

固相微萃取： 理论和条件优化

固相微萃取是一种简单和有效的吸附/脱附技术，它不用溶剂或复杂的设备来富集在液体样品中或顶空中的挥发或不挥发化合物。固相微萃取(SPME)兼容气相色谱和高效液相色谱(HPLC)分析物的分离/检测，并且有较宽的分析物线性浓度范围。通过控制萃取头固定相的极性和厚度，保持一致的取样时间，以及调节其它几个萃取条件，可以确保对低浓度的分泌物得到高度一致的和合格的分析结果。

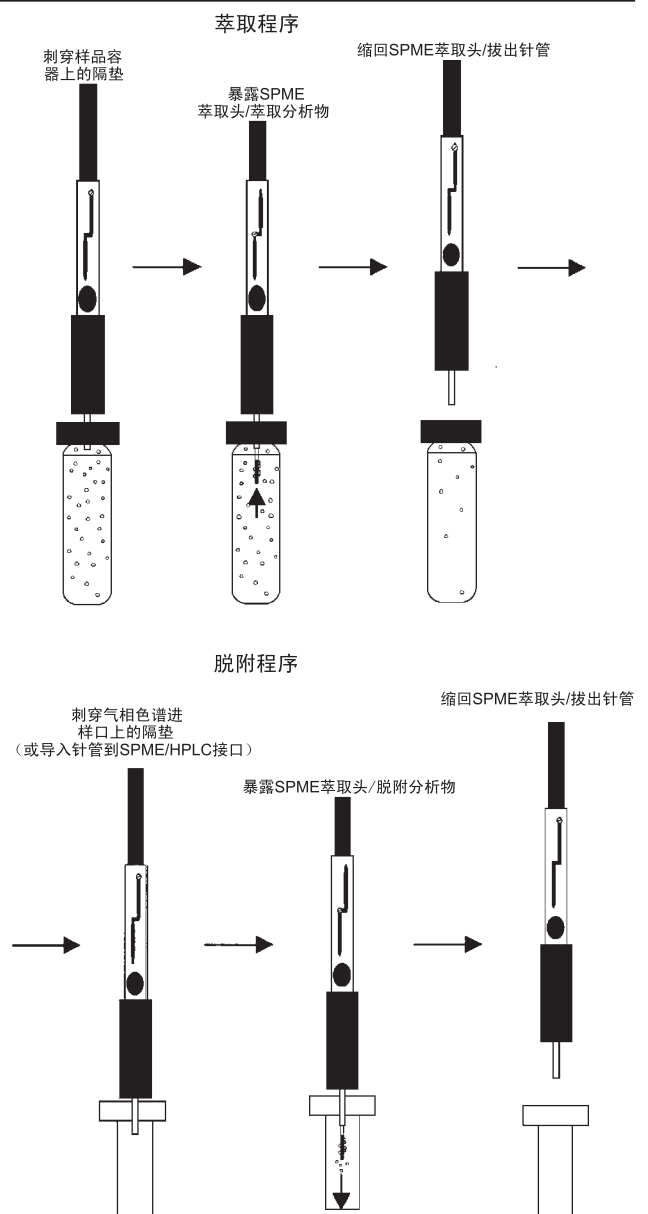
关键词

- 固相微萃取(SPME)
- 样品制备
- 样品萃取

分析挥发或半挥发的环境有机污染物，香味或香料成分，以及许多其它样品通常首先要通过液液萃取，吹扫和捕集，顶空，或其它技术来浓缩分析物。这些技术通常需要大量的时间，复杂的设备和/或大量的有机溶剂。固相微萃取(SPME)是由滑铁卢大学(安大略，加拿大)开发的一种吸附/脱附技术，这种技术不需要溶剂或复杂的设备来富集在液体样品中或顶空中的挥发或不挥发化合物。固相微萃取有较宽的分析物线性浓度范围(1-4)，它兼容任何填充柱或毛细管气相色谱或气相色谱-质谱，以及可用于分流/不分流或直接/填充进样器。通过固相微萃取/高效液相色谱(SPME/HPLC)接口，这种技术可用于高效液相色谱分析，从而扩展这种技术的应用到检测水中的表面活性剂，生物液体中的药物，和其它许多分析物。

