

【仪器心得】TDU 热脱附使用心得

朱建设

(哲斯泰（上海）贸易有限公司，上海 201206)

热脱附实际上是一种 GC 进样技术或样品引入方式。热脱附是利用加热方式，将样品中的挥发性有机化合物及半挥发性有机物形式被释放。我们知道标准 GC 进样（液体或顶空）进样时间在几毫秒到几秒之间瞬间完成，固相微萃取 SPME 也是比较快的，样品组分很快进入气相色谱柱。而热脱附的样品热脱附则需要更长时间，化合物传输在几分钟的时间内，这样如果样品直接进入柱子的时间会比较长，会造成色谱峰拖长，峰形会很差。所有必须有冷阱进行二次冷聚焦后再传送到色谱柱，以获得理想的色谱峰。

热脱附是一种简单，快速的分析方法，无须复杂的样品前处理方式。

由于热脱附在香气香味物质测定具有非常大的优势，广泛用于挥发性成分的测定，省事省力，效率高，灵敏度高。给香气香味样品或其它样品的前处理带来极大方便。

所以 2011 年时候，决定购买一套德国 Gerstel 的热脱附 TDU。安装在原有的 GCMS 上面。



图 1 安装 TDU 的 GCMS 和 MPS 自动进样系统

1. TDU 介绍

热脱附 TDU 不仅仅可以进样直接热脱附或 Tenax 吸附管热解析，还可以进行 SBSE (stir

bar sorptive extraction 搅拌棒吸附萃取)，薄膜固相微萃取 TF-SPME，或者进行其它吸附方式的热解析。可以应用于各种基质的样品前处理，例如各种食品饮料，酒类，茶叶，植物，冰淇淋，奶制品，酸奶，菜肴，水，香精等样品，甚至一些“脏”的基质的提取分析。

使用 TDU 需要大体积冷阱进样口 CIS4。CIS=Cooling Injection System，也就是通常讲的 PTV。它可以进行普通分流/不分流进样，溶剂吹扫大体积进样等，进样口程序升温。这套 TDU-CIS4 系统制冷采用 UPC 制冷装置（帕尔贴制冷），可以快速冷却到 10℃以下，里面的制冷剂是 50%乙醇+50%水。TDU 和 CIS4 温度和气流控制由 506 控制器来完成。

