

现场便携式 GC/MS 优势 介绍—用于萜烯的快速采 样与检测

Gas Chromatography/ Mass Spectrometry



Torion T-9 Portable GC/MS

多年来，众多类型的分析仪器皆已采用简化设计，成为用于现场检验的便携式或手持式设备，如 XRF、LIBS、Raman、FT-IR 和 NIR 分析仪等。然而，在保持实验室分析性能的同时，将气相色谱仪 / 质谱仪 (GC/MS) 简化为现场便携式配置却是一项更大的挑战。以往的大多数研究都采用了直接进样的方法，这种方法无需任何类型的样品制备或进样配件。因此，如果样品需要复杂的前处理，或特殊的进样方式，那么现场便携式仪器的实际价值将会大打折扣。

本文介绍了利用新型现场便携式 GC/MS 系统 (Torion® T-9, PerkinElmer Inc., Shelton, CT) 对萜烯混合物进行定性定量的方法和结果，一般分析时间不到 10 分钟。

Torion T-9 GC/MS 技术

已有公开的文献资料^{1, 2}就系统本身及其现场分析的适用性进行探讨。但在近期，该系统以低热质(使用直接接触式电阻加热)柱束替换常规毛细管柱，实现了一定程度的系统改善。色谱柱具有更均匀的受热，有效消除了传统色谱柱技术的冷却点，从而可以在高沸点化合物所需的高温 GC 运行条件下，促进半挥发性有机物的色谱分离。

质谱仪采用环形离子阱配置，相较于其他设计，这种设计更容易实现微型化改造。设计独特的离子阱使得捕获体积有所增大，离子计数得以升高，从而实现低噪声水平和良好的灵敏度。离子阱质量分析器经加热升温至 175~210 °C (具体取决于目标分析物)左右，并在真空环境下运行。电极可因此长时间保持清洁，减少了不必要的频繁维护。有关 Torion T-9 GC/MS 技术的详细说明，请参阅参考文献³。

样品前处理模块

通过使用电池供电的紧凑型采样配件 (SPS-3™, PerkinElmer Inc., Shelton, CT)，可以进一步加强 GC-MS 用于现场检测的能力⁴。快速采样模块的选择包括用于固体样品的固相微萃取 (SPME) 和加热顶空 (HS)；用于气体样品的动态针捕集 (NT)；用于液体样品的吹扫捕集 (P&T) 和热脱附 (TD)，以及添加内标 (IS) 的模块。在某一特定采样地点，样品前处理与分析可能存在各种不同的应用要求，多种多样的配制可以灵活应对各种应用场景。

现在让我们更加详细地了解一系列不同沸点的萜烯类化合物的分析方法。

萜烯分析

萜烯是一大类有机化合物，可由多种植物产生，包括针叶树、啤酒花和大麻，其沸点范围一般介于 150~200 °C 之间。萜烯是众多类型的植物与花卉精油的主要成分，广泛用作香水中的香料，以及药用目的。天然萜烯的衍生物也以食品添加剂的形式用于各种香料。因此，为举例说明这种技术的实际作用，我们将四种萜烯化合物加入 200 mL 0.6% 的氯化钠水溶液中。然后使用半 / 半固相微萃取 (SPME) 聚二甲基硅氧烷 / 二乙烯基苯 (PDMS/DVB) 65 μm 纤维，在室温 (22 °C) 下提取分析物 15 分钟，其间无需摇动或振动。使用这种采样方法时，将纤维的一半部分放置在液面上空间，另一半浸入至样品的液相之中，如图 1 所示。

