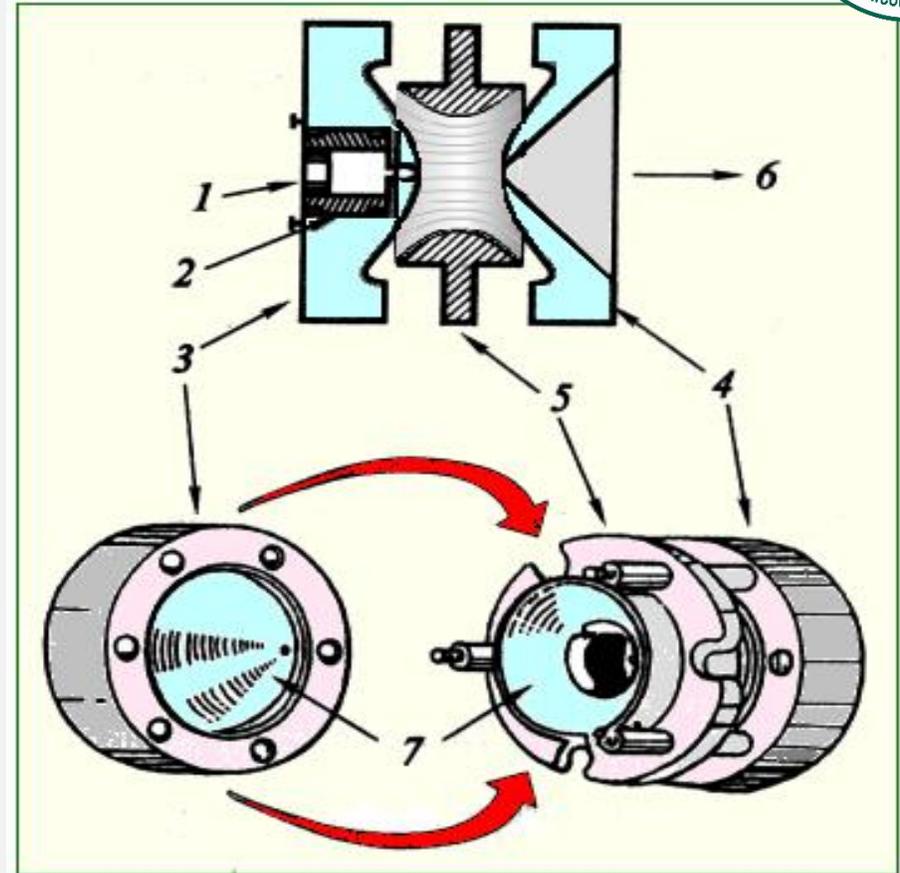
(Fourier Transform ion cyclotron resonance Mass Spectrometer, FTICR-MS)

FT-MS的核心为分析室，分析室由三对平行的极板构成。磁力线沿z轴方向，离子的回旋运动垂直于z轴，在与x轴方向垂直的两极板上施加激发射频，在与y轴方向垂直的两极板上检测信号。



## 离子阱质量分析器 (Ion trap)

- ◆ 离子阱由一对环形电极和两个呈双曲面形的端盖电极组成。
- ◆ 特定 $m/z$ 离子在阱内一定轨道上稳定旋转，改变端电极电压，不同 $m/z$ 离子飞出阱到达检测器。
- ◆ 离子阱质谱可以进行多级质谱分析，多用于物质结构鉴定。