2. TDU 特点优势

这套热脱附 TDU 系统的特点是整个系统没有阀门，没有传输线，避免死体积或冷点等。稳定性高，维护简单。

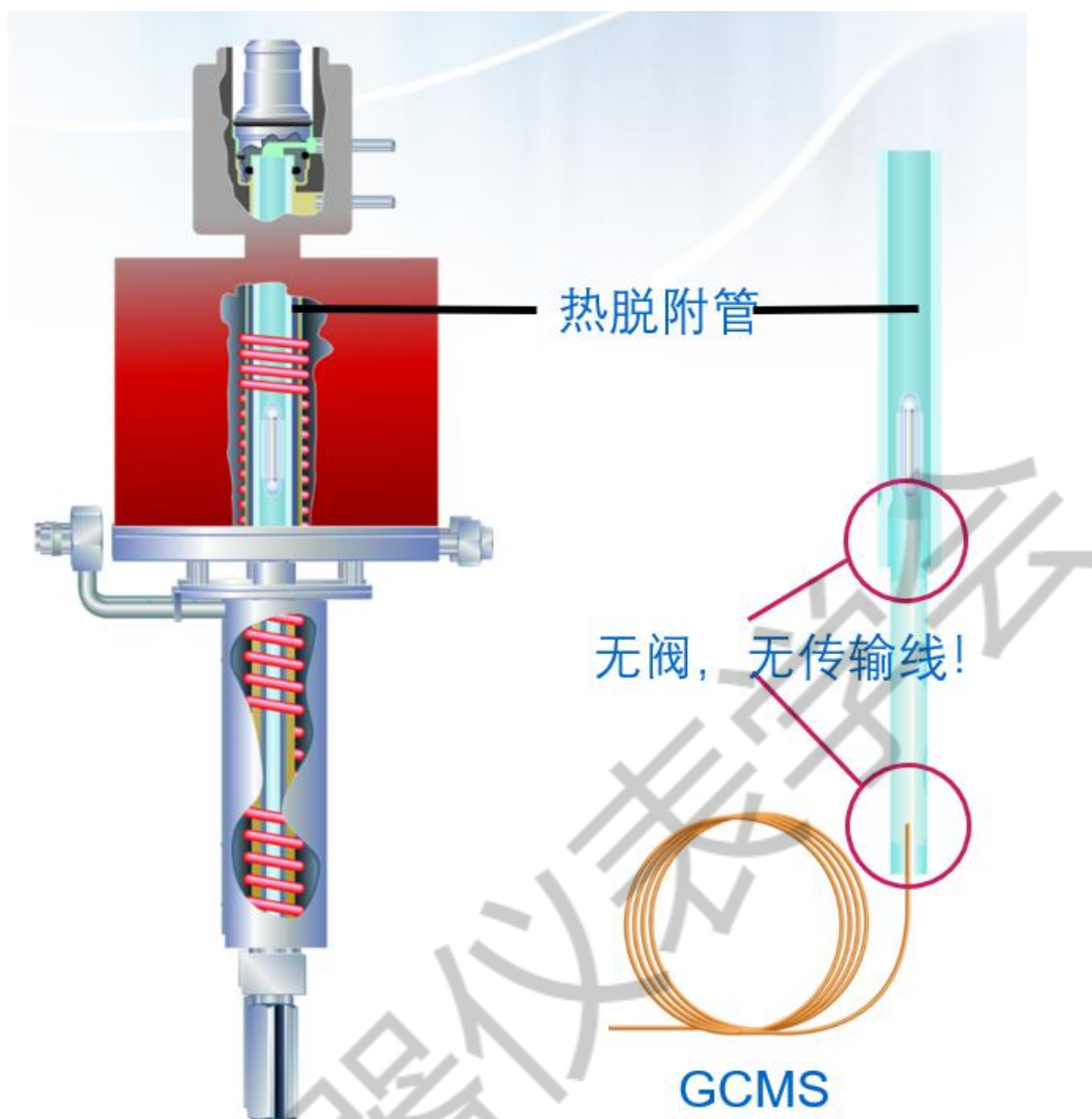


图2 TDU-CIS 系统示意图

从图2 TDU-CIS 系统示意图看出来热脱附 TDU 是直接蹲在大体积冷阱进样口的上面。热脱附 TDU 的热脱附管嵌套 CIS 冷阱的衬管，传递样品效率非常高。

3 热脱附 TDU 应用举例

使用这套热脱附 TDU 做了大量香气分析研究工作，也发表了很多文章。

其中 TDU 最常用的一种样品前处理方式是搅拌棒吸附萃取（SBSE）技术，是一种绿

色的无溶剂萃取技术，使用带有吸附层的磁力搅拌棒，高效萃取并且富集液相或气相样品中的挥发性及半挥发性的有机化合物。SBSE 的萃取原理与 SPME 类似，集采样，萃取，浓缩，净化于一体，利用分析物在样品，顶空和吸附层三相之间的分配系数，在达到平衡后完成萃取过程。有顶空式和浸入式两种基本萃取方式。SBSE 比大多数传统萃取技术的萃取时间要短得多，并且有更高的灵敏度。图 3 是茶水的 SBSE 和 SPME 比较。明显看出来 SBSE 的灵敏度要比 SPME 高。尽管 SBSE 采用分流进样模式，而 SPME 采用不分流进样模式，如果 SBSE 采用不分流模式，那峰会大许多。特别在中后段 SBSE 明显具有很大优势。茶水关键香气化合物茉莉内酯，吲哚的峰远远高许多。