仪器条件

随后使用质谱仪，在色谱分离条件下将样品分别注入 GC/MS 系统，分别如表 1 和表 2 所示。

四种萜烯 ((+)- α - 蒎烯、香叶烯、(+)- α - 柠檬烯和异长叶烯) 的总离子色谱图 (TIC) 如图 2 所示。

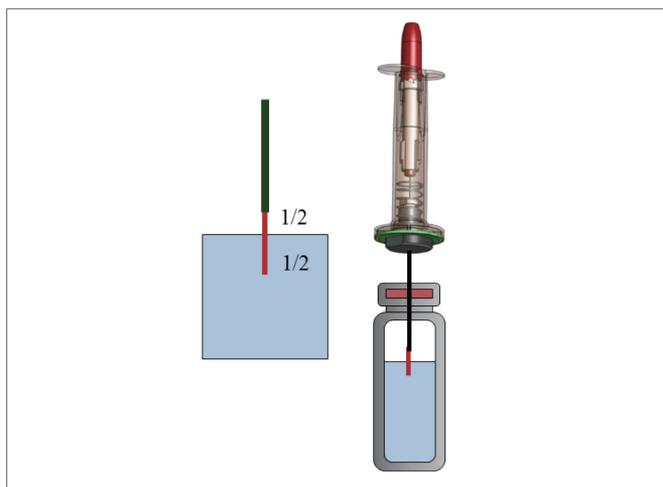


图 1、四种萜烯分析物在室温 (22 °C) 条件下，以半 / 半固相微萃取 (PDMS/DVB 65 μm 纤维) 提取 15 分钟，然后注入 GC/MS

表 1、质谱仪参数

质谱仪操作条件	
质谱仪	环形离子阱
电离源	EI 源
质谱仪操作温度	200 °C
质量范围	45-500 amu
分辨率	< 0.5 m/z (300 amu)
质谱仪扫描速率	10-15 次 / 秒
检测器	电子倍增器

表 2、一系列萜烯的色谱分离条件

气相色谱分离条件	
进样方式	固相微萃取进样
进样类型	分流 / 不分流
进样器温度	300 °C
输送管线温度	280 °C
阱温度	200 °C
色谱柱技术 (Restek®, State College, PA)	MXT®-5: 低极性相二苯基二甲基聚硅氧烷; 5 m \times 0.1 mm \times 0.4 μm
初始温度 / 保温时间	50 °C (10 s)
升温速率	2 °C/s
最终温度 / 保温时间	280 °C (50 s)

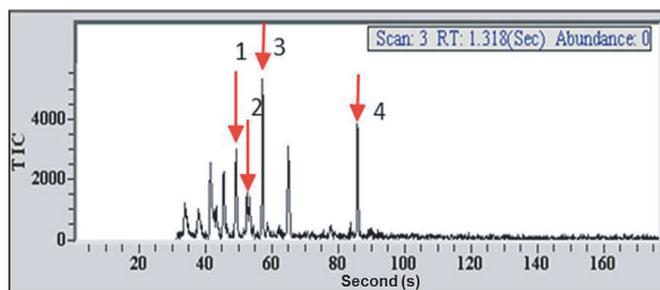


图 2、(1) (+)- α - 蒎烯; (2) 香叶烯; (3) (+)- α - 柠檬烯; 及 (4) 异长叶烯的总离子色谱图

随后为四种萜烯化合物的四点校准图。标准品浓度及其相应的校准曲线图（含相关系数（R²））如图 3 所示。应当指出的是，按照最低标准样品（图 3 中的样品 1）的重复分析，四种化合物的检出限值为 20 ppt 左右。

