

根据 IP585，使用 GCMS SCAN/SIM 模式测定航空燃料中的脂肪酸甲酯 (FAME)

07-GC-21007-CN

Jessin Mathai、Shailesh Damale、Raj Makhamale 和 Kumar Raju。
岛津中东非洲 FZE- 迪拜

对用户的好处

- ◆ 一种根据拟定的 IP 585 方法测定航空燃料中的 6 种脂肪酸甲酯的 GCMS 方法
- ◆ 该方法具有较高的灵敏度（信噪比），可轻松满足 IP 方法对单个脂肪酸甲酯的标准。

■ 引言

喷气燃料或航空燃料 (AVTUR) 是用于飞机燃气涡轮发动机的石油产品。它是多种碳氢化合物的混合物，这些碳氢化合物的个体含量因石油来源不同而异。

近年来，将 AVTUR 与生物柴油混合使用成为一种趋势，用以克服对石油资源的过度依赖。生物柴油是一类燃料，通常由植物油或植物脂肪生成。生物柴油由短链或长链脂肪酸甲酯 (FAME) 组成，这些脂肪酸甲酯来源于原料。

生物柴油中存在这些 FAME 会影响喷气燃料的燃油品质。喷气燃料中的生物柴油在储存条件下或在飞机燃油系统中使用时会引起热分解，从而留下沉积物，这些沉积物会影响性能和安全性。此外，生物柴油具有非常低的凝固点，这在高海拔地区尤其典型。基于这些考虑，IP 已经对喷气燃料中的 FAME 浓度进行了监管。喷气燃料中 FAME 的最大允许含量限定为 50 mg/kg。

本文所述方法如下，此方法依据 IP 585 方法建立。使用岛津 Stabilwax™ 毛细管柱在岛津 GCMS-QP2020 NX (图 1) 仪器上进行分析。系统配置和仪器参数分别在表 1 和表 2 中给出。用于各种目标物定量的离子如表 3 所示。

■ 实验部分

FAME 单体标准品购自 Accustandard。使用十二烷将这些 FAME 单体溶解，并配制成浓度为 10000 ppm 的溶液。十七烷酸甲酯 d33 的十二烷溶液（浓度为 1000 mg/kg）也购自 Accustandard。按照 IP 585 的要求，将其用作内标物。使用环己烷作为自动进样器注射器的清洗液。

标准储备液的制备：将 500 μL 每种 FAME 溶液移液到 5 mL 的容器中，涡旋混匀，最后用十二烷配制成 5 mL。然后将其标记为浓度为 1000 ppm 的标准储备溶液。

校准标准品和样品制备：按照 IP585 方法制备了两组不同的校准标准品。

第 1 组：浓度为 0.0、2.0、4.0、6.0、8.0 和 10.0 ppm 的低浓度标准品。

第 2 组：浓度为 0.0、20.0、40.0、60.0、80.0 和 100 ppm 的高浓度标准品。

所有标准品均通过稀释 1000 ppm 储备溶液进行制备。进行分析前，取 1000 μL 这些标准品，加入 10 μL 十七酸甲酯 d33 (C17:0 d33) 作为内标物。在批次中加入浓度为 0.5 ppm 的 LOD 标准品，用以评价分析的信噪比。

样品分析和加标样品制备：与标准品类似，取 1000 μL 喷气燃料样品，加入 10 μL 内标物。

同样，在喷气燃料样品中也制备了具有不同浓度 FAME (0.5、25.0 和 50.0 ppm) 的 1000 μL 的加标标准品，用以研究该方法的回收率。

■ 系统配置

采用岛津 GCMS-QP2020-NX 系统进行分析。本实验采用了岛津 GCMS 的 FASST (快速 SCAN/SIM 类型) 功能。利用 FASST 功能，可以同时进行 SCAN 和 SIM 分析。SCAN 模式用于鉴定 FAME，而 SIM 模式用于定量。根据 IP 指南进行分析。