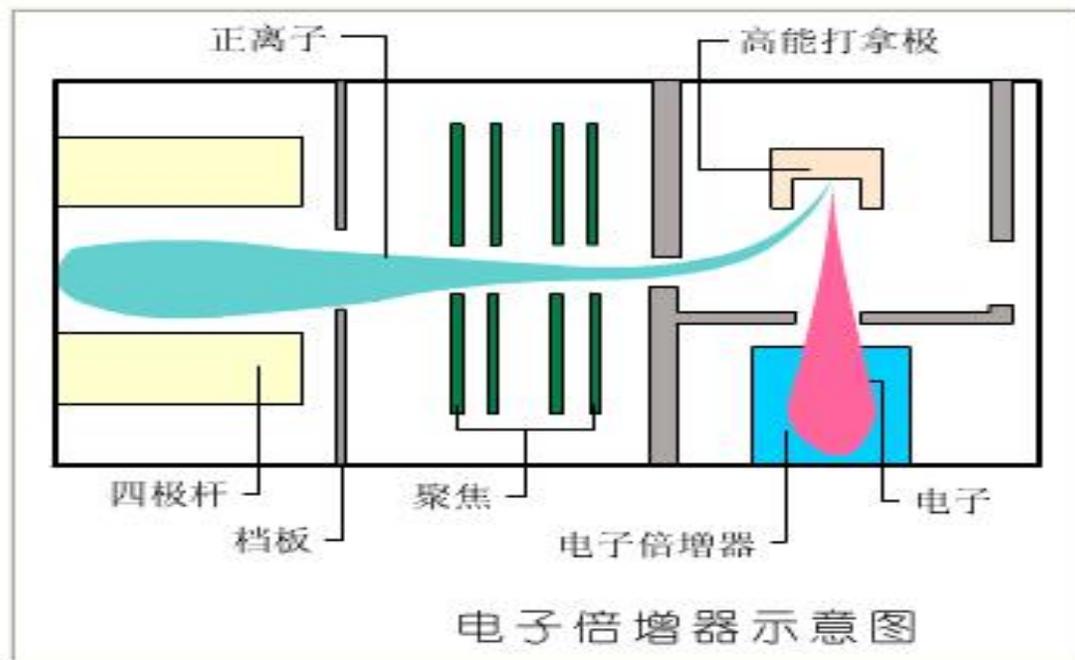
离子阱的结构示意图

1. 离子束注入 2. 离子闸门 3, 4. 端电极  
5. 环形电极 6. 至电子倍增器 7. 双曲线

## 检测器

质谱仪的检测主要使用**电子倍增器**，也有的使用**光电倍增管**。

由倍增器出来的电信号被送入计算机储存，这些信号经计算机处理后可以得到色谱图，质谱图及其它各种信息。



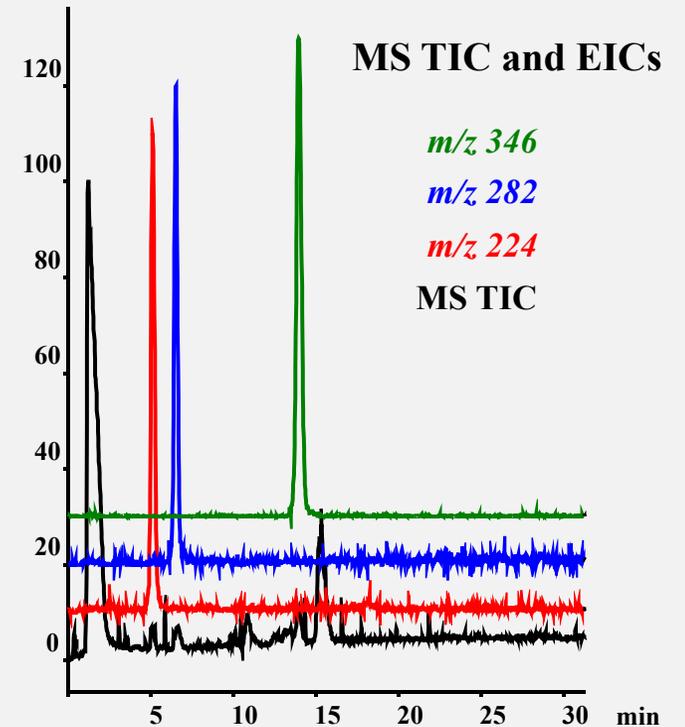
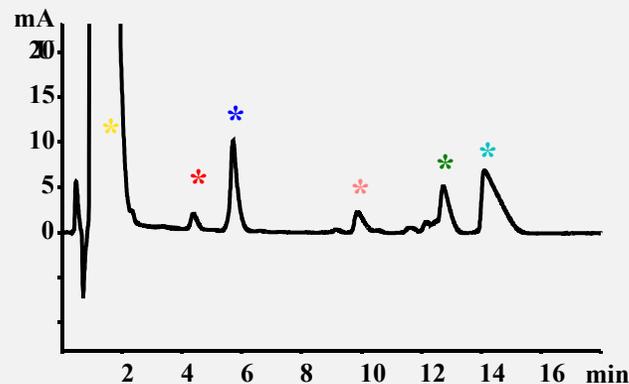
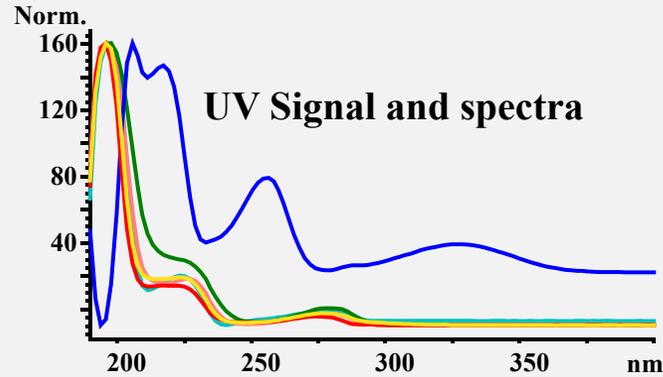
质量分析器分离并加以聚焦的离子束，按 $m/z$ 的大小依次通过狭缝，到达收集器，经接收放大后被记录。



液质联用实现了色谱和质谱优势的互补，将色谱对复杂样品的高分离能力，与MS具有高选择性、高灵敏度及能够提供相对分子质量与结构信息的优点结合起来，在药物分析、食品分析和环境分析等许多领域得到了广泛的应用。

## 舒喘宁 (Salbutamol) 降解产物分析

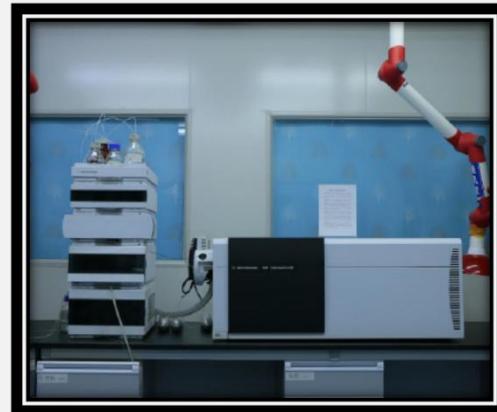
在药物降解中，降解产物可能保留了紫外发光基团，其紫外光谱图类似，所以无法通过紫外来对降解产物进行鉴定，而利用质谱则通过质谱图可以鉴定降解产物。



# 液相色谱质谱仪器概况



仪器名称	品牌	国别	型号	总价(万元)	负责人	联系方式
超高分辨液质联用仪	Thermo Fisher	美国	Orbitrap Fusion Lumos	893.0	周远明	科技楼1008 58957614
三重四级杆液质联用仪	Agilent	美国	1290/6460	236.6	王倩文	
高效液相色谱仪	Agilent	美国	Agilent 1100	68.3	周远明	
制备及分析型液相色谱仪	Waters	美国	Prep150	59.7	王倩文	



## 超高分辨液质联用仪



- 三合一结构—包括四极杆质量过滤器，线性离子阱和 Orbitrap 质量分析器
- 超高分辨率高达 500,000 FWHM，同位素精确度在 $m/z$  200 下高达 240,000 FWHM
- Orbitrap 和线性离子阱 MS<sub>n</sub> 分析的采集速率均高达 20 Hz
- 具有智能ADAPT™（全息动态并列运行技术）的 MS 和 MS<sub>n</sub> 分析完全并行
- 用于MS 和 MS<sub>n</sub> 实验的同步母离子选择（SPS）显著提高了可识别的肽段和蛋白质，提高了使用同重同位素标记（TMT）时的定量精度
- 裂解灵活性—无论是Orbitrap 或线性离子阱检测器，CID、HCD 和可选的 ETD 以及ETHcD 可用于任何级数的MS<sub>n</sub> 分析，为代谢组学、多糖和其他小分子测定详细的结构信息
- 通用的方法识别最高数量的肽段，无需对未知浓度样品进行方法优化，为日常肽段识别实验减少样品和仪器花费时间

