

# INDEX

## 预浓缩机构



© Smart Nose Inc., 2008



Patent pending

挥发性有机物分析用的预浓缩新工艺

## 引言：

在当前的化学分析中，样品的配置一直是一个最大的问题。该配置经常是为了达到以下目的：

- 净化 (尤其是选择样品的一个值得注意的分段)。
- 充实 (积聚足以分析每个物质的数量)。

正如顶空分析 (headspace) 这种样品配置的方法具有以下多种优势，所以日益被人们所采用：

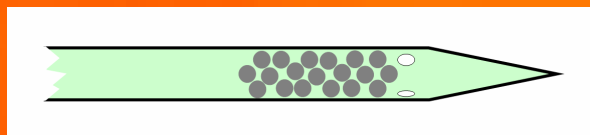
重现性好，配制迅速，可自动化操作。

而且，静态的顶空分析不必采用对周围环境有害的溶剂或化学物质。

然而，顶空分析的最大缺陷是缺乏灵敏度。因此将样品中微弱信息通过一个预浓缩阶段的收集就成了必不可少的事了。

当今市面上存在一些称为固态萃取技术，并且也有一定的市场。然而它们还受到寿命太短，能力太弱，重现性不够等不少缺陷。因此不能适应作定量分析，成本过高，尤其是与一个自动注射器组合使用时。

**INDEX** 机构 (Inside Needle Dynamic Extraction : 针管内动态萃取) 是习惯使用的萃取方法有利的交替。机构包含一个针管内配有固体粒子形状吸附阶段的针筒(已申请专利)。



INDEX 针示意图

## 套件：



图. 1

基础组件包括配备 Luer 联接的 2.5 ml 顶空针筒和两个标志着不同吸附材料的可卸换的针：

- T 表示 Tenax® 和
- S 表示 "Silox" (硅酮衍生物为底基的聚氧化物, SMart Nose 专有的)
- X 表示特殊制作

每根针都有其鉴定编号和质量证书。



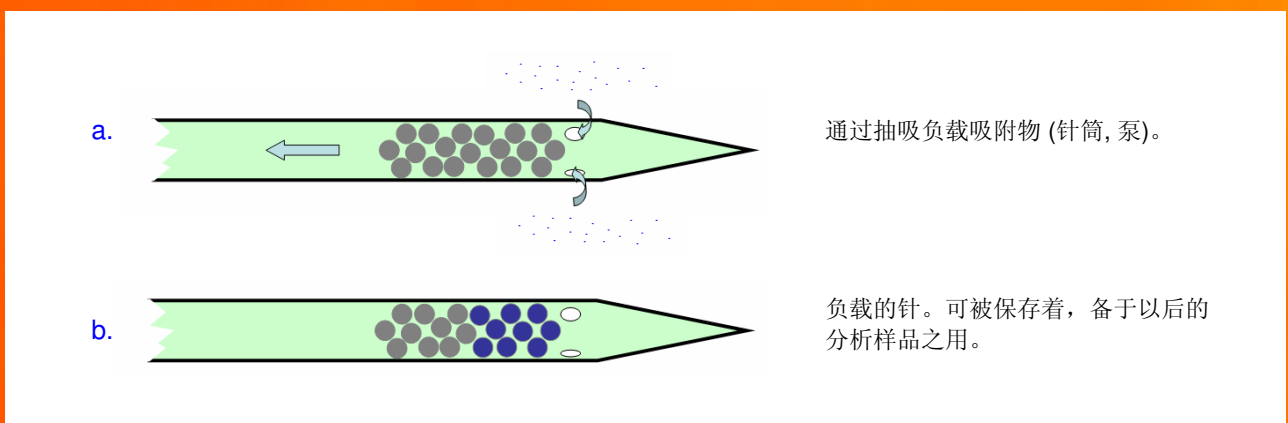
图. 2



图. 3

原理：

解吸或清洗后 (空气调节, 图 c. 和 d.), 针已待重新负载新的样品。这个浓缩过程是在穿过针 (a.) 通过顶空实施的。理想的流量是在 5 和 30 ml/min 之间, 可借助一个针筒或一个容量抽取测定的泵 (图. 5)。