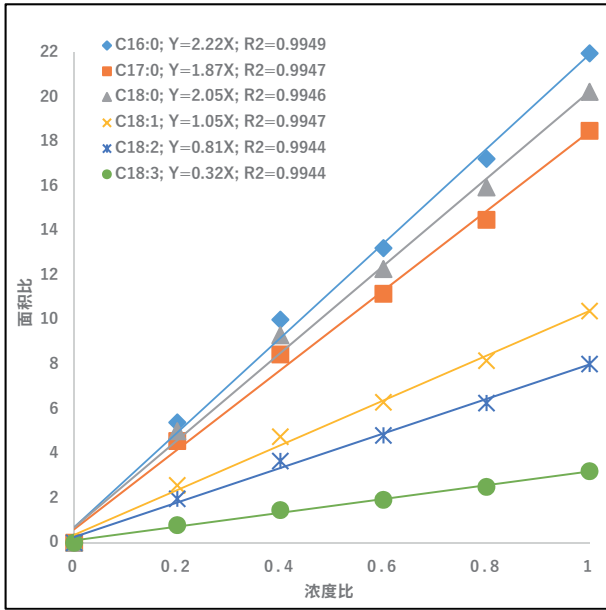
表 1 系统配置

型号	: GCMS-QP2020 NX / AOC-20i Plus + AOC-20s Plus
玻璃衬管	: 使用灭活玻璃棉的不分流衬管 (P/N:227-35008-01)
分析柱	: SH-Stabilwax (60 m x 0.25 mm I.D., df= 0.5 μm) (P/N:227-36248-02)



图 1 GCMS-QP2020 NX 系统

低浓度标准品



高浓度标准品

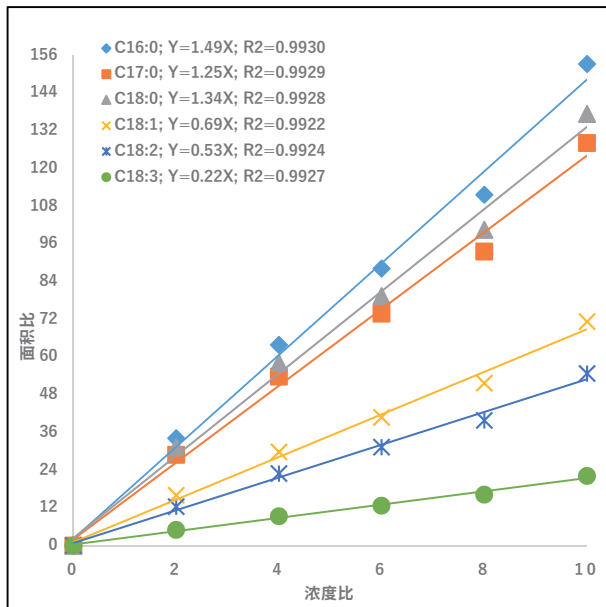


图 2 低、高浓度 FAME 的校准曲线

表 2 仪器参数

GC 参数

进样口温度 : 260°C
 流量模式 : 恒定流量
 柱流量 : 0.8 mL/min
 吹扫流量 : 3 mL/min
 进样量 : 1 μL
 柱温箱程序 : 150°C (5 min) - 12°C/min
 - 200°C (17 min) - 3°C/min
 - 252°C (6.5 min)

MS 参数

离子源温度 : 230°C
 接口温度 : 260°C
 溶剂切除时间 : 20.00 min
 检测器电压 : 1.27 kV
 事件时间 : 扫描 0.1 秒/SIM 0.3 秒
 扫描范围 (m/z) : 32-332

表 3 目标物采集质量数表

目标物	类型	离子 m/z
C16:0	目标	227, 239, 270, 271
C17:0 d33	ISTD	317
C17:0	目标	241, 253, 284
C18:0	目标	255, 267, 298
C18:1	目标	264, 265, 296
C18:2	目标	262, 263, 264, 294, 295
C18:3	目标	236, 263, 292, 293

通过绘制目标物和内标物峰的面积比与目标物浓度的关系，绘制了低浓度和高浓度标准品的线性图。线性曲线如图 2 所示，结果如表 4 所示。按照 IP 方法的指示，必须通过原点绘制线性曲线。对于所有目标物，线性度超过 R²>0.985 的最低标准。

根据 IP 585 指南，所有指定 FAME 的十二烷溶液 (0.5 ppm) 的分析结果表明，它们的信噪比大于 10:1。表 5 列出了各种 FAME 在 0.5 ppm 浓度下的信噪比观测值。分析了 3 个上市样品 #201、#202 和 #203，并检查了 FAME 含量。在所有样品中均未检测到 FAME。使用 #202 样品进行加标回收研究。所有 FAME 的回收率均在 80% ~ 120% 的标准品标准范围内。回收结果如表 6 所示。图 3 和图 4 分别显示了 FAME 的十二烷溶液 (40 ppm) 的 TIC 谱图和未加标、加标 0.5、25 和 50 ppm FAME 的喷气燃料样品的 SIM 叠加谱图。

