

### 3. 样品处理



#### 3.1 固相微萃取



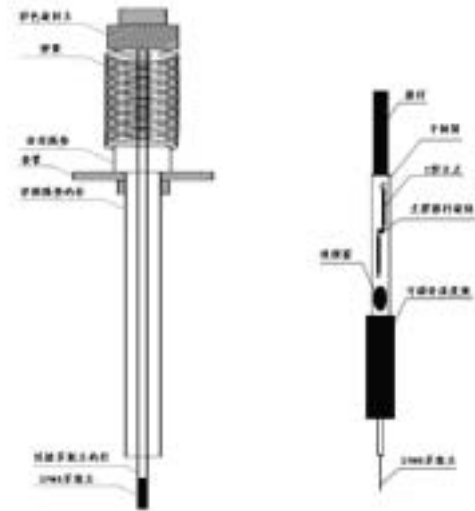
#### 无需有机溶剂、简单方便、快速、安全

美国 Supelco 公司专利产品 - 固相微萃取(Solid Phase Micro Extraction), 1994 年获美国匹兹堡分析仪器会议 R&D100 项革新大奖, 是一种应现代仪器的要求而产生的样品前处理新技术, 几乎克服了以往一些传统样品处理技术的所有缺点, **集采样、萃取、浓缩、进样于一体, 便于携带, 真正实现样品的现场采集和富集**, 能够与气相、气相-质谱、液相、液相-质谱仪联用, 有手动或自动两种操作方式, 让更多的分析工作者从重复、烦琐的操作中解脱出来。广泛应用于环保及水质处理、临床药理、公安案件分析、制药、化工、国防等领域。

固相微萃取(SPME)非常小巧, 状似一只色谱注射器, 由手柄(Holder)和萃取头或纤维头(Fiber)两部分构成。萃取头是一根外套不锈钢细管的 1cm 长、涂有不同色谱固定相或吸附剂的熔融石英纤维头, 纤维头在不锈钢管内可自由伸缩, 用于萃取、吸附样品; 手柄用于安装或固定萃取头, 可永久使用。

#### 3.1.1 萃取头选择原则

SPME 萃取头的选择类似于选择毛细柱或液相柱, 主要依据分析物质的分子量(挥发性)与极性。小分子、或挥发性物质常用厚膜 100  $\mu$ m 萃取头, 较大分子或半挥发物质采用 7  $\mu$ m 萃取头, 非极性物质选择非极性固定相, 极性物质选择极性固定相。综合考虑分析物的极性和挥发性时, 还可以有 85 $\mu$ m, 65 $\mu$ m, 75 $\mu$ m, 30 $\mu$ m 的极性或非极性萃取头供选择。



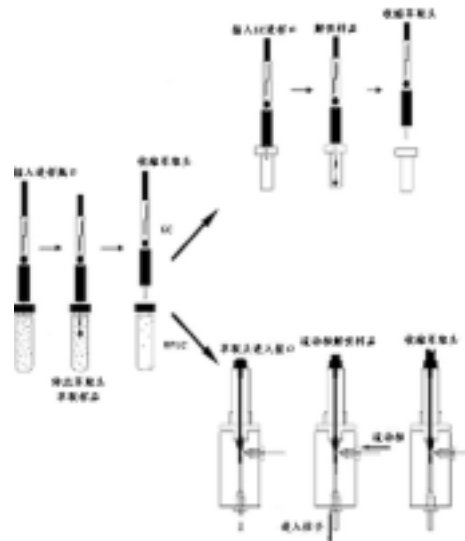
SPME 萃取头

SPME 手柄

#### 3.1.2 典型应用

- ▶ 表面活性剂
- ▶ 环境水样
- ▶ 食品、香精、香料
- ▶ 法庭样品
- ▶ 血、尿和体液中毒品或药物
- ▶ 聚合物和固样中痕量杂质(顶空方式)
- ▶ 药物中残留溶剂
- ▶ 气体硫化物及挥发物(VOC)

