

比较使用 DVB/碳 WR/PDMS 固定相的 Agilent SPME Arrows 和 Agilent SPME 纤维头对游离挥发酚的响应

作者

Jessica Westland
安捷伦科技有限公司

摘要

固相微萃取 (SPME) 已成为使用广泛的挥发性芳烃萃取技术之一。由于此技术操作简便、适用于自动化、减少有机溶剂用量以及可在气相色谱仪中直接热脱附，因此得到普遍应用。此外，SPME 可将分析物的基质分离与浓缩步骤结合在一起。随着 Agilent SPME Arrows 的推出，如何在 Agilent SPME 纤维头和 SPME Arrow 之间进行选择已成为常见的应用问题。本应用简报展示了 Agilent DVB/碳 WR/PDMS SPME Arrow (1.1 mm) 大体积吸附相在萃取效率上的优势。

实验部分

对于 SPME 纤维头和 SPME Arrows，都有类似的部件值得注意（图 1）。SPME 纤维头或 SPME Arrow 顶部的彩色刚压可指示固定相的类型。可调式针头导杆可控制隔垫穿刺针。隔垫穿刺针有两个用途。第一个用途是刺穿隔垫以进行萃取和脱附。第二个用途是容纳并保护固定相。对于 SPME Arrow，隔垫穿刺针仅用于容纳并保护固定相。使用 SPME Arrow 时，箭形的隔垫穿刺针尖会刺穿隔垫。

SPME 纤维头特性

SPME 纤维头的固定相长为 10 mm，吸附相表面积为 9.4 mm^2 ，吸附相体积为 $0.6 \mu\text{L}$ 。

SPME Arrow 特性

SPME Arrows 将痕量级灵敏度和高机械稳定性有机结合。SPME Arrow 的外径为 1.10 或 1.50 mm，因此可提供较大的吸附相表面和体积（图 2）。箭形尖端可顺利刺穿样品瓶和进样器隔垫。与传统 SPME 纤维头相比，SPME Arrow 设计可充分保护吸附材料，从而尽量减少转移过程中的不利影响和分析物的损失^[1]。

方法

事实证明，顶空固相微萃取可作为气相色谱/质谱分析 (GC/MS) 快速高效的采样方法。这项技术广泛用于测定葡萄酒中的挥发性化合物。愈创木酚和 4-甲基愈创木酚是烟污染葡萄及葡萄酒中主要的检测目标化合物。选择 DVB/碳 WR/PDMS

SPME 相是因为它们能够选择性萃取气味和风味化合物。在与 Agilent 5977B GC/MSD 系统配套使用的 Agilent 8890 气相色谱系统上安装 Agilent PAL3 自动进样器（具备进样模块自动更换功能）。SPME 顶空参数、GC 方法设置及 MS 条件分别列于表 1、表 2 和表 3 中。