## 三重四级杆液质联用仪



- 检测分子量质量范围： $m/z$  5-3000，配有ESI源、APCI源各一套，可以对经色谱系统分离的化合物进行全程扫描、选择离子扫描、子离子扫描、母离子扫描等，可对已知化合物进行**精确的定量分析**，并初步判断未知化合物的相对分子量及结构信息。
- 三重四级杆液质联用仪广泛应用于食品安全、环境分析、药物代谢动力学研究、代谢物鉴定、杂质分析等多种领域的定量分析和定性分析，同时在蛋白组学、代谢组学等研究方向发挥重要作用。

## 高效液相色谱仪



### 标准自动进样器

样品瓶容量：可达100个(2mLx100)

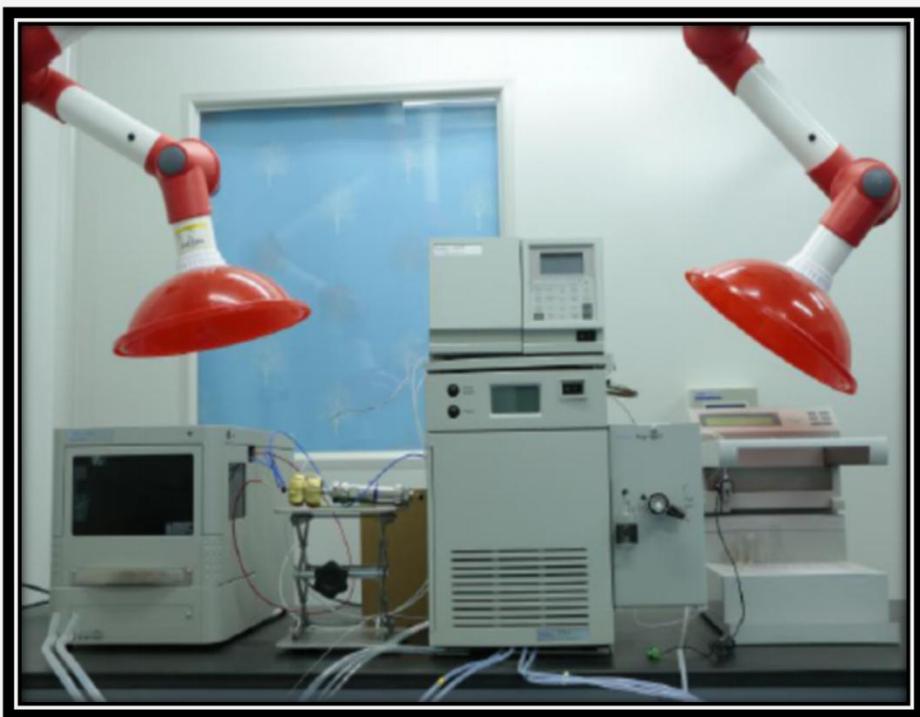
进样量：0.1-100 $\mu$ L(0.1-1800 $\mu$ L)

- 二极管阵列检测器(DAD) 波长范围：190-950nm (双灯源)  
光谱存储：全光谱
- 荧光检测器(FID) 激发波长：200-700nm, 发射波长:280-900nm
- 示差折光检测器(RID) 温控：室温+5 $^{\circ}$ C至55 $^{\circ}$ C；内置自动吹扫阀和自动溶剂循环阀。

### 柱温箱和脱气机组件

- 柱温箱 温度范围：室温下10 $^{\circ}$ C至80 $^{\circ}$ C
- 真空在线脱气机

## 制备及分析型液相色谱仪



仪器配备全自动二元梯度泵溶剂输送系统、全自动进样系统、多波长紫外可见波长检测器系统、自动化馏分收集器等。

- 可灵活选择二元泵或四元泵进行低压多溶剂混合或在高达150 ml/min的流速下实现高压梯度溶剂混合；
- 通过高灵敏度的2489紫外/可见光检测器对目标化合物进行鉴别与分离，改善线性范围以适应高浓度样品；
- 可使用内径不超过50 mm的色谱柱对从几毫克到几克不等的样品进行可靠纯化；
- ChromScope软件，具备样品组向导、层加进样、关键馏分收集参数设置、模拟馏分收集以及自定义报告的功能。

广泛应用于天然产物、合成药物、手性药物、药物杂质、中间产物或副产物的制备分离与纯化。也是核磁共振波谱、红外光谱、质谱、紫外可见光谱、单晶衍射等仪器所需样品定性的必需的前处理纯化手段。



## 样品前处理的目的

- \* 除去微粒
- \* 减少干扰杂质
- \* 浓缩微量的组份
- \* 提高检测的灵敏度及选择性
- \* 改善分离的效果
- \* 有利于色谱柱及仪器的保护



样品前处理很重要！

样品前处理很重要！

样品前处理很重要！



## 样品前处理的重要性

- \* 占样品分析时间的比例
  - \* 样品预处理所用时间远大于色谱分离的时间
- \* 占分析的消耗总成本大
  - \* 消耗大量的溶剂及其他化学品
- \* 实验的重复性及准确性最差的环节
  - \* 影响实验结果好坏的最重要因素