例如分析有机氯农药，这类在环境，食品或其它样品中的农药如果用液液萃取来提取，需要4到18小时。如果用固相萃取(SPE)柱或圆盘，需要1到2小时总分析时间以及每个样品20到45分钟处理时间。并且液液萃取和固相萃取(SPE)可能会带入污染物到最终样品中，从而产生较高的分析背景。作为对比，固相微萃取(SPME)比液液萃取和固相萃取(SPE)更加快速(只需15分钟)和需更少劳力(大约每个样品3分钟处理时间)，以及只需少量的样品，并且不用有机溶剂。固相微萃取减小了农药或其它分析的干扰背景，从而使得分析物的定性和定量更加可靠。从

图A. 固相微萃取(SPME)



713-1345

一系列10次萃取水中的有机氯农药的相对响应值可以表明固相微萃取在常规应用中是高度重现和非常一致的(表1)。

表1.有机氯农药的相对响应值

分析物	平均值	相对响应值 (n=10)	
		标准偏差	相对标准偏差 (%)
α-六六六 (α-BHC)	0.72	0.07	9.2
β-六六六 (β-BHC)	0.06	0.01	19.1
γ-六六六 (γ-BHC)	0.53	0.06	10.5
δ-六六六 (δ-BHC)	0.28	0.03	11.9
七氯 (Heptachlor)	1.01	0.10	10.2
艾氏剂 (Aldrin)	1.25	0.06	4.8
环氧七氯 (Heptachlor epoxide)	0.92	0.12	13.2
γ-氯丹 (γ-Chlordane)	0.97	0.12	9.9
硫丹 I (Endosulfan I)	0.87	0.10	11.1
α-氯丹 (α-Chlordane)	0.92	0.11	10.1
4,4'-DDE	0.92	0.07	8.1
狄氏剂 (Dieldrin)	0.83	0.08	9.5
异狄氏剂 (Endrin)	0.68	0.06	9.1
硫丹 II (Endosulfan II)	0.72	0.09	13.0
4,4'-DDD	0.69	0.06	8.9
异狄氏剂醛 (Endrin aldehyde)	0.13	0.04	28.6
硫丹硫酸酯 (Endosulfan sulfate)	0.54	0.06	11.9
4,4'-滴滴涕 (4,4'-DDT)	0.51	0.08	15.2
异狄氏剂酮 (Endrin ketone)	0.57	0.06	10.7
甲氧滴滴涕 (methoxychlor)	0.26	0.04	16.2

样品: 有机氯农药在4mL水中, 每种成分的浓度为50 ppt
 固相微萃取 (SPME): 100 μm 聚二甲基硅氧烷萃取头, 直接浸入 萃取15分钟
 毛细管柱: 聚 (5%二苯基/95%二甲基硅氧烷) 固定相,
 15m x 0.20mm内径, 0.2 μm 膜厚
 柱温: 120℃(1分钟)到180℃, 每分钟30℃, 然后以每分钟10℃
 升到290℃
 载气: 氦气, 37厘米/秒 (120℃)
 检测器: 电子捕获检测器 (ECD), 300℃
 进样器: 不分流 (关闭3分钟), 260℃

固相微萃取(SPME)原理和操作

图A列出了固相微萃取 (SPME) 的操作程序。一根1厘米长的熔融石英丝外表涂上一层高分子膜, 石英丝随后固定在一根不锈钢轴上, 不锈钢轴又安装在取样器上, 取样器看上去象一个改装的微量进样器, 在此我们称其为进样手柄。移动不锈钢轴可以使使得熔融石英丝缩回在针管里或暴露在针管外。使用进样手柄时首先要缩回熔融石英丝 (萃取头) 到针管里, 然后用针管刺穿封闭样品瓶的隔垫, 向下移动推杆, 暴露萃取头在样品中或在样品的顶空。萃取头上的固定相会吸附有机分析物。达到吸附平衡通常需要2到30分钟。达到吸附平衡后就缩回萃取头到针管里, 并将针管拔出样品瓶。最后把进样手柄插入气相色谱的进样器, 已吸附的分析物被加热脱附从而进入气相色谱柱, 或将进样手柄插入固相微萃取/液相色谱 (SPME/HPLC) 的接口。与其它样品制备技术相比较, 固相微萃取 (SPME) 可以得到相当或更好的结果 (表2)。