我公司备有以上应用的详细英文资料, 欢迎来电、来函、来人索取。



SPME 萃取过程

电话: 010-84659906 84659907 传真: 010-84659905 <http://www.sepuke.com>

订\*\*\*\*\*货\*\*\*\*\*信\*\*\*\*\*息

SPME-GC 全套装置表			SPME-HPLC 全套装置表		
货号	名称	规格/数量	货号	名称	规格/数量
57330-u	SPME 手柄	PK1	57331	SPME 手柄	PK1
57306	萃取头	三种套装, PK3	57307	萃取头	三种套装, PK3
2637505	专用进样插件,可选	PK5,用于 HP6890	57333-u	SPME 专用采样台	PK1,用于 4ml 瓶
57333-u	SPME 专用采样台	PK1,用于 4ml 瓶	Z262137	专用加热/搅拌装置	PK1
Z262137	专用加热/搅拌装置	PK1	Z118877	磁搅拌子	PK1
Z118877	磁搅拌子	PK1	57332	专用温度计	PK1
57332	专用温度计	PK1	57136	专用采样瓶	4ml, PK100
23161	专用高温隔垫	9.5mm, PK25	57353	SPME-HPLC 接口	配套 Rheodyne 阀,PK1
23167		11mm, PK25	注: 1. 萃取头要根据实际样品选用 2. 进样插件要根据仪器型号选择配套使用		
57356-u	进样导管	PK1			
27136	专用采样瓶	4ml, PK100			

**萃取头选择原则 (PK3)**

萃取头类别	具体描述	用途	货号(手动)	货号(自动)
PDMS	100um,非键合,红色平头	小分子挥发性非极性物质	57300-U	57301
	30um,非键合,黄色平头	半挥发性非极性物质	57308	57309
	7um,键合,绿色平头	半挥发性非极性物质	57302	57303
PDMS/DVB	65um, 部分交联, 兰色平头	极性挥发性物质, 醇, 胺类	57310-U	57311
	65um, 高度交联, 褐色凹头	极性半挥发性物质, 胺类	57346-U	57345-U
	65um, 高度交联, 粉色平头	极性半挥发性物质, 胺类	57326-U	57327-U
PA	85um,部分交联,白色平头	极性半挥发性物质,酚类	57304	57305
CAR/PDMS	75um, 部分交联,黑色平头	痕量 VOC	57318	57319
	85um, 部分交联,浅兰色平头	痕量 VOC	57334-U	57335-U
CW/DVB	65um,部分交联,橙色平头	极性物质, 尤其醇类	57312	57313
	70um,部分交联,黄绿色平头	极性物质, 尤其醇类	57336-U	57337-U
CW/TPR	50um,部分交联,紫色凹头	表面活性剂,HPLC	/	57315
DVB/CAR/PDMS	50/30um,高度交联,灰色平头	C3-C20 大范围分析	57348-U	57329-U
套装型:100umPDMS、7umPDMS、85umPA 各一个		多种用途	57306	57307

注: PDMS-聚二甲基硅氧烷 DVB-二乙烯苯 PA-聚丙烯 CW-聚乙二醇二万 TPR-模板树脂 CAR-碳分子筛

**进样衬管**

货号	色谱仪品牌及型号	数量
2637525	Hewlett-Packard 4890, 5880, 5890, 6890; 以及 Finnigan 9001, GCQ	25
2632925	Shimadzu GC 9A/15A/16 (SPL-G9/15 进样器)	25
2633525	Shimadzu 14/15A/16 (SPL-14 进样器)	25
2633925	Shimadzu 17A with SPL-17 进样器	25
2631205	Perkin-Elmer Auto System, 9000 Split/Splitless Capillary 进样器	5
2635825	Varian 1075/1077 进样器	25
2636425	Varian 1093-94 SPI 进样器	25
2637805	Varian 1078 进样器	5

## 3.2 固相萃取(SPE)

### 3.2.1 固相萃取SPE介绍及装置

固相萃取 (SPE) 是一种用途广泛而且越来越受欢迎的样品前处理技术, 它建立在传统的液—液萃取 (LLE) 基础之上, 结合物质相互作用的相似相溶机理和目前广泛应用的HPLC、GC中的固定相基本知识逐渐发展起来的。SPE具有**有机溶剂用量少、便捷、安全、高效**等特点。SPE根据其相似相溶机理可分为四种: 反相SPE、正相SPE、离子交换SPE、吸附SPE。

SPE大多数用来处理液体样品, 萃取、浓缩和净化其中的半挥发性和不挥发性化合物, 也可用于固体样品, 但必须先处理成液体。目前国内主要应用在水中多环芳烃 (PAHs) 和多氯联苯 (PCBs) 等有机物质分析, 水果、蔬菜及食品中农药和除草剂残留分析, 抗生素分析, 临床药物分析等方面。