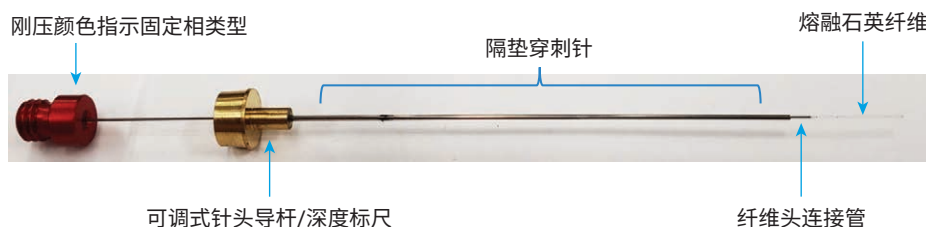


图 1. 经典 100 μm PDMS SPME 纤维头特性

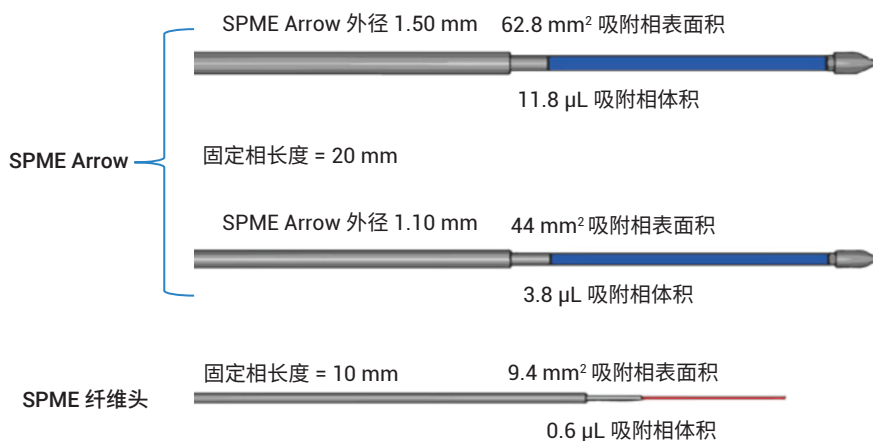


图 2. SPME Arrows 和 SPME 纤维头的吸附相表面积和吸附相体积比较

表 1. SPME 顶空参数

参数	设置
预老化时间	3 min
预老化温度	250 °C
孵化时间	5 min
Heatex 搅拌器速度	1000 rpm
Heatex 搅拌器温度	40 °C
样品萃取时间	10 min
样品脱附时间	3 min

表 2. Agilent 8890 气相色谱仪设置

参数	设置
进样口衬管	安捷伦超高惰性衬管，不分流，直型，0.75 mm 内径，推荐用于 SPME 进样 (部件号 5190-4048)
进样口模式，温度	不分流，250 °C
控制模式	恒流 (1.2 mL/min)
色谱柱	Agilent J&W DB-HeavyWAX 气相色谱柱，30 m, 0.32 mm, 0.25 μm (部件号 123-7132)
柱温箱升温程序	120 °C (保持 1 min) ; 以 10 °C/min 升至 250 °C (保持 0 min) ; 以 60 °C/min 升至 280 °C (保持 0 min)

表 3. Agilent 5977B GC/MSD 条件

参数	设置
传输线	280 °C
采集模式	SIM
溶剂延迟	3.0 min
调谐文件	HES_Atune.u
扩增	1
质谱离子源温度	280 °C
质谱四极杆温度	150 °C

样品前处理

- 20 mL 顶空样品瓶和瓶盖 (部件号 5188-6537 和 5188-2759)
- 10 mL 样品中加入 4 g NaCl
- 样品加标浓度为 50 ppb
- Agilent SPME 纤维头, DVB/C-WR/PDMS/10 (部件号 5191-5874)
- Agilent SPME Arrow DVB/碳 WR/PDMS, 1.10 mm, 120 μm (部件号 5191-5861)

结果与讨论

除愈创木酚和 4-甲基愈创木酚外, 对烟污染葡萄酒的分析通常还包括其他目标分析物 (图 3)。使用 SPME Arrow 对灵敏度的提高已得到公认。比较通过 SPME 纤维头或 SPME Arrow (1.10 mm) 提取的信号响应, 两者均具备相同的 DVB/碳 WR/PDMS SPME 固定相。与 SPME 纤维头相比, 使用 SPME Arrow (1.10 mm) 响应的增加如图 3 所示。图 4 和图 5 分别

体现了烟雾影响分析中两种主要目标化合物愈创木酚和 4-甲基愈创木酚响应的增加。使用 SPME Arrow (1.10 mm; 部件号 5191-5861) 时, 愈创木酚的响应是使用 SPME 纤维头 (部件号 5191-5874) 获得的四倍。使用 SPME Arrow 获得的 4-甲基愈创木酚响应是 SPME 纤维头获得的 7 倍。