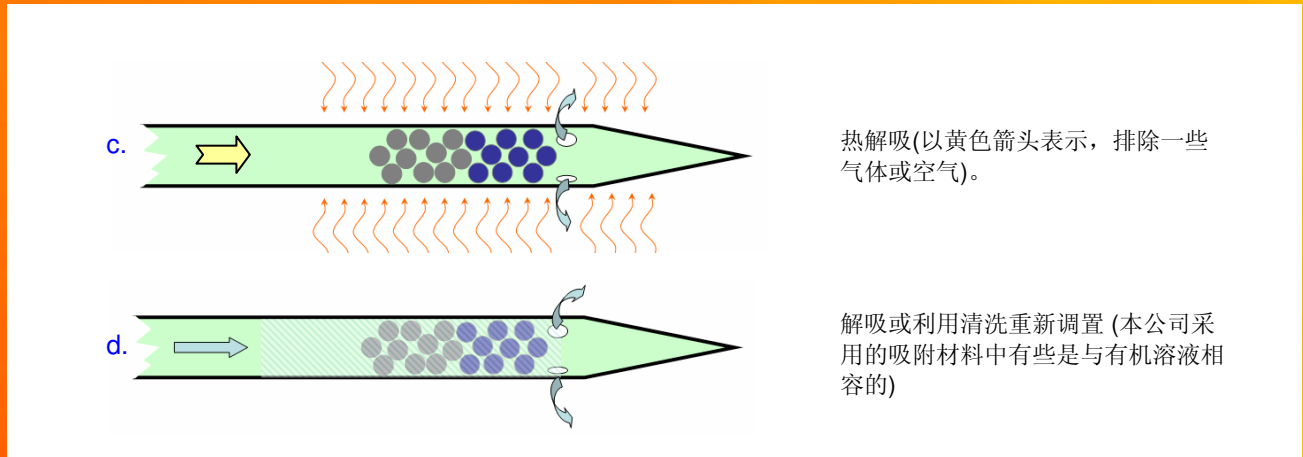


装载在 INDEX (b.) 针上的样品可以在适当密固环境中保存几个星期\* (INDEX-Cons-Vial)。

\*: 取决于样品的稳定性。

## 分析：

负载的针装上特殊的 Luer 针筒，将针尽可能深地插入到色谱分析仪的热注射器中，一般就能使浓缩的 COV 进行热解吸 (c.)。为了预防样品的扩散，建议在注射前在针筒中预先抽取一些气体或空气，并在解析时排出这些气体 (c., 黄色箭头)。



另外还有一种变型, 采用的吸附物 (例如: Silox, 活性炭) 可用溶剂来解吸 COV (d.)。这种技术清洗效果很好, 能清除前一分析中可能残留物。

## 功能型式：

SMart Nose SA 的 INDEX 机构提供了一个很大的使用灵活性, 机构可以人工操作或自动操作。针筒和针的大小尺寸完全与 CTC Analytics 公司的 Combi Pal 自动注射器和常用的色谱仪注射器相兼容。

图. 4.  
Combi PAL 自动注射器用的  
装入针筒加热炉中的 INDEX  
机构。



图. 4

## 使用 Combi PAL 的自动功能：

针筒在样品上空上下来回动作的同时\*，就强制了样品的顶空，也就是说有机物质的负载气体通过吸附物，并卸载。经初步的计算，越是流量通过在吸附物上，就越是充载。机构相当活跃，在定量分析中很起作用。经过可能的清洗过程，用加热或通过在适合的溶剂里清洗，吸附体可以解吸，经常也可以直接在分析仪的输入口进行清洗 (例如色谱仪的注射器)。

\* :为了使该种技术具有更大的灵活性，建议采用 CTC Analytics 公司的 Cycle Composer 软件。除了该软件外，本公司还可以提供例如序列和方法之类的程序，以利最佳化使用 INDEX 针。

