

使用气相色谱/质谱联用仪通过热脱附法确定烛用蜡的香精

作者:

Lee Marotta

PerkinElmer Life and Analytical Sciences

简介

在芳香蜡烛的生产中，需要确定香精的含量以及转移到烛用蜡中的香精化合物的数量。此现场应用报告介绍满足此需求的快速、正确的方法。

测试样品为带香精和不带香精的蜡烛以及自身纯香蜡烛。

实验条件

我们采用了以下仪器进行分析：

- PerkinElmer® TurboMatrix™ 50 热脱附仪 (TD)
- 珀金埃尔默 Clarus® 500 气相色谱/质谱联用仪 (GC/MS)

分析的一个目的是确定哪种化合物会转移到蜡中；因此，确保热脱附技术不会导致化合物的误识别至关重要。为此，使用分析香精的通用方法向闪蒸汽化气相色谱仪进样器口净注射 0.4- μ L 的香精。将

1.0 μ L 的同一种香精注入到含有 Tenax® TA 和玻璃棉的热脱附管中，然后使用珀金埃尔默 TurboMatrix 50 热脱附仪将它脱附到分析柱上。图 1（第 3 页）用堆叠的方式显示了试管中的纯香精和进样器中的纯香精。

两次实验的分析参数相同，不同的是进样器口实验中的载体由恒定流驱动，而热脱附仪进样中的载体是由恒定压力驱动。此外，热脱附仪进样中的分离率较高；进样量应根据相应的分离率进行调整，以便在每次实验中载入到色谱柱上的数量大致相同。

下一步是从蜡中脱附香精并达到可接受的回收量，同时需要要将基体干扰降到最低程度。将 0.1411 g 烛用蜡插入到装有 1 cm Tenax® TA 和玻璃棉的 TD 玻璃样品管中。将空白蜡（无香精的基体）作为对照样品进行分析，以定性任何基体干扰。图 2（第 3 页）以堆叠方式表示了无香精烛用蜡、有香精烛用蜡和（从最初实验）注入到样品管中的 1.0- μ L 纯香精。

表 1 和 2 中分别包括热脱附仪和气相色谱/质谱联用仪的条件。

表 1. 热脱附仪参数。
脱附温度：150 °C
脱附流量：50 mL/分钟
脱附时间：10 分钟
吹扫时间：1 分钟
最低捕集温度：5 °C
最高捕集温度：290 °C
捕集保持时间：20 分钟
T 型管温度：280 °C
阀温度：225 °C
进样口分流：10 mL/分钟
出样口分流：40 mL/分钟
压力：20 psi

表 2. 气相色谱/质谱联用仪参数。
色谱柱：Elite 5ms – 60 m x 0.25 mm x 0.25 µm
柱温箱参数
初始温度：50 °C
初始温度保持时间：2 分钟
速度 1：3 °C/分钟
最终温度：270 °C
质谱仪参数
输送管温度：250 °C
源温度：240 °C
质量范围：35 至 500 amu
离子化模式：EI
扫描持续时间：0.2 秒
中间扫描延迟：0.1 秒
溶剂延迟：4.6 分钟

讨论和结果

以下计算了每次进样的峰面积比率。

- 低沸点化合物（乙酸乙酯）到中沸点化合物（肉桂醇）
- 低沸点化合物（乙酸乙酯）到高沸点化合物（葵子麝香）
- 中沸点化合物（肉桂醇）到高沸点化合物（葵子麝香）

进样口进样和热脱附仪进样的比率差别用于评估热脱附技术引入的潜在误识别。

参看表 3，纯净香精的进样口进样与通过热脱附仪进样引入的化合物间的面积比率具有可接受的相互关系；因此热脱附是一种可行的方法。

此外，在香精化合物沸点范围内可以从具有最低基质干扰的蜡烛中获得卓越的香精回收。在图 2（第 3 页）中，从试管脱附的纯香精的色谱图与从蜡烛中脱附的香精的色谱图匹配。

尽管 Tenax® TA 在此方法中用作吸附剂，此应用首选的捕集材料应为多床 Carbopack F、熔硅珠 (1/4)、Carbopack C (1/2) 和 Carbopack B (1/4)。这些吸附剂不仅比 Tenax® TA 更加稳定，而且通过使用多床吸附剂，高分子量的化合物将存留在弱吸附剂 Carbopack F 中；中沸点化合物将存留在 Carbopack C 中；Carbopack B（强于 Tenax® TA）提供了确保轻化合物不会裂开的安全性。这会提供增强的回收效果和高效的脱附效果。

表 3. 纯净香精的进样口进样与通过热脱附仪进样引入的化合物间的面积比率的相互关系。			
化合物	使用的化合物缩写	进样口进样面积	热脱附仪进样面积
乙酸乙酯	EA	83557104	60120632
肉桂醇（3-苯基-2-丙烯-1-醇）	CA	174102096	118224584
葵子麝香（氧杂环十七碳-8-烯-2-酮）	MA	326231296	229879664
	EA 与 CA 的面积比率	EA 与 MA 的面积比率	CA 与 MA 的面积比率
通过进样器口进样	0.480	0.256	0.534
通过热脱附仪进样	0.509	0.262	0.514
差异百分比	-5.96%	-2.11%	3.63%