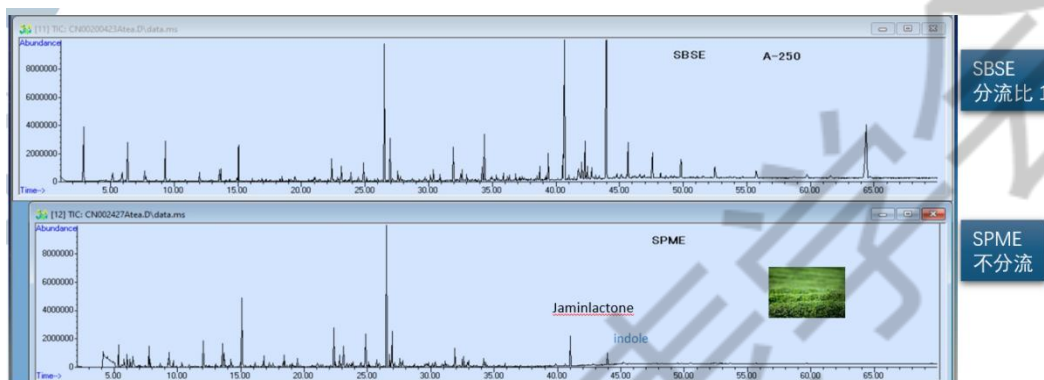


图 3 茶水的 SBSE 和 SPME 比较

下面是月饼的 SBSE 分析：

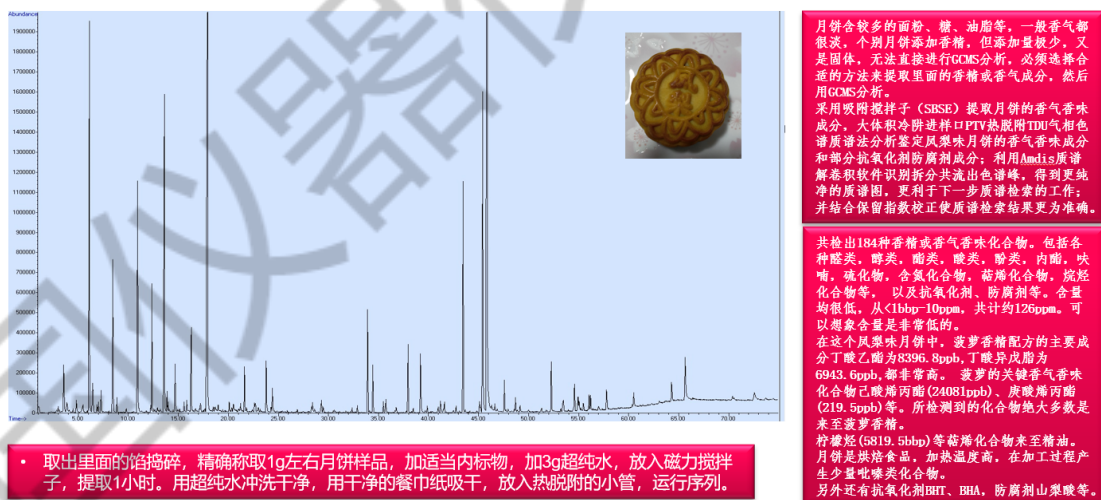


图 4 月饼的 SBSE 分析

下面为咸味香精直接热脱附分析。

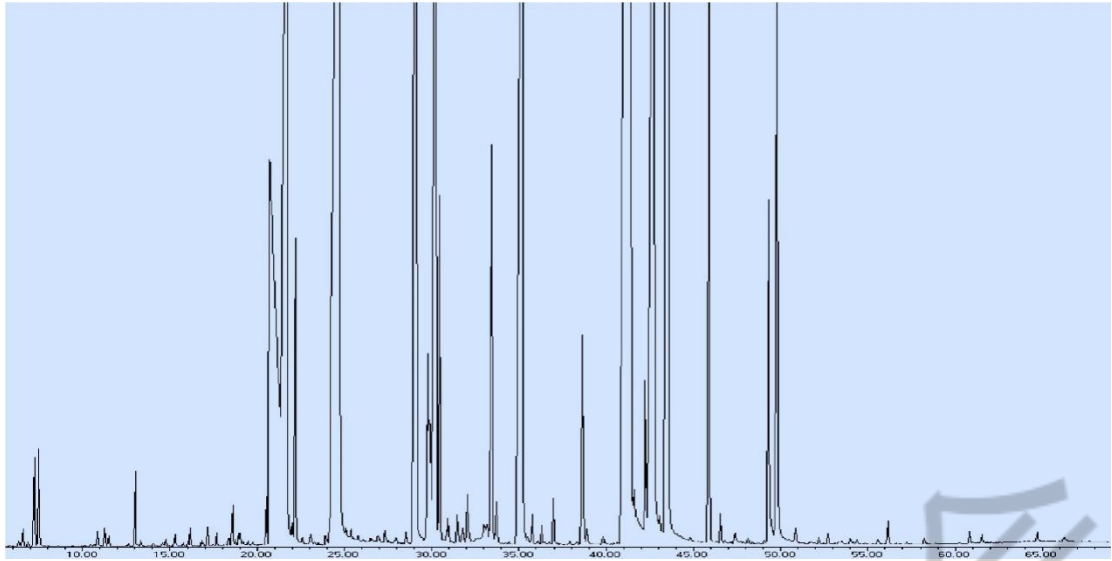


图 5 某些含油脂咸味香精样品热脱附解析的总离子色谱图 (TIC)

4. 维护和保养

这套 TDU-CIS4 系统维护的地方比较少，也比较简单，例如更换 CIS 衬管（和普通进样口一样，使用时间久了，衬管也会脏的）。对 UPC 制冷装置（帕尔贴制冷）进行维护。需要定期更换制冷剂。

（全文完）