 是决定性的步骤



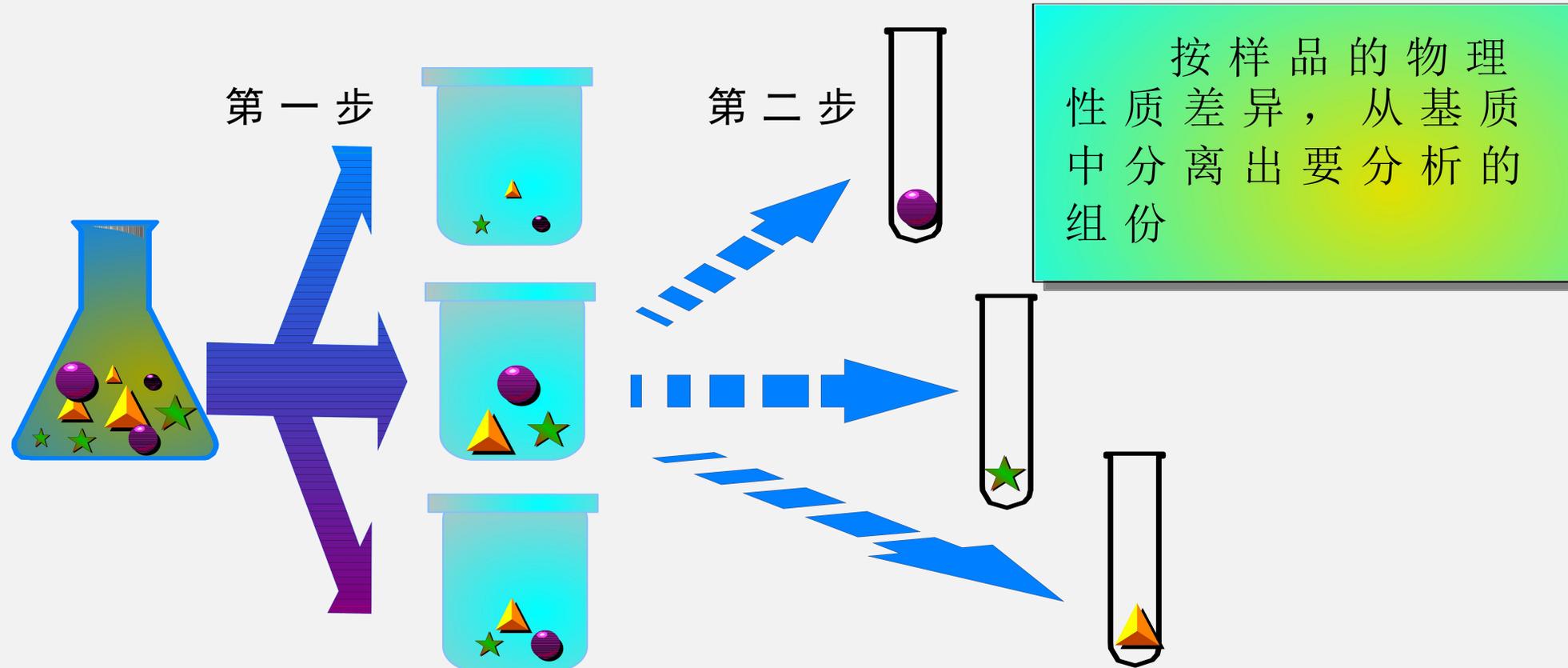
## 中心实验室常用色谱分析方法

- 1 气相色谱
- 2 气质联用
- 3 液相色谱
- 4 液质联用
- 5 氨基酸分析仪

## 样品预处理常用的方法

- \* 萃取分离
- \* 浓缩富集与干燥技术
- \* 衍生反应
- \* 过滤、超滤
- \* 其他

# 样品前处理注意事项



样品前处理的过程



## (一) 萃取分离

萃取技术是石油、化工、医药、生物、环保、新材料等众多领域中常用的分离技术，主要有液液萃取和固液萃取，其中：

**液液萃取**——普通溶剂萃取、超临界流体萃取、反胶团萃取、双水相萃取等；

**固液萃取**——分提取（抽提）、固相萃取、固相微萃取等



**液-液萃取**分离技术处理能力大，分离效率高、回收率高，经济性好，适应性强。

**过程：**两种互不相溶的溶剂与含被分离组分的试液一起振摇，而后分层。

**本质：**萃取分离就是传质的过程，即将物质由亲水性转化为疏水性的过程。



**亲水性强弱  
的规律：**

- 1) 凡离子均亲水——不能被萃取
- 2) 物质含**亲水基团**越多，其亲水性越强； $-\text{OH}$ ， $-\text{SO}_3\text{H}$ ， $-\text{NH}_2$ ， $\text{NH}$ 。
- 3) 物质含**疏水基团**越多，相对分子量越大，其疏水性越强。 $-\text{CH}_3$ ， $-\text{C}_2\text{H}_5$ ，卤代烷基等；芳香基如苯基、萘基等。



## 液-液萃取的类型

**简单分子萃取：**简单的物理分配过程，溶剂与被分离组分不发生化学反应（单质碘在水- $\text{CCl}_4$ 中）。

**螯合物萃取：**萃取剂和被萃取物形成中性溶剂螯合物而进入有机相(萃取溶剂)。

**离子缔合物萃取：**被分离物形成络阳离子或络阴离子后与体系中的异电荷离子缔合而进入有机相。

**酸性磷类化合物萃取：**以含酸性基团的有机磷化合物为萃取剂，通过其氢离子与水溶液中的金属离子相互交换而进行萃取。



## 应注意的问题：

**A 萃取溶剂的选择：**主要指标是与样品的不混溶性和极性。一般优先选择低溶解性、易挥发的溶剂。

常用的溶剂：石油醚、正己烷、环己烷、二氯甲烷、氯仿、乙醚、苯、乙酸乙酯、正丁醇。

**B 一般选择多次萃取，**可有效提高提取率，减少实验误差。

**C 一般用有机溶剂从水相中萃取有机化合物，**多加入氯化钠等盐类物质，可破乳和增大水相密度，有利于分层。



## 液相微萃取 (liquid phase micro-extraction, LPME)

集采样、萃取、浓缩于一体，使用极少量的有机溶剂进行萃取操作。

用微量进样器抽取 $2\mu\text{L}$ 溶剂，将微量进样器针头浸入到水样中，抽取水样进入针头至总体积达到 $10\mu\text{L}$ ，停留30秒，而后推出水样但不推出溶剂，如此反复25次，最后将有机溶剂进入GC分析。