有关此方法的更多信息, 请参见安捷伦应用简报使用 SPME 分析烟污染葡萄酒中的游离挥发酚^[2]。

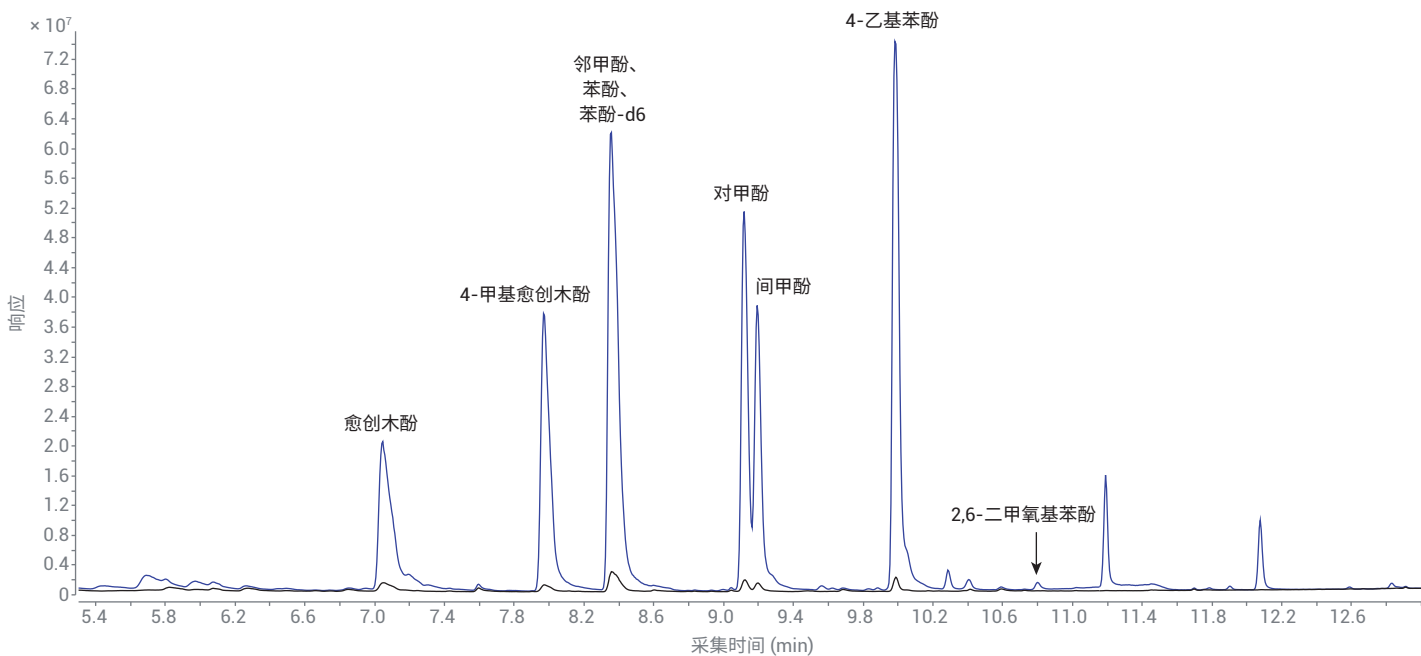
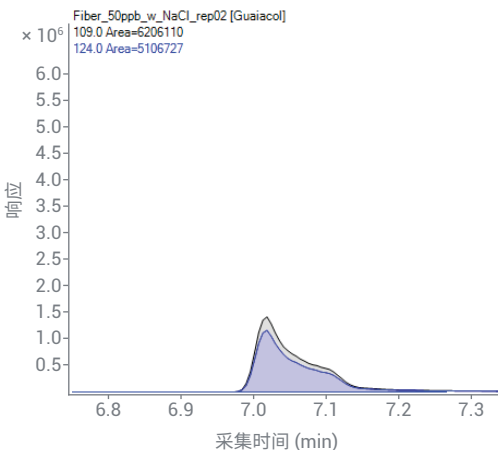


图 3. 使用 Agilent SPME 纤维头, DVB/C-WR/PDMS/10 (部件号 5191-5874, 黑色谱图) 和 Agilent SPME Arrow, DVB/碳 WR/PDMS, 1.10 mm, 120 μm (部件号 5191-5861, 蓝色谱图) 萃取 50 ppb 烟污染化合物后的 TIC 扫描

