

尿中有机酸的 GC-MS 分析

1 实验部分

1.1 仪器与设备

GC-MS3100 型气质联用仪、分析天平、涡旋混合器、离心机、氮吹仪、烘箱、冰箱
移液枪、PH 试纸、容量瓶、具塞玻璃试管等

1.2 样品处理

取约 20mL 尿样于 50mL 塑料离心试管中，于冰箱中冷藏 1h，然后放置于离心机中以 4000r/min 离心 10min，然后取上层澄清尿样 2mL 于 10mL 的玻璃具塞试管中，加入 1mL 5%盐酸羟胺水溶液，涡旋混匀，室温下进行肟化反应 1h；肟化反应完成后加入浓盐酸调节 PH 值为 1，加入氯化钠使水层饱和（约 1g），然后用 6mL 乙酸乙酯涡旋提取两次，将两次的提取液合并于同一玻璃具塞试管中（共准确移取出 5mL），然后于氮吹仪中 60℃慢慢吹干，吹干后加入 200uL 衍生化试剂（BSTFA+TMCS 99:1），涡旋混合，然后放置于烘箱中于 80℃衍生化反应 30min，反应完成后将其转移至 2mL 小样品瓶中，然后取 1uL 进 GC-MS 分析。

1.3 分析条件

1.3.1 分析条件

色谱条件：Equity-5 (30m×0.25mm×0.25μm)石英毛细管柱，柱前压 60KPa，分流进样，分流比：20:1，进样量：1uL，汽化室：260℃，柱温：80℃保持 1min，然后以 5℃/min 升至 270℃,保持 5min。

质谱条件：EI 源，电子能量 70eV，离子源 200℃，接口 280℃，扫描方式：全扫描定性，扫描范围：50u~550u，溶剂峰时间：4min，电子倍增器高压：1100V。

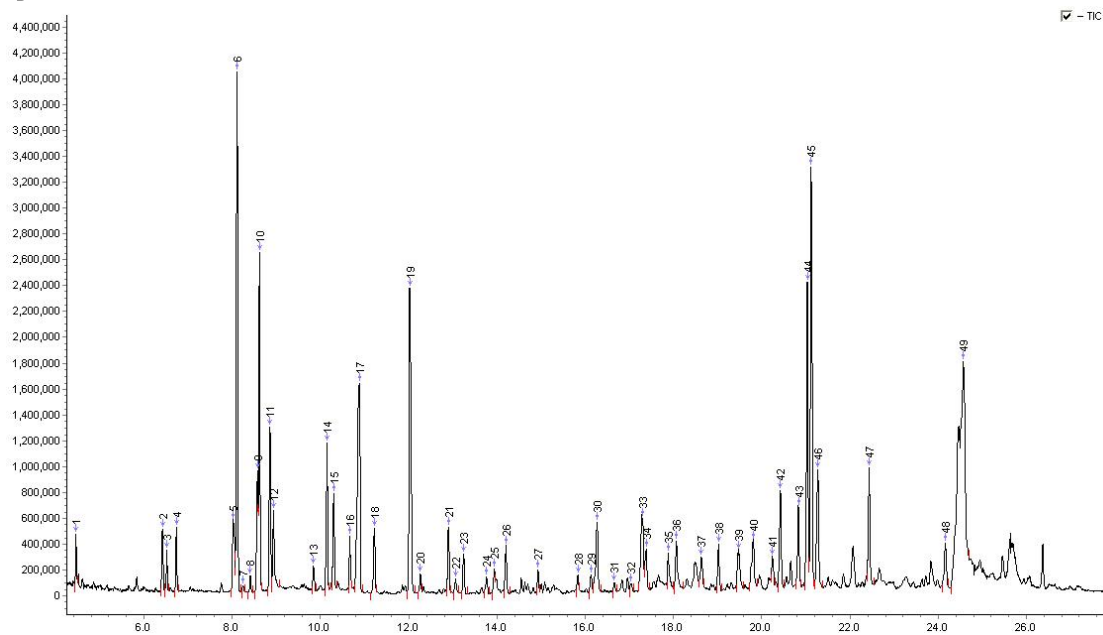


图 1 成人尿样中有机酸全扫描总离子流图

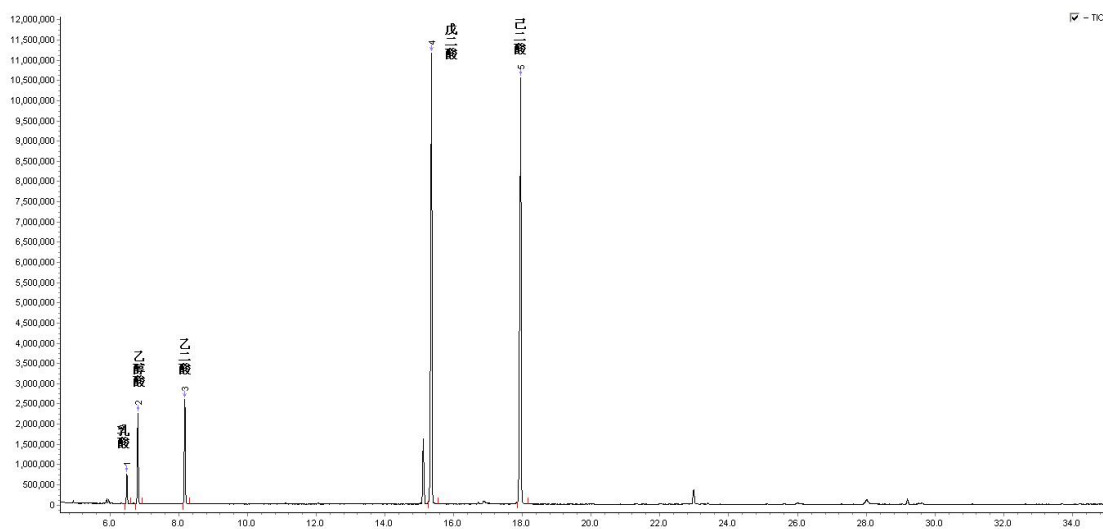


图 2 五种有机酸混标硅烷化衍生物全扫描总离子流图