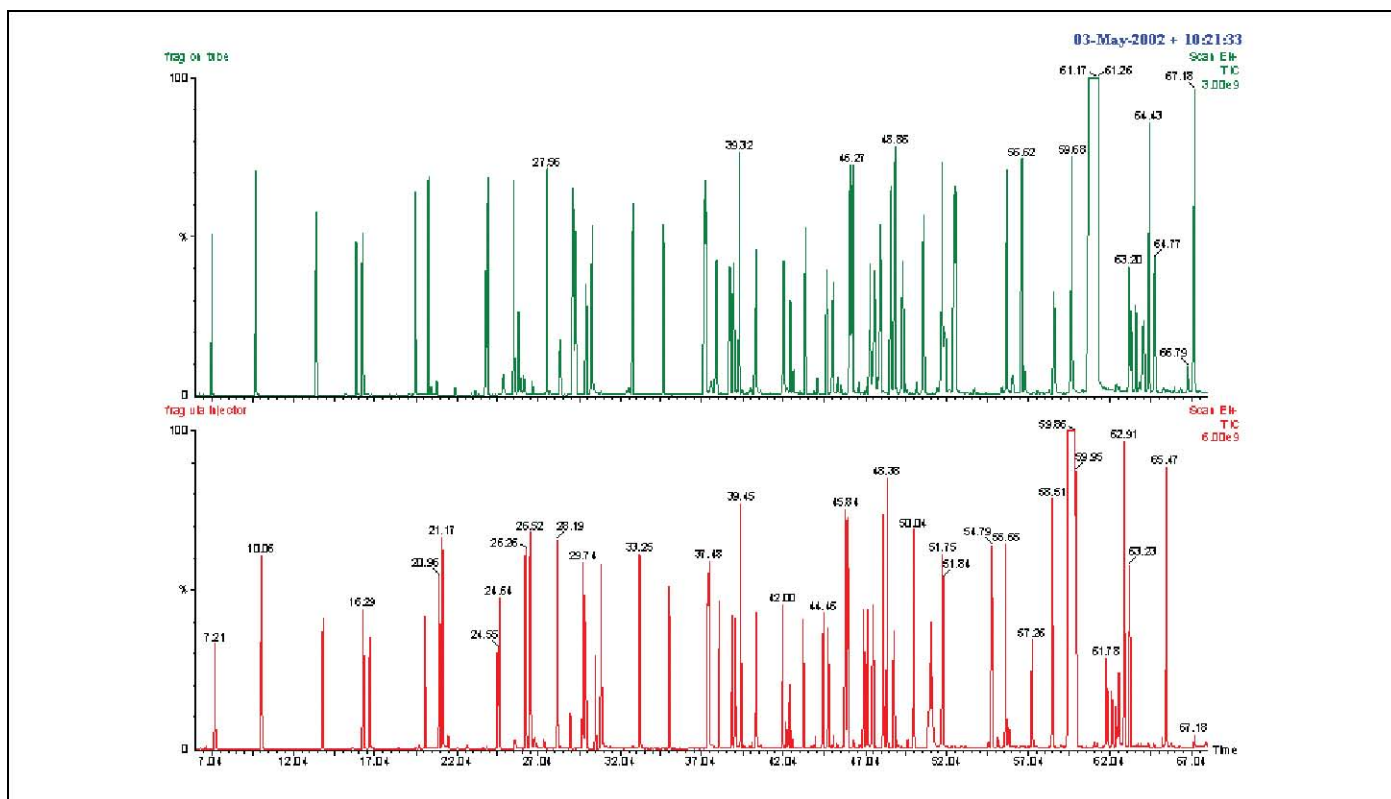


图 1. 从管中脱附的纯香精生成的光谱图与通过进样器口引入的样品的光谱图相互匹配。顶部色谱：注入到管中然后脱附到色谱柱中的 1.0 μL 香精。底部色谱：通过进样器口注入的 0.4 μL 香精。

