

第九章 其他仪器分析法

质谱法

- 一、质谱分析概述
- 二、质谱分析原理
- 三、仪器与结构及联用仪器
- 四、质谱峰

一、质谱分析概述

质谱分析是将样品转化为运动的带电气态离子，于磁场中按质荷比(m/z)大小分离并记录的分析方法。

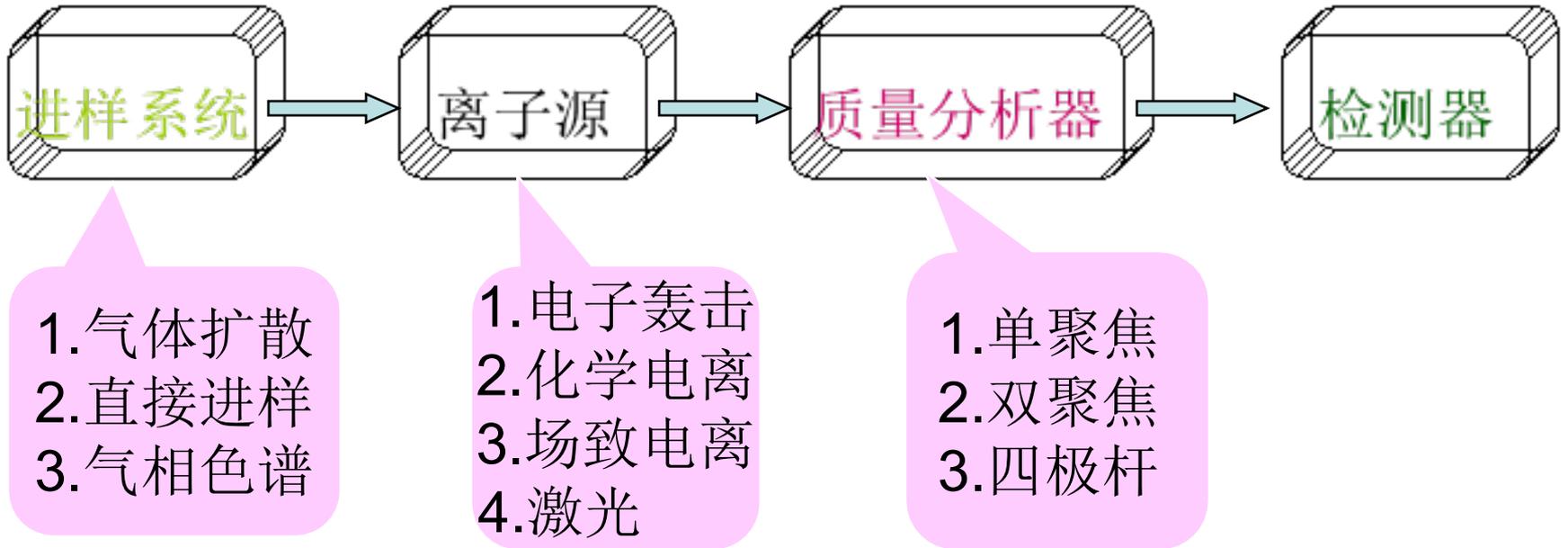
质谱法在现代分析领域中起着重要作用，它能测定高纯物质中的微量杂质，以及中草药、农药、增塑剂的结构等。

[上页](#)

[下页](#)

[返回](#)