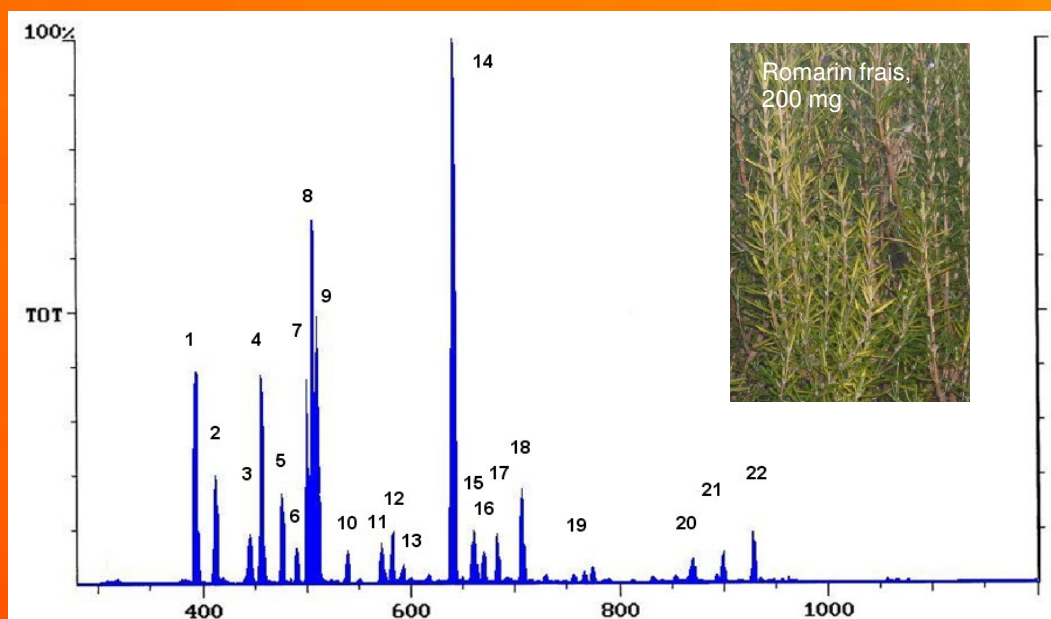
对于针的配置条件，建议采用一个特制的加温炉 (Needle heater for INDEX)，该炉与 SPME 纤维同样也是相容的。

## 自动型式应用的举例说明：

4 根新鲜的迷迭香草 (约 200 mg)，放在 10 ml 大的并在 70°C 温度下加热 5 分钟的样品瓶中。每次浓缩 0.5 ml，20 次循环后，INDEX 针 (Tenax®) 在保持 250°C 的色谱仪注射器中解吸 20 秒钟。

色谱条件：60°C 保持 2 分钟，然后每分钟升 5°C 一直升到 220°C。DB5 型的色谱柱，30 米，0.25 毫米直径。探测：离子阻扰，45 至 350 uma 扫描。

1.  $\alpha$ -蒎烯
2. 茨烯
3.  $\alpha$ -葑醇
4.  $\beta$ -蒎烯
5.  $\alpha$ -水芹烯
6.  $\alpha$ -蒎品烯
7. 对伞花烃
8. 柠檬烯
9. 桉树脑
10. 3-蒎烯
11. 蒎品烯
12. 3-二氢化香茅醇
13. p-甲苯偶酰醇
14. 樟脑
15. 沉香醇
16. 异松桉酮
17. 松香芹酮
18.  $\beta$ -石竹烯
19.  $\gamma$ -蒎品醇



## 手工型式操作功能说明：

下图说明手工冲载 INDEx 针的两种可能性，也即不使用自动注射器的情况下的操作：

- 在施加压力（采用气体或一根传统的针筒）同时，强制顶空穿过 INDEx 针。
- 采用一个泵使顶空吸入。医用的抽取泵完全适合这个操作 (图. 5)。



## 手工型式应用的举例说明：

聚氨酯泡沫塑料(汽车坐垫)发出的挥发性气体：将约 200 g 的泡沫塑料放入铝袋中，保持在 40°C 温度下 2 个小时。用 INDEx (PMS) 针刺穿铝袋壁并采用一个抽取泵穿过针吸取 10 分钟左右使顶空有 100 ml 容积 (图. 5)。针在保持 280°C 色谱仪注射器中进行 20 分钟的解吸。