## 超声萃取

利用超声波的能量进行萃取的方法。与常规萃取过程相似，只是将手工振摇过程改为用超声振荡，节省时间，并减轻劳动强度。



## 液-固萃取

- 液固萃取有两个过程：
- (a) 欲测定组分在溶剂中溶出
  - (b) 组分与溶剂分子相互扩散

### (1) 简单浸提

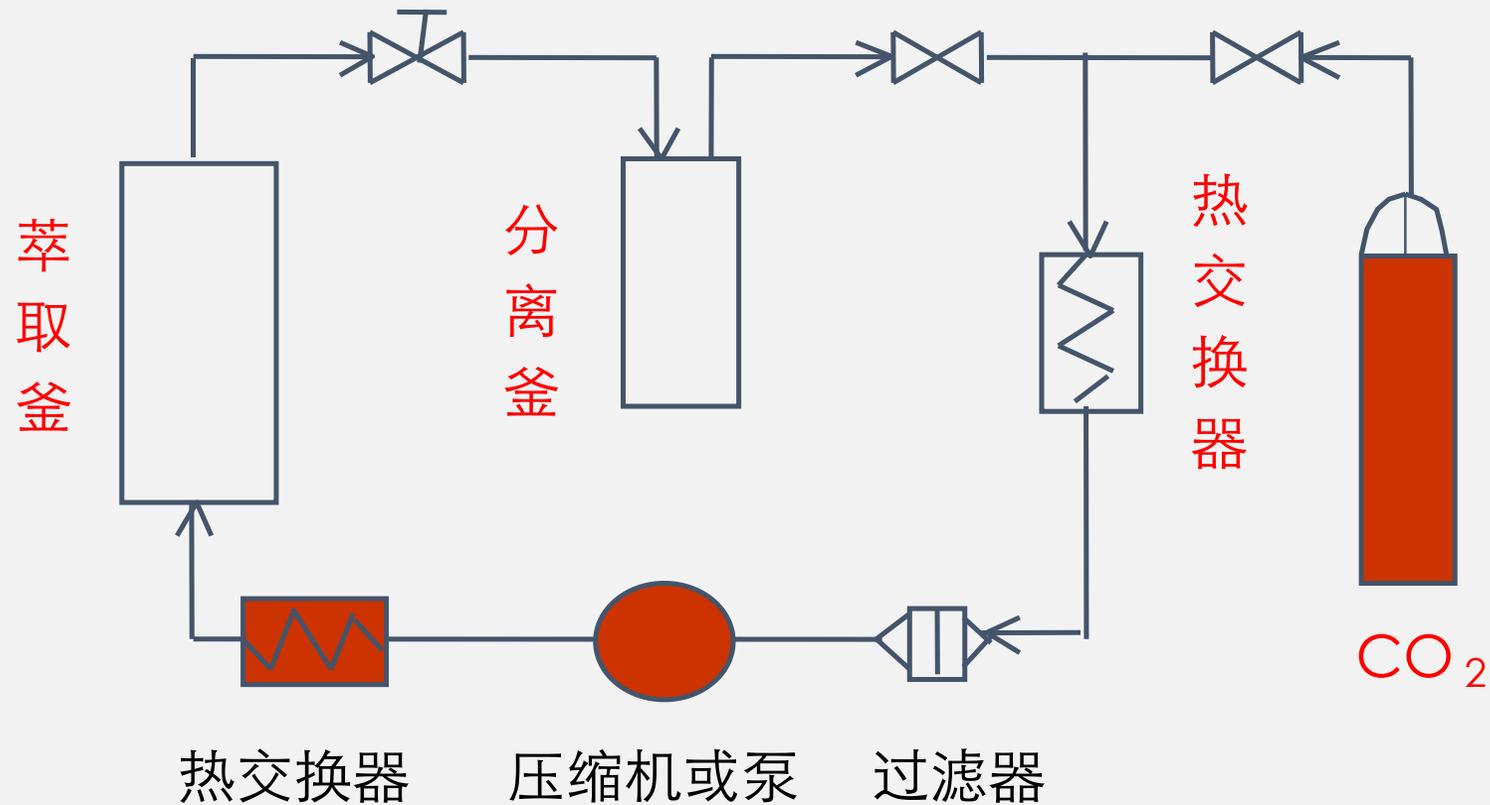
- 最古老的方法是将溶剂和样品一起浸泡，利用溶剂对样品中欲提取组分溶解能力将其提取出来，如药酒的浸泡。
- 实验室里最简单的是将固体样品和萃取剂一起振荡，而后离心或过滤分离。效率低，有溶剂挥发，少用。
- 在简单浸提的基础上辅助于超声、微波等手段，可以提高提取效率。