二、质谱分析原理



质谱仪需要在高真空下工作：离子源（ $10^{-3} \sim 10^{-5} \text{ Pa}$ ）

质量分析器（ 10^{-6} Pa ）

- (1) 大量氧会烧坏离子源的灯丝；
- (2) 用作加速离子的几千伏高压会引起放电；
- (3) 引起额外的离子-分子反应，改变裂解模型，谱图复杂化。

上页

下页

返回

质谱分析原理

1. 质谱分析的进样

质谱分析要根据分析对象的不同，选择不同的系统。

分析气体和容易挥发的液体样品，一般采用常温进样系统。

分析固体或不易挥发的液体样品时，通常采用高温进样系统，使样品在真空、高温条件下气化，然后进行质谱分析。

2. 离子化过程

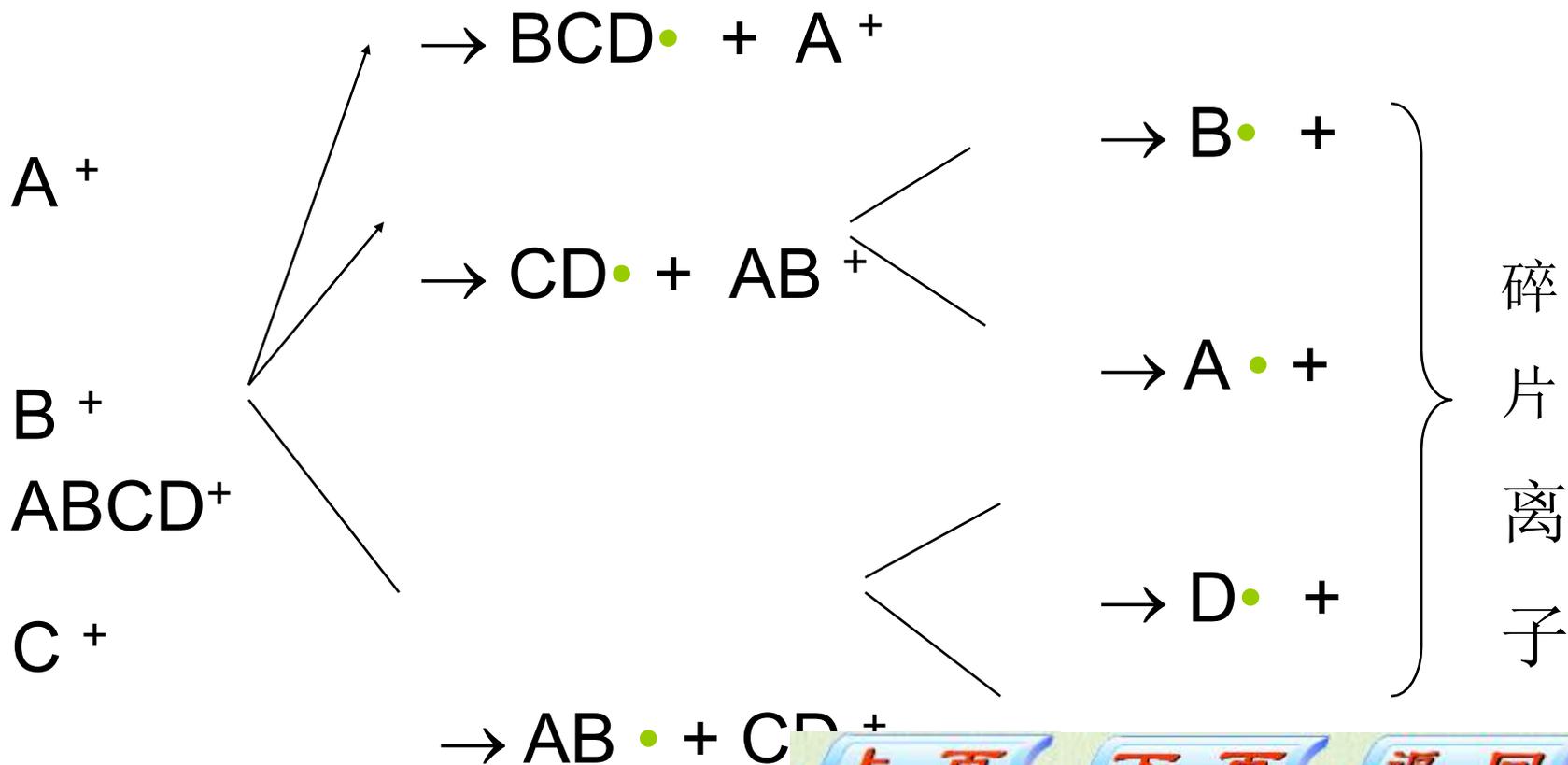
质谱分析首先要将样品的被测组分转变成带电粒子，离子化的方法有电子轰击法、高频火花法、等离子体法(ICP)等多种方法，现在以电子轰击法为例，说明其离子化过程。



(2) 分子形成离子 以ABCD分子形成离子为例:

② 碎裂过程

当有机化合物蒸气分子进入离子源受到电子轰击时，按下列方式形成各种类型离子（分子碎片）：



上页

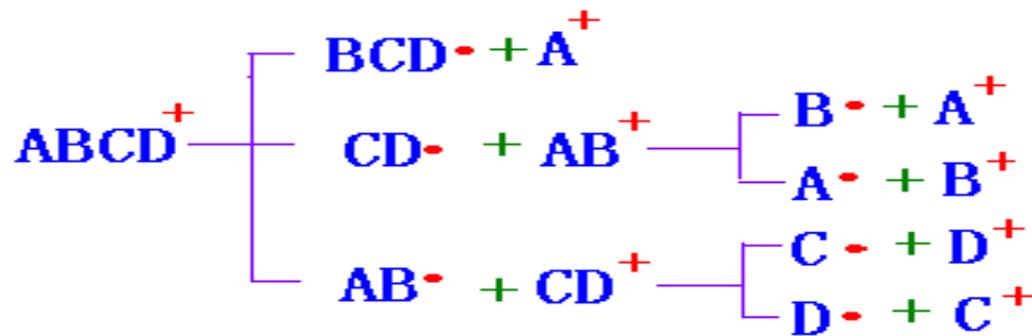
下页

返回

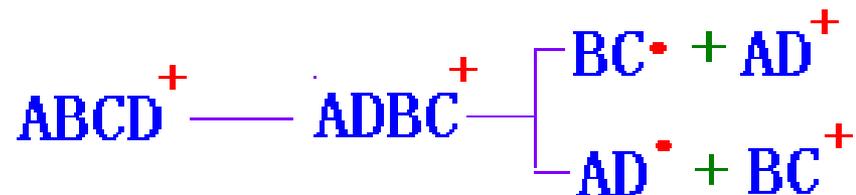


质谱分析原理-离子化

- ② 碎裂过程



- ③ 重排后的碎裂过程:



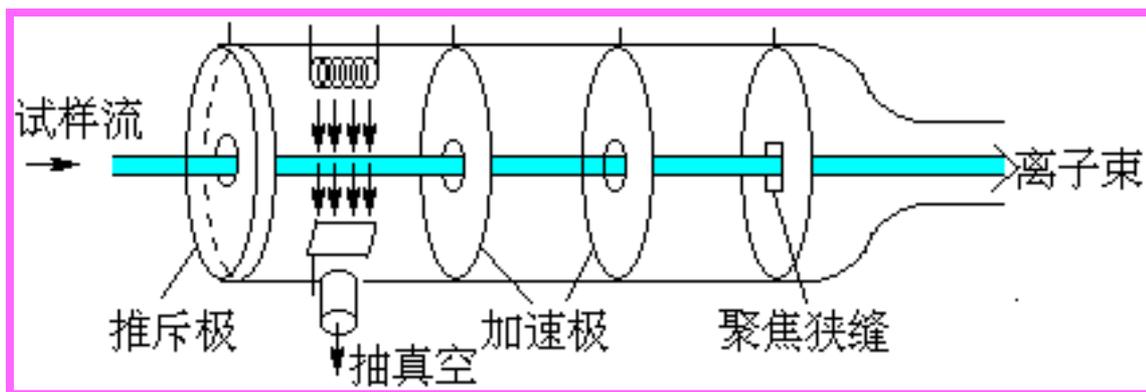
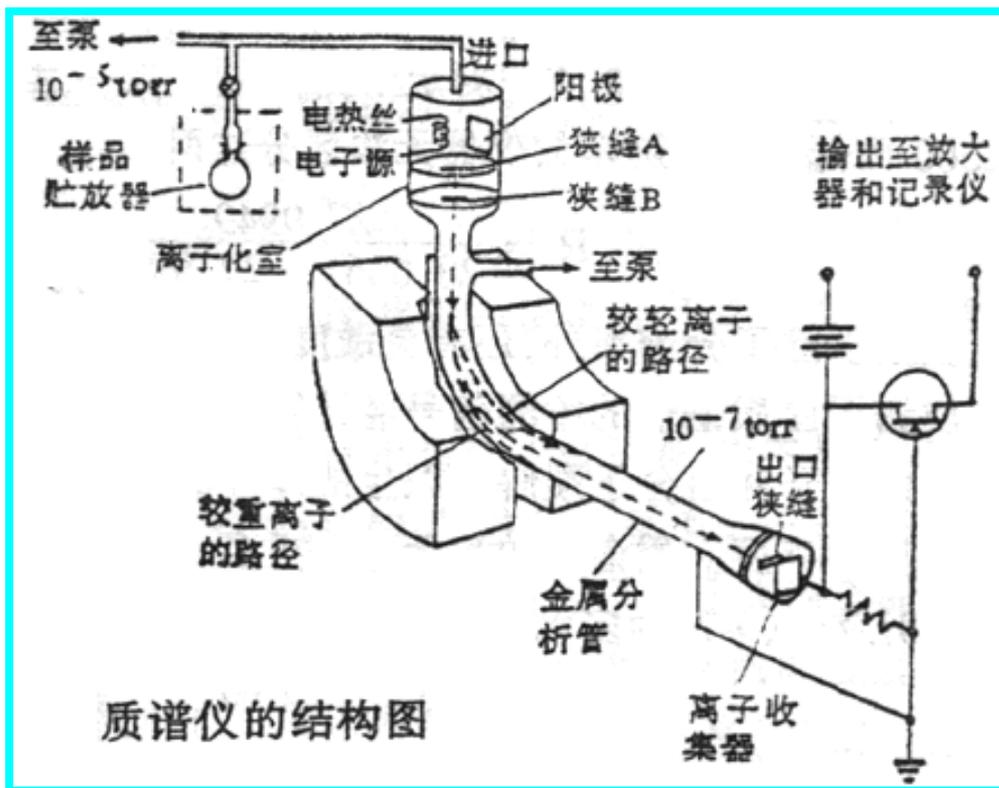
- ④ 碰撞后的碎裂过程:



- 对于大的分子, 则可能产生更多的正离子和中性游离基。

原理与结构

仪器原理图



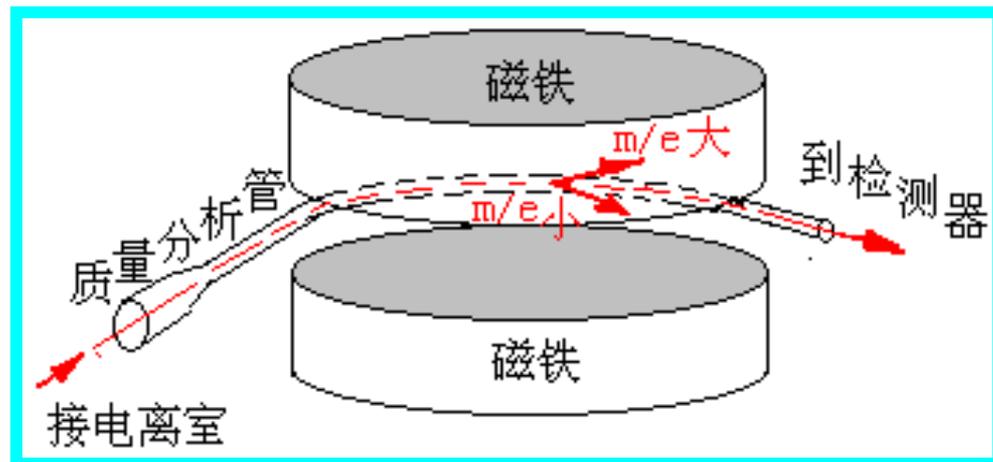
电离室原理与结构

质量分析器原理

加速后离子的动能：

$$(1/2)m v^2 = e V$$

$$v = [(2V)/(m/e)]^{1/2}$$



在磁场存在下，带电离子按曲线轨迹飞行；

$$\text{离心力} = \text{向心力}; m v^2 / R = H_0 e V$$

$$\text{曲率半径: } R = (m v) / e H_0$$

$$\text{质谱方程式: } m/e = (H_0^2 R^2) / 2V$$

离子在磁场中的轨道半径 R 取决于： m/e 、 H_0 、 V

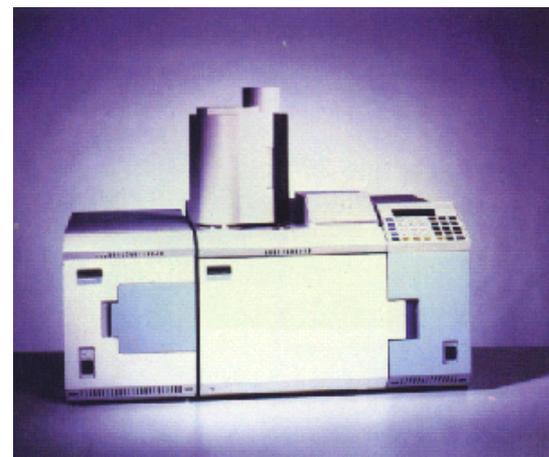
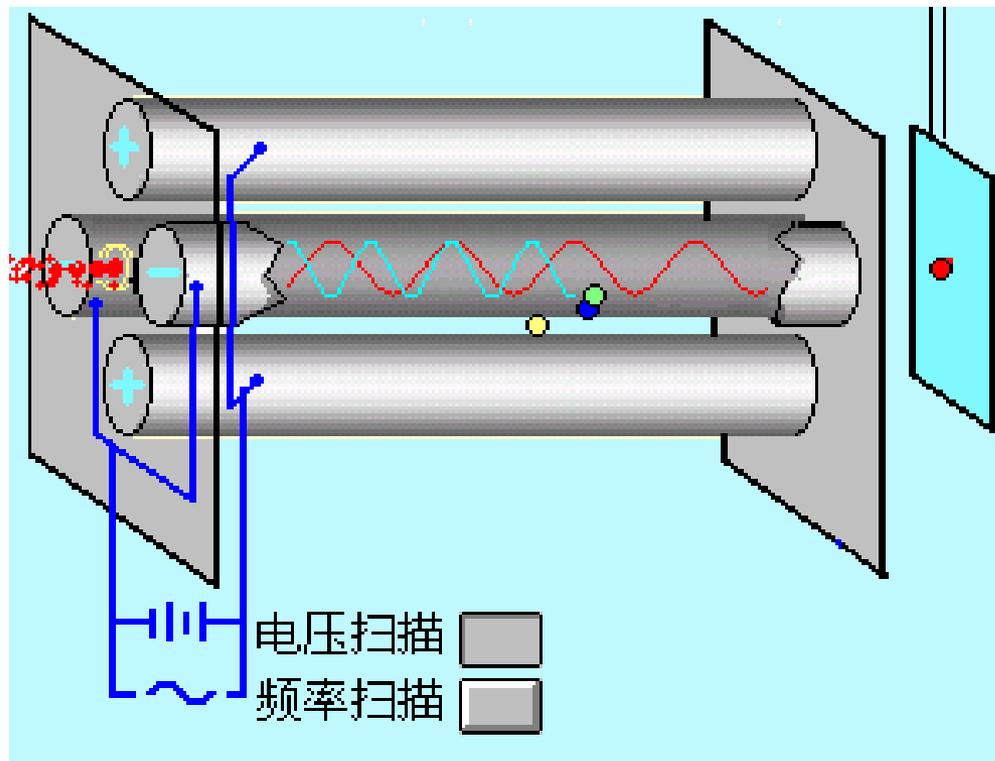
改变加速电压 V , 可以使不同 m/e 的离子进入检测器。