表 4 线性结果

目标物	RT (分钟)	浓度范围	R ²
C16:0	26.482	0.0 - 10.0 ppm	0.9949
C17:0	31.531		0.9947
C18:0	36.040		0.9946
C18:1	37.043		0.9947
C18:2	39.011		0.9944
C18:3	41.552		0.9944
C16:0	26.584	0.0 - 100.0 ppm	0.9930
C17:0	31.625		0.9929
C18:0	36.125		0.9928
C18:1	37.127		0.9922
C18:2	39.077		0.9924
C18:3	41.611		0.9927

表 5 0.5 ppm FAME 的十二烷溶液的信噪比

名称	S/N
	在 0.5 ppm
C16:0	4146
C17:0	3742
C18:0	4419
C18:1	2287
C18:2	1752
C18:3	783

表 6 加标回收结果

名称	样品 #202	加标浓度	检测浓度	回收率
	FAME 浓度	ppm (N= 2)	ppm	%
C16:0	ND	0.5	0.43	86.7
		25	26.1	104.4
		50	48.6	97.2
C17:0	ND	0.5	0.48	96.2
		25	27.4	109.7
		50	50.5	100.9
C18:0	ND	0.5	0.50	100.3
		25	27.8	111.4
		50	50.9	101.9
C18:1	ND	0.5	0.49	97.9
		25	27.4	109.7
		50	50.4	100.9
C18:2	ND	0.5	0.45	90.9
		25	27.7	110.9
		50	50.9	101.8
C18:3	ND	0.5	0.55	110.1
		25	28.1	112.4
		50	51.6	103.3

结论

本应用说明阐述了岛津单四极杆 GCMS (GCMS-QP2020 NX) 在评估喷气燃料 (AVTUR) 中的六种脂肪酸甲酯 (FAME) 方面的应用。本实验采用了岛津 GCMS 的 FASST 功能。所有方法参数均按 IP585 方法建议设置。

所得实验结果均符合 IP585 规定的所有必要条件。所有目标物的校准曲线对于低浓度和高浓度标准品均为线性的，线性回归系数 (R^2) 大于 0.99。在 0.5 ppm 浓度下，所有目标物的信噪比均远高于 IP 法中指定的要求。此外，对三个加标样品 (0.5、25 和 50 ppm) 的回收率研究发现，回收率均在 80-120% 之间。

该应用证明了 GCMS-QP2020 NX 在使用 IP585 测定喷气燃料 /AVTUR 中 FAME 时的适用性。此外，岛津 GCMS-QP2020 NX 模型具有较高的灵敏度和耐用性，为 GCMS 的 FAME 分析提供了高质量的数据。

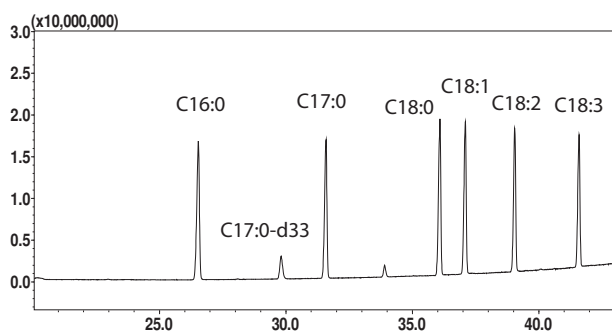


图 3 40 ppm FAME 混合标准品的扫描 TIC

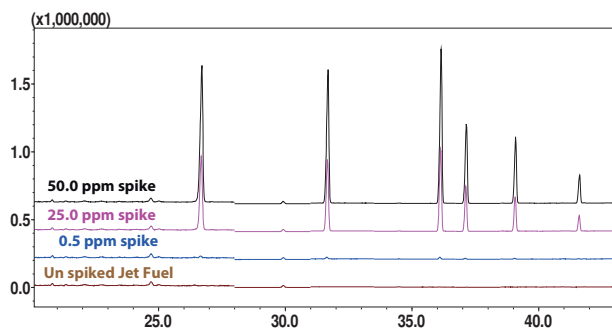


图 4 未加标和加标 (FAME) 喷气燃料样品的 SIM 叠加图

岛津应用云



GCMS-QP 和 AOC 是岛津制作所在日本和 / 或其他国家的商标。
Stabilwax 是 Restek Corporation 在美国和 / 或其他国家的商标或注册商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2021 年 5 月