### (2) 索氏抽提器提取

最常用的是索氏抽提器。形状规格各异，但基本功能相同。

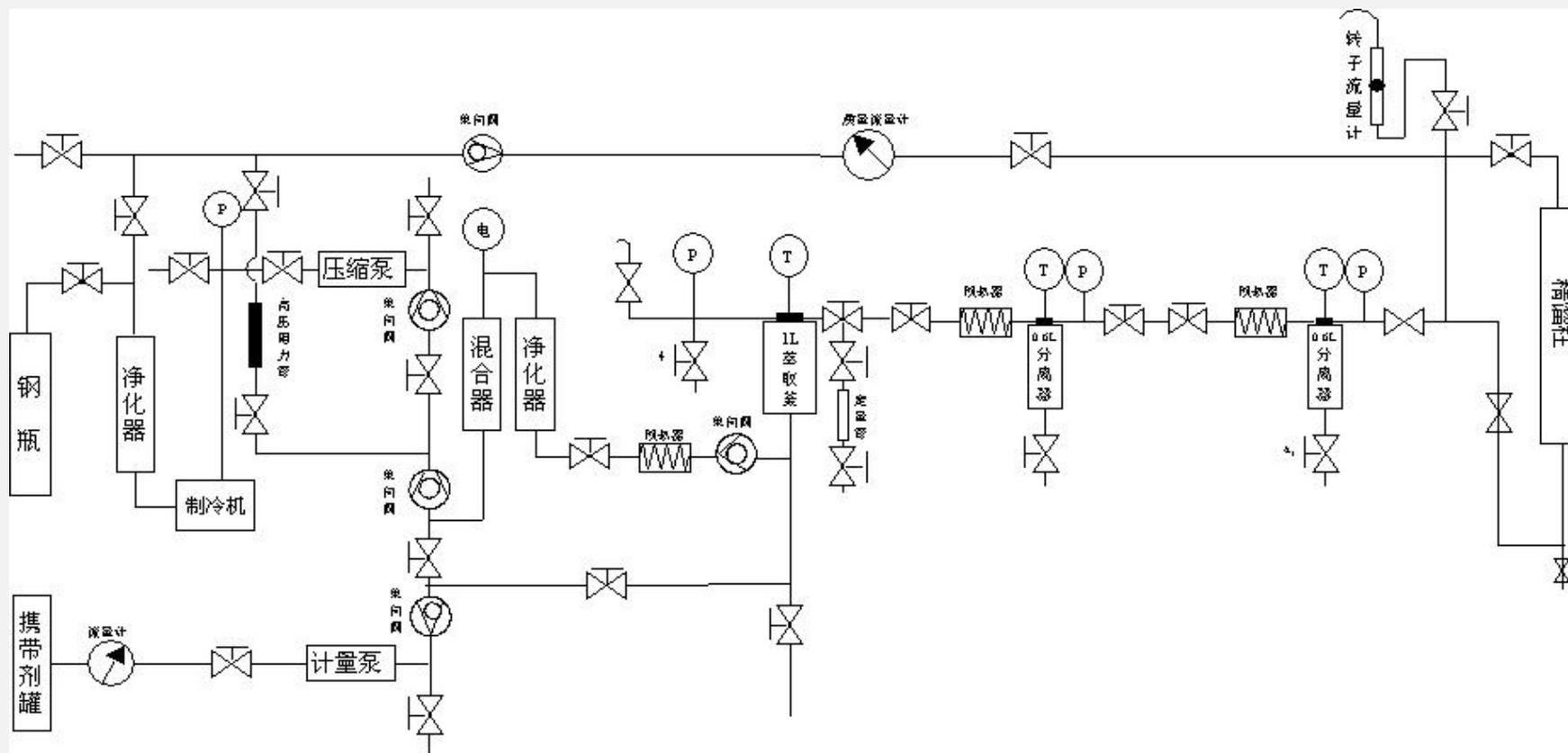


## (3) 超临界流体萃取



超临界流体萃取的流程图

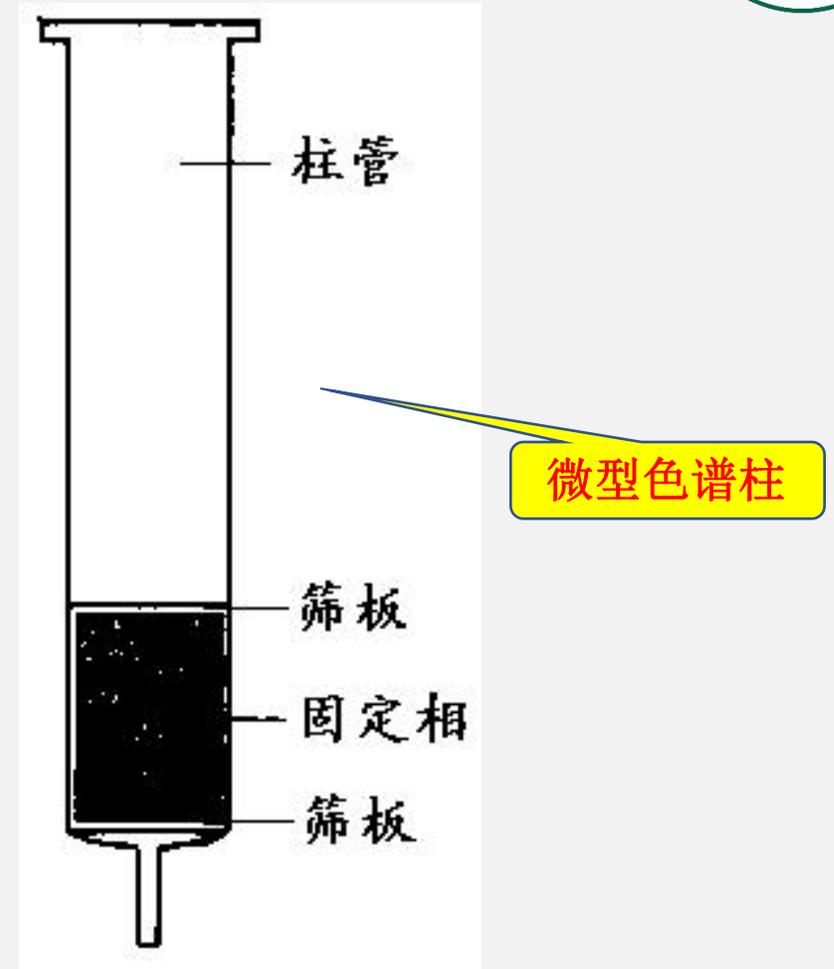
## (3) 超临界流体萃取



超临界萃取—精馏装置图

## 固相萃取 Solid Phase Extraction SPE

- 类似于色谱原理吸附和分配  
相似相溶原理：氢键、偶极-偶极相互作用、静电、色散力。
- 利用固体吸附剂将液体样品中的目标化合物吸附，以与样品基体及干扰化合物的分离，进而或洗脱、或热解吸进样。