色谱条件：与上例相同。

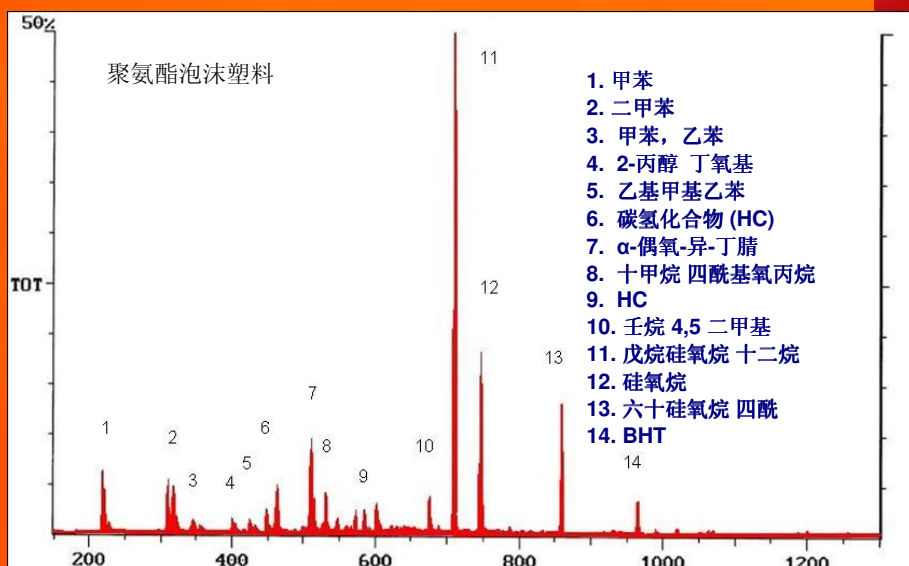


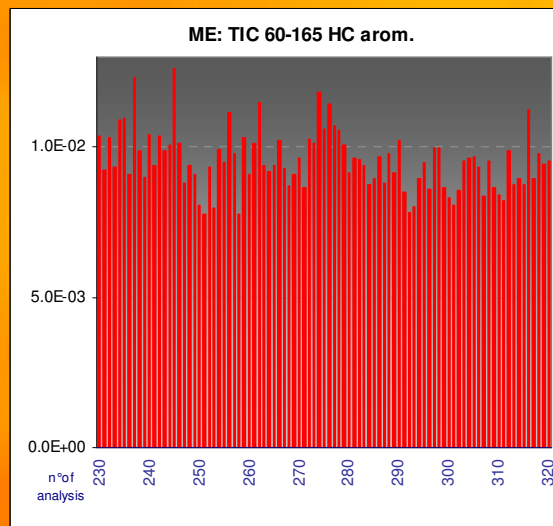
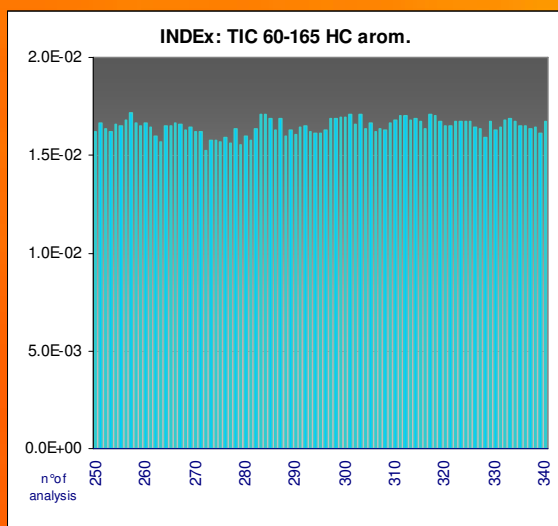
图. 5