愈创木酚

A SPME 纤维头



B SPME Arrow, 1.10 mm

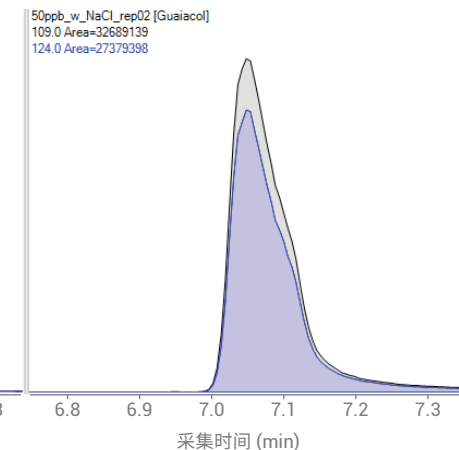
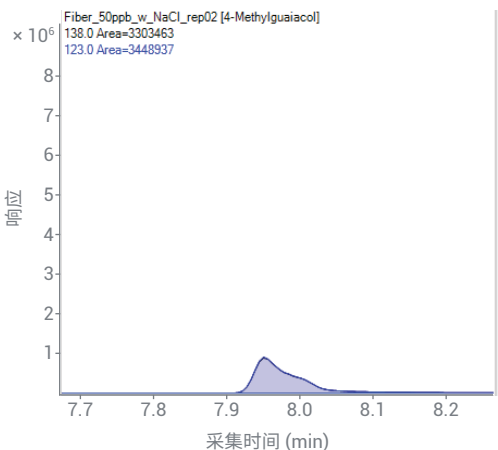


图 4. 使用 A) Agilent SPME 纤维头, DVB/C-WR/PDMS/10 (部件号 5191-5874) 和 B) Agilent SPME Arrow, DVB/碳 WR/PDMS, 1.10 mm, 120 μ m (部件号 5191-5861) 萃取 50 ppb 愈创木酚后的 SIM 谱图

4-甲基愈创木酚

A SPME 纤维头



B SPME Arrow, 1.10 mm

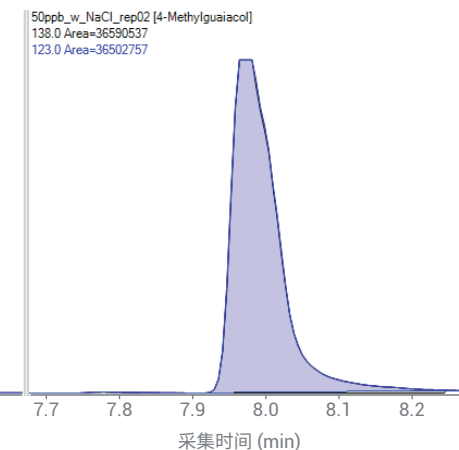


图 5. 使用 A) Agilent SPME 纤维头, DVB/C-WR/PDMS/10 (部件号 5191-5874) 和 B) Agilent SPME Arrow, DVB/碳 WR/PDMS, 1.10 mm, 120 μ m (部件号 5191-5861) 萃取 50 ppb 4-甲基愈创木酚后的 SIM 谱图

结论

在本应用简报中, Agilent DVB/碳 WR/PDMS SPME Arrow (1.1 mm) 展示了较大的吸附相体积对萃取效率的显著优势。

参考文献

1. PAL Smart SPME Arrows: Bigger, Smarter, Better. PAL System – Ingenious sample handling, CTC Analytics AG **2020**
2. Westland, J.; Abercrombie, V. Analysis of Free Volatile Phenols in Smoke-Impacted Wines by SPME (使用 SPME 分析烟污染葡萄酒中的游离挥发酚), 安捷伦科技公司应用简报, 出版号 5994-3161EN, **2021**

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

DE44288.361724537

本文中的信息、说明和指标如有变更,恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2021

2021年5月26日, 中国出版

5991-3160ZHCN