## SPE 使用四步骤

活化



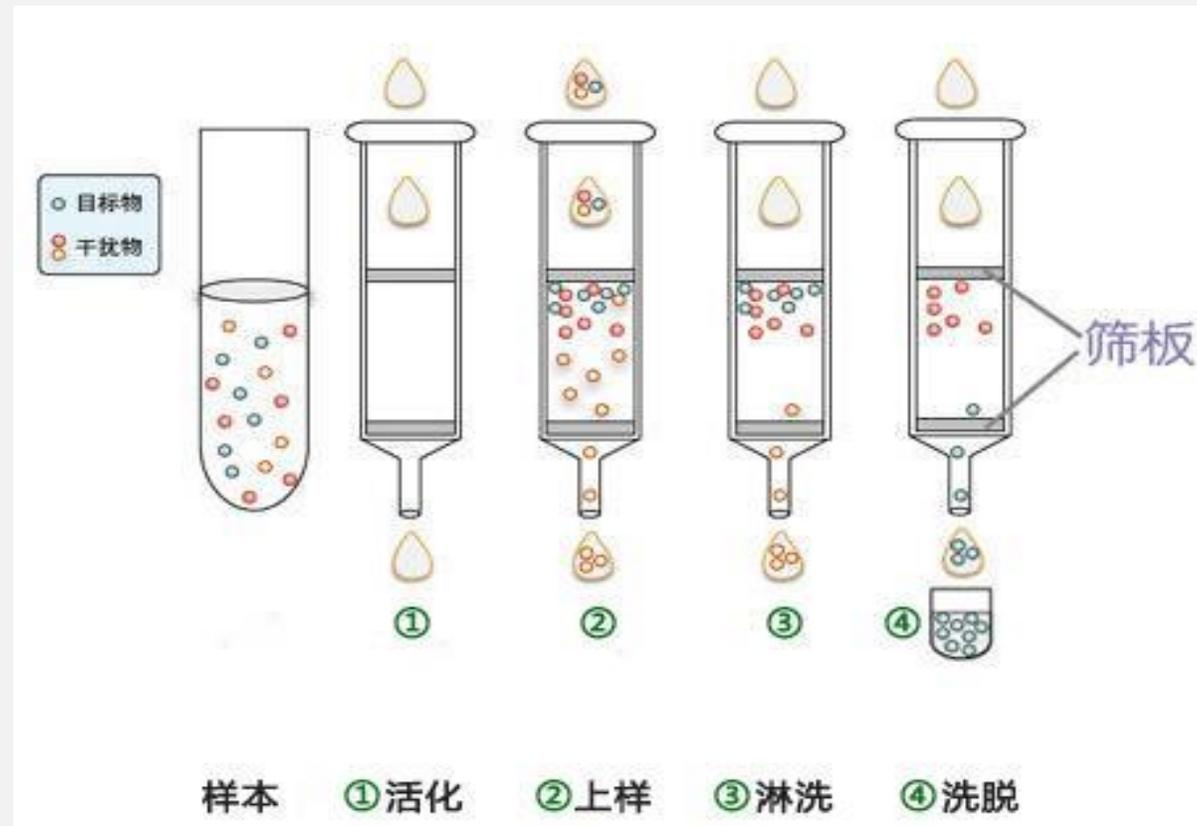
上样



淋洗



洗脱





## 微型柱分类

- 极性柱有：CN, 20H, PSA, Si, NH<sub>2</sub>等。
- 非极性柱有：C18、C8、C2、CH、CN、PH
- 阳离子交换柱：SCX, PRS, CBA
- 阴离子交换柱：SAX, PSA, NH<sub>2</sub>, DEA
- 共价型柱：PBA

## 固相萃取柱的选择

### 分析物的性质

1. 分析物在极性或非极性溶剂中的溶解度
2. 分析物有无可能离子化，从而决定可否用离子交换

### 固定相

3. 分析物有无可能与固定相形成共价键
4. 杂质组分与分析物在固定相结合点上的竞争程度

### 样品溶剂

5. 通常多种性质的固定相联合使用

# 样品前处理注意事项



Vac Elut 20 Manifold



Vac Elut SPS 24 Manifold



Positive Pressure Manifold



96-well Plate Vacuum Manifold



## SPE 优点

- a 净化速度快、可配合自动化仪器使用
- b 准确、重复性好、又可避免污染
- c 回收率高，能避免样本损失

- 固相萃取（SPE）被日趋认为是一个非常有用的样品处理技术。使用固相萃取法能避免液-液萃取所带来的许多问题。与液-液相比，固相萃取更有效，容易达到定量萃取，快速和自动化，同时也减少了溶剂用量和工作时间。
- 固相萃取（SPE）通常是用于液体样品的准备和不易或不挥发样品的萃取，但是也用于能预先提取到溶液里的固体样品。
- 固相萃取不需太多的溶剂，无乳化现象，效率高，费用低。既是提取手段，更是净化方法，适用于样品的萃取，浓缩和净化。



## 固相微萃取 (SPME)

- 固相微萃取 (SPME) 是一种用于气相色谱分析的无需溶剂的样品前处理方法

固相微萃取纤维安装到改进后的自动进样器针头上。该纤维从溶液或样品瓶顶空处吸收被分析物，再通过加热的进样口将其解吸到色谱柱上。这样，对于应用固相微萃取分析水中挥发性和半挥发性有机物、饮料中香料、血液中酒精及其它挥发物，可以用自动进样代替手动进样。从而节约方法开发的时间，并大大提高该项技术的重现性。

### 固相微萃取技术 的应用领域

- 残留农药的分析
- 饮料中香精、香料的分析
- 酒类的分析
- 烟草种类的分析
- 环境分析

## (二) 浓缩富集与干燥技术

- 经上述处理，所得样品体积都不小，即浓度都相对较稀，往往需要浓缩。
- 在上述处理过程中，也往往同时也有富集和干燥作用。

常用  
方法

- \* 萃取/吹干
- \* 沉淀/再溶解
- \* 色谱法
- \* 液固抽提/Sep-Pak小柱



旋转蒸发器



高温真空干燥箱



低温冷冻干燥机



## (三) 衍生化处理

### 提高检测的灵敏度

- \* 增加紫外基团以增强紫外检测的灵敏度
- \* 增加荧光基团使样品用高灵敏度荧光检测器
- \* 增加样品的挥发性，满足气相色谱法分析

### 改变分离的选择性

- \* 改变组份的基团，如：变离子型化合物为非离子型，用反相方法分离



## (四) 去除微粒

### \* 过滤

#### \* 过滤膜/过滤装置

\* 有机( $0.22\mu\text{m}$ )/无机( $0.22\mu\text{m}$ )