上页

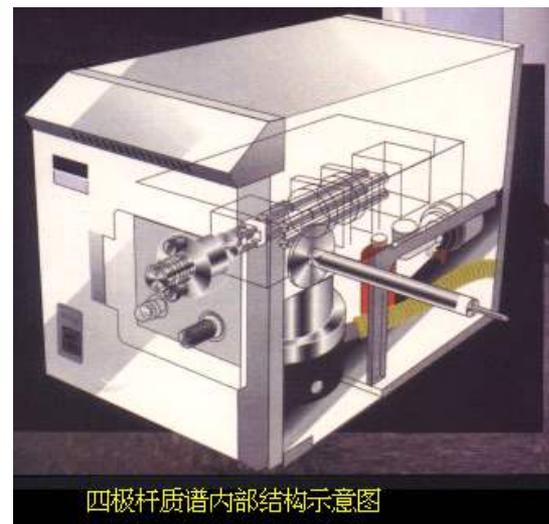
下页

返回

四极杆质量分离器



色-质谱联用仪



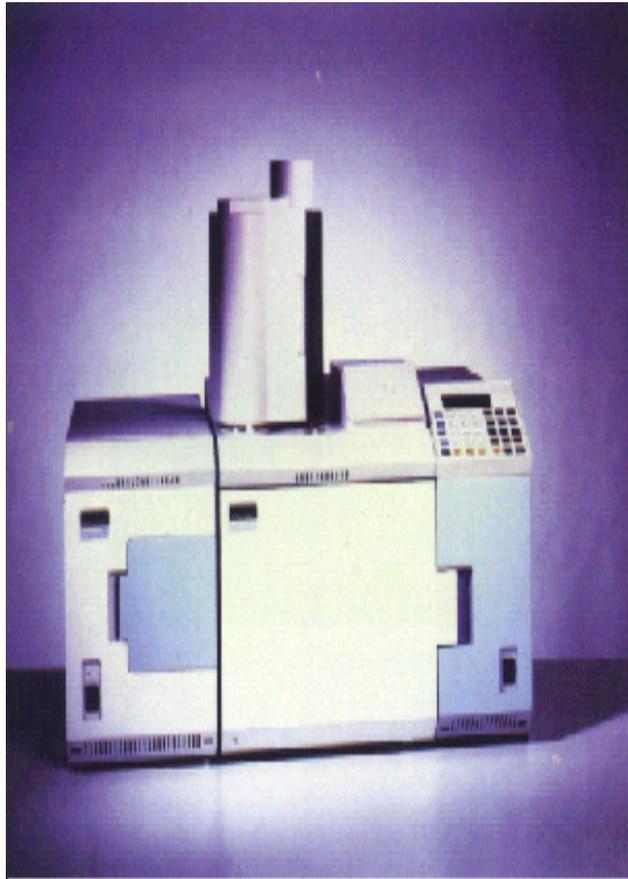
四极杆质谱内部结构示意图

上页