## 重现性：

疲劳测试时，INDEX ( Silox ) 针曾用于相同样品 100 多次测试：针内装有芬香的碳氢化合物混合物。

探测器：SMart Nose® 机构 (总体质谱仪)。

下面左图表明 INDEX 预浓缩后，在包含 60 和 165 uma 质子之间的总离子流的变化。右图，由微萃取进行的相同型式的测试，则说明了测试中较大的离散。



## 科学文献记载：

Irmler, S., Heusler, M.-L., Raboud, S., Schlichtherle-Cerny, H., Casey, M. G., Eugster-Meier, E. Rapid volatile metabolite profiling method of *Lactobacillus casei* strains: selection of flavour producing cultures, *Australian Journal of Dairy Technology*, **61-2**, 123-127, (2006).

S. Ampuero, S. Bogdanov, J.-O. Bosset. Classification of unifloral honeys with an MS-based electronic nose using different sampling modes: SHS, SPME and INDEX. *European Food Research and Technology*, **218**, 198-207 (2004).

Pillonel, L., Ampuero, S., Tabacchi, R. and Bosset, J.O. Analytical methods for the determination of the geographic origin of Emmentaler cheese. Volatile compounds by GC/MS-FID and electronic nose. *Eur. Food Res. Technol.* **216**, 179-183 (2003).

Pillonel, L., Altieri, D., Raphael Tabacchi, R., & Bosset, J.O. Comparison of efficiency and stability of two pre-concentration techniques (SPME and INDEX) coupled to an MS-based "Electronic Nose". (2003).

Pillonel, L., Bosset J.O., Tabacchi., R. Rapid Pre-concentration and Enrichment Techniques for the Analysis of Food Volatile. A Review. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **35**, 1-14 (2002).

Pillonel, L., Bosset, J.O. & Tabacchi, R. Data Transferability Between two MS-Based Electronic Noses Using Processed Cheeses and Evaporated Milk as Reference Materials. *European Food Research and Technology*, **214**, 160-162 (2002).

Pillonel, L., Bosset J.O., Tabacchi., R. Rapid Pre-concentration and Enrichment Techniques for the Analysis of Food Volatile. A Review. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **35**, 1-14 (2002).

## 信息和基准：

说明	基准
装有 Silox 的 INDEx 针 (附质量保证书)	INDEx-S
装有 Tenax® 的 INDEx 针 (附质量保证书)	INDEx-T
装有活性碳的 INDEx 针 (附质量保证书)	INDEx-X-AC
装有客户固有材料的 INDEx 针	INDEx-Special
2.5 ml 的 LuerLock 针筒	INDEx-Syr-LL
操作启动的套件包括： 1 根装有 Silox 的 INDEx 针 1 根装有 Tenax® 的 INDEx 针 (附质量保证书) 1 个 2.5 ml 的 LuerLock 特殊针筒	INDEx Starting Kit
抽取泵 (如图. 5 或模拟式)	INDEx-Sampl.-Pump
10 个附盖的保存瓶	INDEx-Cons-Vial

## CTC Combi PAL 自动注射器用的特殊附件：

说明	基准
循环合成软件 + 序列举例和 INDEx 方法	CTC-CC-INDEx
INDEx 针配置加热炉 (温度可编程至 350°C, 也适合 SPME)	CTC-NdleHeat-INDEx
2.5 ml 针筒加热炉 (温度可编程至 150°C, 也适合 HS)	CTC-MSH 02-00
INDEx-Syr-LL 针筒用替换柱塞	INDEx-Syr-Plunger
10 ml 无色样品瓶, 每盒 100 个	10ml-vials-clear
20 ml 无色样品瓶, 每盒 100 个	20ml-vials-clear
附硅酮 / PTFE 垫圈的样品瓶磁性盖 每袋 100 个	Caps-Mag-Si

本说明书所描述的产品外观，技术特性可接受随时改进的需求。

SMart Nose SA  
Fleur-de-Lys 9  
CH-Marin-Epagnier (Suisse)  
Tél. : + 41 32 754 35 36  
Fax : + 41 32 754 35 37  
www.smartnose.com