\* 膜片可更换

\* 一次性使用的滤膜

\* 使用方便简单，交叉污染小

\* 有更小内径 $0.22$ 、 $0.12\mu\text{m}$ ，可用于微量样品的处理

\* 高速离心、冷冻离心



## 中心实验室色谱平台上机前样品准备

### 1 气相 (GC) 及气质 (GC-MS) 上机前样品准备

无水、无固体颗粒 (过膜处理)

### 2 液相 (HPLC) 及液质 (LC-MS) 上机前样品准备

(1) 无糖类及蛋白质类等天然高分子物质 (一般通过有机溶剂萃取过程可除去) ;

(2) 液质 (LC-MS) 上机前样品须脱盐 (一般也可通过有机溶剂萃取过程可除去) ;

(3) 样品必须经过 $0.22\mu\text{m}$ 滤膜过滤除去固体颗粒。



## 必须提醒注意：

任何实际样品都是十分复杂的，从采集到能进仪器检测都必须经复杂预处理过程。

预处理需要精心设计，针对不同样品有的放矢。

预处理有很多类型，往往需要综合利用。

每步预处理都涉及回收率，都不能低。

每步都需要有量的概念，算好稀释浓缩的总比例。



## 中心实验室色谱平台上机测试流程

- 1 分析方法的确定：根据样品的性质确定拟采用的仪器分析方法；
- 2 分析条件的确定：准备待分析样品的单标和混标，确定仪器分析条件；
- 3 样品分析；
- 4 数据分析：定量分析（标准曲线的绘制，样品含量分析等），定性分析（谱库检索、文献推导等）。



<http://zxsys.qau.edu.cn>

<http://dxyqgx.qau.edu.cn>

青島農業大學中心實驗室  
CENTRAL LABORATORY of QAU

開放·共享·專業·嚴謹

搜索 ...

首页 | 中心简介 | 中心人员 | 工作动态与通知 | 规章制度 | 服务指南 | 成果展示 | 学习园地 | 意见信箱 | 实验室管理处

管理系统 >>

- 大型仪器共享管理平台
- 大型仪器共享管理平台使用说明

服务指南 >>

- 大型仪器设备共享管理平台财务说明
- 大型仪器共享管理平台使用说明
- 中心实验室大型仪器设备介绍
- 青岛农业大学中心实验室分析检测
- 附件测试
- 青岛农业大学中心实验室对外开放

联系我们

地址: 青岛农业大学生物楼B区101室  
青岛农业大学科技楼1008室  
邮编: 266109  
电话: 0532-58957646  
58957614  
邮箱: zxsys@qau.edu.cn

相关链接

工作动态与通知 >>>

- 关于中心实验室激光共聚焦显微镜暂停使用的通知
- 中心实验室测试服务工作得到我校科研团队高度认可
- 副校长朱连勤看望中心实验室寒假坚守岗位的工作人员
- 关于中心实验室2020-2021学年寒假开放测试的通知
- 关于大型仪器设备共享管理平台 财务相关事项的说明
- 中心实验室参加华东联校分析测试研讨会并做报告

学习园地 >>>

- 乙腈or甲醇该做何选择? 2021-03-12
- 实验室常用的乙腈和甲醇在色谱分析中的... 2021-03-12
- JIG7002016气相色谱仪检定规... 2020-12-07
- ICP 发射光谱仪 等离子体点火故障... 2020-10-30
- ICPMS常见使用问题手册249问题... 2020-10-13
- 单细胞ICP-MS应用: 测定单个细菌... 2020-08-31

仪器设备

- 光谱类设备
- 色谱类设备
- 质谱类设备
- 微结构类设备

关于高速分选流式细胞仪正式运行的通知

首页 | 仪器设备 | 服务指南 | 规章制度 | 学习园地 | 成果展示 | 联系我们

全部仪器

- 色谱质谱类仪器
- 元素分析类仪器
- 微结构分析类仪器
- 生命科学类仪器
- 结构解析类仪器
- 其他仪器

工作动态与通知 >>>

- 2021 01.17 副校长朱连勤看望中心实验室寒假坚守岗位的工作人员  
2021年1月15号, 朱连勤副校长到中心实验室看望了寒假仍然坚守岗位的工作人员, 调研了...
- 2021 01.08 关于中心实验室2020-2021学年寒假开放测试的通知  
日至1月31日, 二、2月1日, 除法定节假日与休息日, 对有自主上机操作证的师生开放自主测试, ...
- 2020 12.25 关于大型仪器设备共享管理平台财务相关事项的说明  
各课题组: 我校大型仪器共享管理平台(以下简称“共享平台”)于2020年12月3日进入正式运...
- 2020 12.03 中心实验室参加华东联校分析测试研讨会并做报告  
2020年11月27日至29日, 第四届华东联校分析测试研讨会在南京举行, 会议由江苏省分析测试...

快捷通道

请输入关键词

- 样品委托
- 预约记录
- 个人中心
- 仪器设备



1、为方便课题组使用共享平台仪器测试和规范财务管理，共享平台实行**先测试后结算**制度。实验室管理处为课题负责人（以下简称PI）提供一定的测试费信用额度供课题组成员开展测试工作，PI的测试费超过信用额度后，其账户会被系统自动锁定，无法继续预约使用平台仪器，需缴纳已发生测试费用后，方可继续预约使用平台仪器。

2、为避免账户被系统锁定，PI可随时在共享平台“我的课题组”——“财务”查看余额、信用额度及测试费用明细，并根据课题组测试实际需求合理安排账户缴费；缴费时间应在实际产生的未缴纳测试费用超过信用额度前完成，且每学期缴纳测试费用至少一次。共享平台**每周五在科技楼1008室办理缴费业务**。

3、新注册PI的初始信用额度，系统默认为1千元；已在老系统注册并在中心实验室做过实验的PI，实验室管理处将根据其近三年（2018-2020年）在老系统上年平均测试费用赋予不同信用额度等级。

4、PI在短期内有大量测试需求，需要增加信用额度的，需向实验室管理处提出申请，**申请理由写明：近期确有大量实验需求，并承诺按时缴费。导师签字后交到科技楼1008室**，经实验室管理处领导批准后增加信用额度。

# 结 束

王倩文  
中心实验室