SPE 装置由 SPE 小柱和辅件构成。SPE 小柱由三部分组成, 柱管、烧结垫和填料。SPE 辅件一般有真空系统、真空泵、吹干装置、惰性气源、大容量采样器和缓冲瓶。康林推荐使用美国 Supelco 公司专利产品—固相萃取 (SPE) 装置。

#### 大体积取样器

直接将低粘度样品从样品容器传输至 Visiprep SPE 真空样品处理装置的固相萃取管。



#### 典型应用

- ▶ 生物体液分析, 主要包括:
  - 血清、血浆、血液、尿液及细胞间质
- ▶ 牛奶处理、白酒、啤酒和饮料、果汁



#### Supelco SPE 的优点

- 防交叉污染、防雾化真空槽设计
- 可配大容量采样器、快速浓缩干燥装置, 批处理样品
- 由经久耐用抗干扰的聚四氟乙烯材料制成
- SPE 小柱质量稳定, 样品回收率高, 精密度好

#### 真空样品处理装置

Visiprep DL SPE 真空样品处理装置消除了同一孔上一个样品污染另一个样品的可能性。



- ▶ 引用水、地下水和污水的分析监控
- ▶ 挥发油、植物组织、水果、蔬菜及谷物
- ▶ 液体药物样品、土壤和沉积物
- ▶ 肉、鱼或其它动物组织、药片及其它固体药物

### 订\*\*\*\*\*货\*\*\*\*\*信\*\*\*\*\*息

货号	产品名称	货号	产品名称
57044	12 管防交叉污染固相萃取装置	57265	24 管防交叉污染固相萃取装置
57100U	12 管装置快速浓缩干燥装置	57124	24 管装置快速浓缩干燥装置
57275	大体积样品取样器 (用于 3mL, 6mL SPE 柱)	57272	大体积样品取样器 (用于 12mL, 20mL, 60mL SPE 柱)
57020-U	小柱连接适配器 (用于 1-6mL SPE 柱) PK12	57267	小柱连接适配器 (用于大于 12mL SPE 柱), PK6
57080-U	单管经济型固相萃取	57059	Teflon 防交叉污染传输线, PK100
57120	真空缓冲瓶	501-2001	进口无油负压真空泵

注: 如水质含沙尘需大体积快速萃取, 可选我司圆盘固相萃取 (由 47mm 圆盘萃取盘、圆盘萃取瓶和圆盘萃取装置组成)