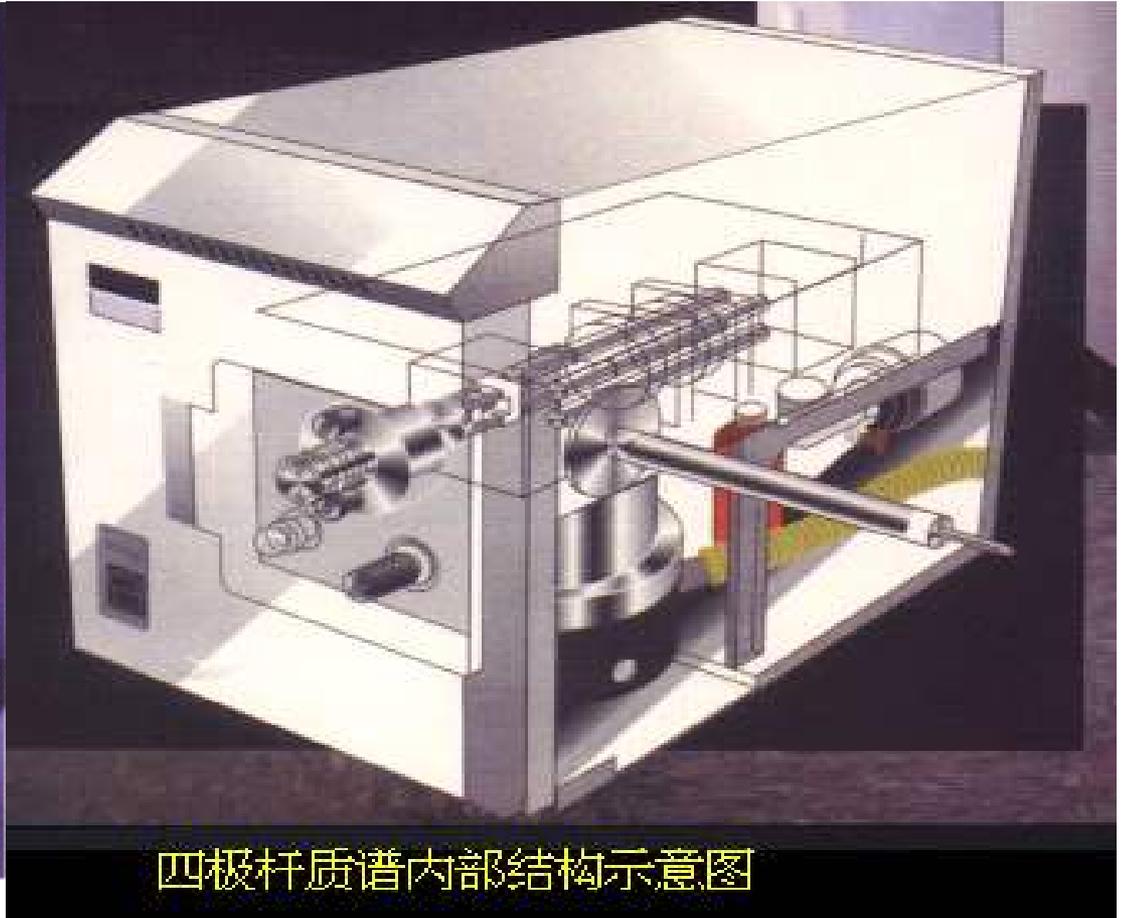
下页

返回

三、仪器与结构及联用仪器



色-质谱联用仪



四极杆质谱内部结构示意图

上页

下页

返回

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/565231211241012012>