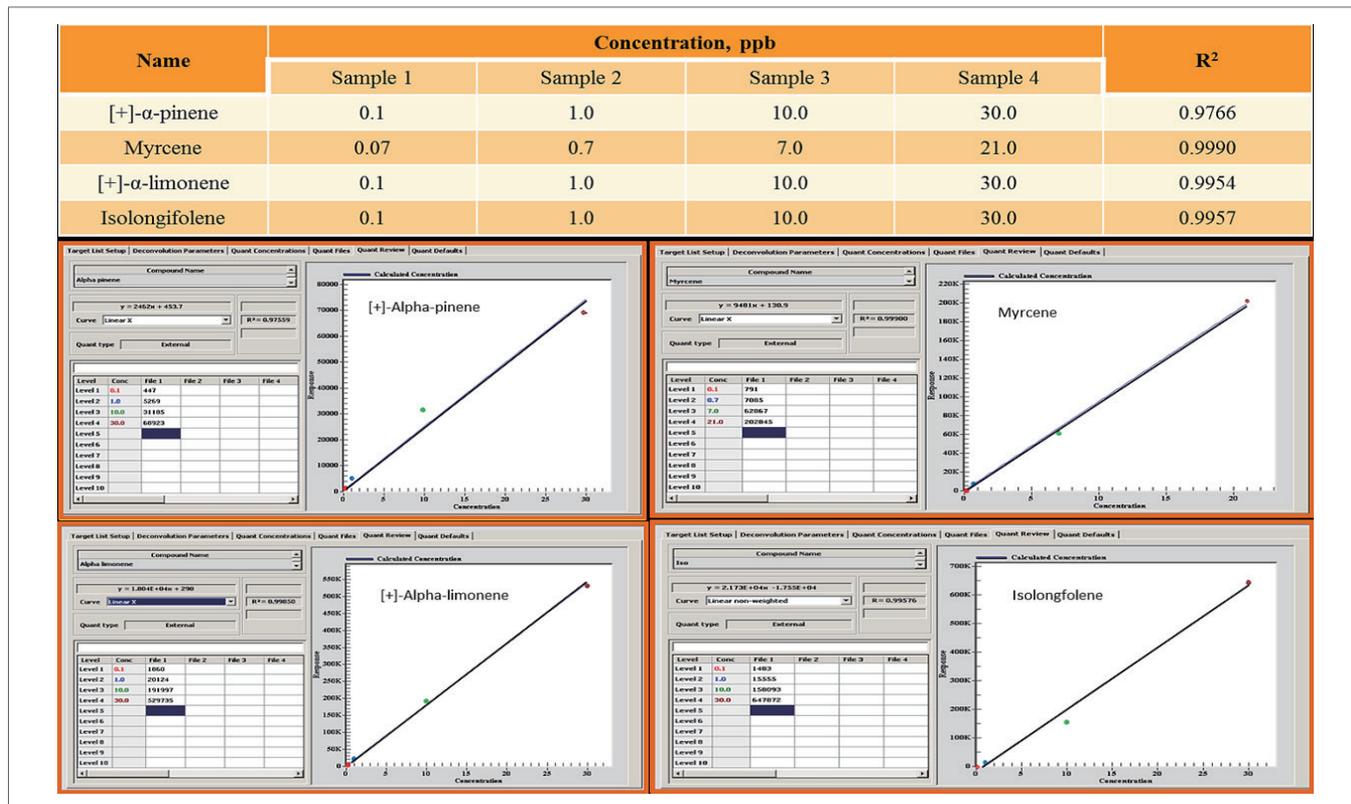


图 3、四种萜烯化合物的校准曲线

结论

在偏远野外地点的恶劣条件下，针对空气、水和固体基质样品中的挥发性与半挥发性有机化合物，痕量水平分析的需求正日益增长。这项研究表明，通过便携式 GC/MS 与快速样品前处理 / 进样技术的结合，目前已可取得实验室级别的仪器性能。这种组合能够基于定量与定性筛选目的开展各类环境分析，为非技术或无经验现场操作人员提供快速、操作性强的解决方案。本文证明，Torion T-9 GC/MS 系统可在 10 分钟内对一系列 ppt 级萜烯类化合物进行定性定量。

参考文献

1. Hand-Portable Gas Chromatograph-Toroidal Ion Trap Mass Spectrometer (GC-TMS) for Detection of Hazardous Compounds; J. A. Contreras et al., Journal of American Society of Mass Spectrometry, Vol 19, Issue 10, p 1425-14, (2008).
2. Trace Analysis in the Field Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry; T. V. Truong et al., Scientia Chromatographica, 6(1):13-26, (2014).
3. Torion T-9 Portable GC/MS Product Note, https://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/PRD_Torion-T-9-GCMS_012311B_01.pdf.
4. SPS-3 Sample Preparation Module for Torion T-9, [http://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/PRD_Sample_Prep_Station\(013095_01\).pdf](http://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/PRD_Sample_Prep_Station(013095_01).pdf).

珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司
地址：上海张江高科技园区张衡路1670号
邮编：201203
电话：021-60645888
传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



查看完整的全球办事处名单，请访问www.perkinelmer.com/ContactUs

©2017 PerkinElmer, Inc. 版权所有。保留所有权利。PerkinElmer® 是 PerkinElmer, Inc. 公司的注册商标。所有其他商标均为其各自所有者的财产。