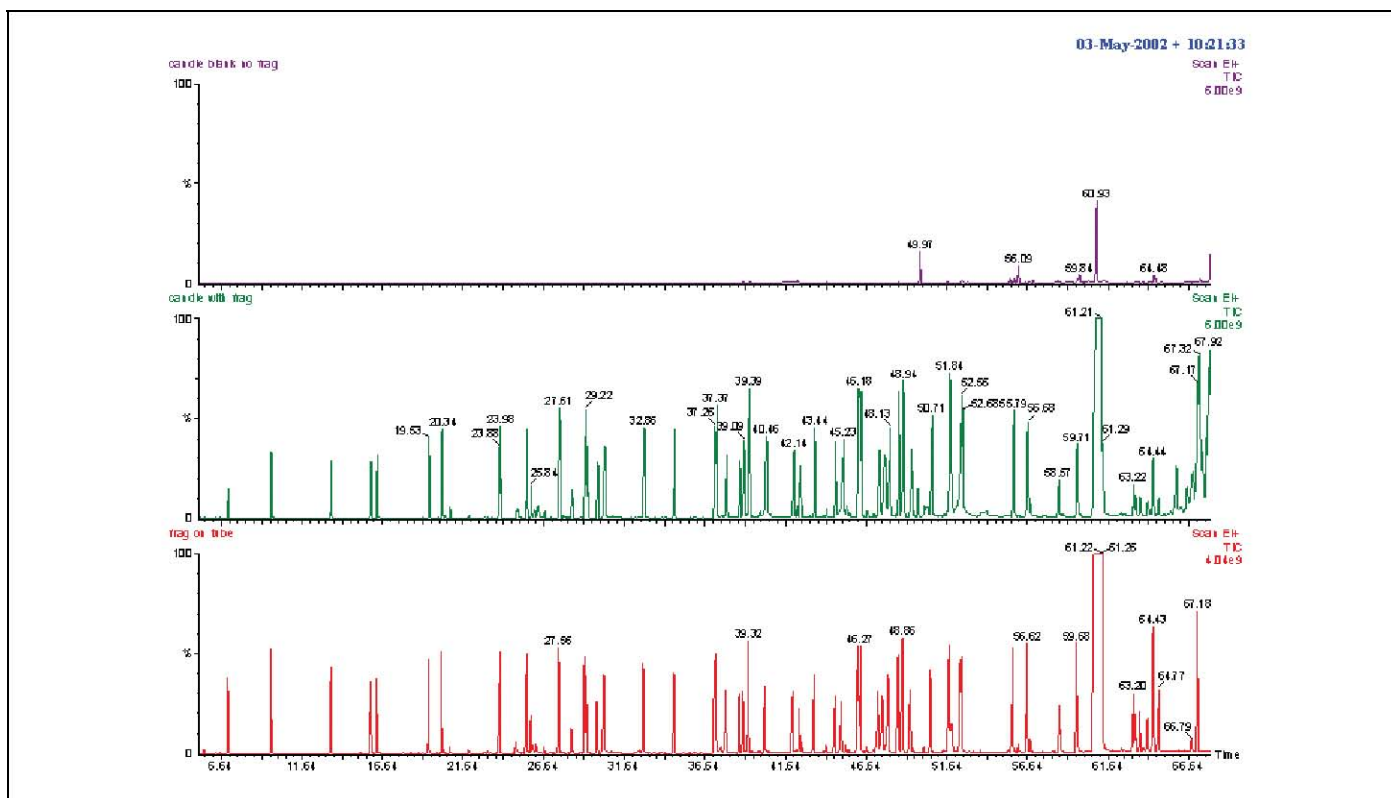


图 2. 比较无香精烛用蜡与带香精和纯香精烛用蜡的色谱差别。顶部色谱：无香精烛用蜡。中间色谱：带香精烛用蜡。底部色谱：从 Tenax[®] TA 管中脱附的 1.0 μL 纯香精。

珀金埃尔默 TurboMatrix 热脱附仪的一个显著优点是载气流速在脱附冷捕集时可以反转。当化合物在浓缩期间进入冷捕集时，气流流入冷捕集的方向是从弱吸附剂到强吸附剂，因此高分子量化合物不会进入到强吸附剂或中等强度的吸附剂中。当脱附进样的冷捕集时，气流会在捕集中反转；因此，高分子量化合物会高效地从弱吸附剂中脱附，而不会进入强吸附剂中。

对于多沸点混合化合物（如香精），最好使用多床吸附剂。如果只使用了单床吸附剂，可能会由于此吸附剂太弱，无法留存这样的化合物，导致浓缩期

间低沸点化合物开裂的风险，并且也存在由于吸附剂过强而不能释放这些化合物，导致捕集脱附期间无法脱附高沸点化合物的风险。

结论

作为材料测试中的一种分析方法，热脱附有着巨大的优势。这个方法提供了快速、可靠的自动化技术，增强了回收效果和精度（与液体萃取相比更是如此），消除了萃取溶剂产生的干扰。此外，热脱附还为多种无法进行液体萃取的基质提供了解决方案。

PerkinElmer Life and
Analytical Sciences
710 Bridgeport Avenue
Shelton, CT 06484-4794 USA
电话: (800) 762-4000 或
(+1) 203-925-4602
www.perkinelmer.com

要获取全球办事处的完整列表，请访问 www.perkinelmer.com/lasoffices

©2007 PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。珀金埃尔默徽标和外观设计是珀金埃尔默有限公司的注册商标。Clarus 和 PerkinElmer 是珀金埃尔默有限公司的注册商标，TurboMatrix 是珀金埃尔默有限公司的商标。Tenax 是 Supelco, Inc. 的注册商标。文中提及的其它非珀金埃尔默有限公司及其子公司所有的其它商标均为其各自所有者的财产。珀金埃尔默保留随时更改此文档的权利，对于编辑、图片或排版错误概不承担任何责任。

我们对“现场应用报告”中出现的数据不提供任何保证。实际性能和结果取决于使用的确切方法和实验室条件。此数据应只用于表示仪器在某一特定分析中的应用性，而不作为对性能的保证。