电话: 010-84659906 84659907 传真: 010-84659905 <http://www.sepuke.com>

### 3.2.2 Supelco 固相萃取小柱



货号	产品名称	填料特性	描述	应用领域
<b>硅胶填料：40 μm 颗粒，60Å 孔径，聚乙烯涂层</b>				
504270	LC-18 SPE 柱		100mg 1mL PK108	反相萃取
57012	LC-18 SPE 柱		500mg 3mL PK54	适合于非极性到中等极性的化合物，如：抗菌素、巴比妥酸盐、酞嗪、咖啡因、药物、染料、芳香油、脂溶性维生素、杀真菌剂、除草剂、农药、碳水化合物、对羟基苯甲酸取代脂、苯酚、邻苯二甲酸脂、类固醇、表面活性剂、茶碱、水溶性维生素
57054	LC-18 SPE 柱	硅胶上接十八烷	500mg 6mL PK30	
505471	LC-18 SPE 柱	基，键端处理过	1g 6mL PK30	
57117	LC-18 SPE 柱		2g 12mL PK20	
57135U	LC-18 SPE 柱		5g 20mL PK20	
57136	LC-18 SPE 柱		10g 60mL PK16	
57062	ENVI-18 SPE 柱		100mg 1mL PK108	相覆盖率和碳含量高于LC-18, 有很强的耐碱性，对非极性化合物有较高的容量。反相萃取，适合于非极性到中等极性的化合物，如：抗菌素、咖啡因、药物、染料、芳香油、脂溶性维生素、杀真菌剂、除草剂、农药、PNAs、碳水化合物、对羟基苯甲酸取代脂、苯酚、邻苯二甲酸脂、类固醇、表面活性剂、水溶性维生素。
57063	ENVI-18 SPE 柱	硅胶上接十八烷	500mg 3mL PK54	
57064	ENVI-18 SPE 柱	基，键端处理过，	500mg 6mL PK30	
505706	ENVI-18 SPE 柱	同时也有片状型	1g 6mL PK30	
57114	ENVI-18 SPE 柱	号。	2g 12mL PK20	
57137	ENVI-18 SPE 柱		5g 20mL PK20	
57138	ENVI-18 SPE 柱		10g 60mL PK16	
504483	LC-NH2 SPE 柱	硅胶上接丙氨基	100mg 1mL PK108	正相萃取，适合于极性化合物。
57014	LC-NH2 SPE 柱		500mg 3mL PK54	
504483	LC-NH2 SPE 柱	硅胶上接丙氨基	100mg 1mL PK108	弱阴离子交换萃取，适合于碳水化合物、弱阴离子和有机酸化合物。
57014	LC-NH2 SPE 柱		500mg 3mL PK54	
504815	LC-SAX SPE 柱	硅胶上接卤化季	100mg 1mL PK108	强阴离子交换萃取，适合于阴离子、有机酸、核酸、核苷酸、表面活性剂。容量：0.2 毫克量/克。
57017	LC-SAX SPE 柱	氨盐	500mg 3mL PK54	
504920	LC-SCX SPE 柱	硅胶上接磺酸钠	100mg 1mL 108	强阳离子交换萃取，适合于阳离子、抗菌素、药物、有机碱、氨基酸、儿茶酚胺、除草剂、核酸碱、核苷、表面活性剂。容量：0.2 毫克量/克。
57018	LC-SCX SPE 柱	盐	500mg 3mL 54	
505595	LC-WCX SPE 柱	硅胶上接碳酸钠	100mg 1mL 108	弱阳离子交换萃取，适合于阳离子、胺、抗菌素、药物、有机碱、氨基酸、儿茶酚胺、除草剂、核酸碱、核苷、表面活性剂。
57061	LC-WCX SPE 柱	盐	500mg 3mL 54	
<b>Florisil<sup>®</sup> 填料：硅酸镁，100/120 目，聚乙烯涂层</b>				
57057	LC-Florisil SPE 柱		1g 6mL PK30	极性化合物的吸附萃取，如：乙醇、醛、胺、药物、染料、除草剂、农药、PCBs、酮、含氮类化合物、有机酸、苯酚、类固醇。
57115	LC-Florisil SPE 柱		2g 12mL PK20	
57131	LC-Florisil SPE 柱		5g 20mL PK20	
57132	LC-Florisil SPE 柱		10g 60mL PK16	
57058	ENVI-Florisil SPE 柱		500mg (TF)2 3mL PK54	极性化合物的吸附萃取，如：乙醇、醛、胺、药物、染料、除草剂、农药、PCBs、酮、含氮类化合物、有机酸、苯酚、类固醇。
57046	ENVI-Florisil SPE 柱		500mg (SS)3 6mL PK30	
57053	ENVI-Florisil SPE 柱		1g (SS) 3 6mL PK30	
<b>树脂填料：80-160 μm，球型颗粒，聚乙烯涂层</b>				
57143	ENVI-Chrom P SPE 柱		100mg 1mL PK108	极性芳香化合物的吸附萃取，如从水溶液样品中萃取苯酚。也能用于非极性到中等极性芳香化合物的吸附萃取。
57224	ENVI-Chrom P SPE 柱		250mg 3mL PK54	
57225U	ENVI-Chrom P SPE 柱		250mg 6mL PK30	
57226	ENVI-Chrom P SPE 柱		500mg 6mL PK30	
<b>石墨碳填料：无键合相，网眼颗粒</b>				
57088	ENVI-Carb SPE 柱	120/400 目	250mg 3mL PK54	极性和非极性化合物的吸附萃取，表面积 100m <sup>2</sup> /g。
57092	ENVI-Carb SPE 柱	120/400 目	250mg 6mL PK30	
57094	ENVI-Carb SPE 柱	120/400 目	500mg 6mL PK30	
57127U	ENVI-Carb SPE 柱	120/400 目	1g 12mL PK20	
57128	ENVI-Carb SPE 柱	120/400 目	2g 12mL PK20	
57129	ENVI-Carb SPE 柱	120/400 目	5g 20mL PK20	
57130	ENVI-Carb SPE 柱	120/400 目	10g 60mL PK16	
57149	ENVI-Carb C SPE 柱	80/100 目	1g 12mL PK20	极性和非极性化合物的吸附萃取 表面积 10m <sup>2</sup> /g。