在固相微萃取 (SPME) 中, 萃取平衡是建立在样品, 顶空和萃取头上的高分子涂层三相。萃取头能萃取的分析物的量是由高分子涂层的厚度和分析物的分配系数 (distribution constant) 决定的。萃取时间由萃取拥有最高分配系数分析物的时间决定。分配系数通常随着分子量和沸点的增加而增加。选择性可以通过改变高分子涂层的类型, 从而与分析物的特征相匹配来调节。通常来说, 挥发性化合物需要厚一点的萃取相, 薄的萃取相更适用于吸附/脱附半挥发性化合物。

表2.固相微萃取(SPME)与其他样品制备技术的比较

检测限	精度		费用	耗时	溶剂使用	简单性
	(%相对标准偏差)					
吹扫和捕集 ppb	1-30		高	30 min	无	不简单
过滤抽提 ppt	3-20		高	2 hr	无	不简单
顶空 ppm			低	30 min	无	简单
液液萃取 ppt	5-50		高	1 hr	1000mL	简单
固相萃取 ppt	7-15		中	30 min	to 100mL	简单
固相微萃取 ppt	<1-12		低	5 min	无	简单

此表数据由加拿大安大略省滑铁卢市滑铁卢大学的J. Pawliszyn提供。

对液体高分子固相微萃取 (SPME) 萃取相, 在平衡时萃取相萃取的分析物的量可以通过下面的公式直接与分析物在样品中的浓度相关联 (5):

$$n = \frac{K_{fs} V_f C_0 V_s}{K_{fs} V_f + V_s}$$

公式中 n = 萃取相萃取的分析物的量

C₀ = 分析物在样品中的初始浓度

K_{fs} = 分析物在的萃取相和样品相两相间的分配系数

V_f = 萃取相体积

V_s = 样品体积

这个公式表明分析物在样品中的初始浓度C₀和萃取相萃取的分析物的量n是线性关系。

因为固相微萃取 (SPME) 的萃取相对要萃取的有机化合物具有较强的亲和力, 这些化合物的分配系数K_{fs}值都比较大。这使得固相微萃取 (SPME) 具有有效的富集效率和较好的灵敏度。分配系数K_{fs}值通常不会大到可以从样品中完全萃取分析物, 所以固相微萃取 (SPME) 常被认为是平衡样品制备方法。通过适当的校准, 固相微萃取 (SPME) 可以准确的测定分析物在样品中的浓度。这个公式也表明如果样品体积V_s非常大, 萃取相萃取的分析物的量n与样品体积V_s无关。这个特征使得固相微萃取 (SPME) 特别适合于野外采样和分析。因为简单地暴露萃取头在空气中或浸入萃取水在湖泊中, 河中或井水中就可以从萃取头得到准确的目标分析物信息。固相微萃取 (SPME) 可以通过将采样, 萃取, 富集和进样结合为一步, 从而显著地缩短野外分析时间。*在文献1和5中有详细的固相微萃取 (SPME) 的动力学讨论。

除了改变萃取相的类型和厚度, 改变其它分析条件, 比如: 在样品中加入电解质, 改变pH值, 或者顶空取样以取代在样品中取样 (反之亦然), 可以提高回收率或改变对更挥发或更不挥发的化合物的选择性。这些优化将稍后在本布告作进一步详细讨论。

固相微萃取(SPME)取样

为了获得较高的准确度和精度,保持取样时间和其它取样参数一致比达到完全平衡更为重要。当采取浸入法萃取时,保持样品瓶的大小,样品的体积和萃取头浸入样品的深度一致也很重要。(固相微萃取(SPME)进样手柄上的可调针管调节器,深度标识可确保萃取头浸入样品的深度一致)。因为浸入萃取和顶空萃取的动力学是不一样的,这两种方法可认为是互补的(6)。对于一个给定的萃取时间,Yang和Peppard发现浸入萃取对于主要存在于液体中的分析物比顶空萃取更为灵敏,反之,对于主要存在于顶空的分析物,则顶空萃取法比浸入萃取法更灵敏。把样品体积从200uL增加到3mL,同时保持一致的液体和顶空体积比(1:1),浸入萃取和顶空萃取都可以增加吸附的分析物的量(6)。采用固相微萃取(SPME)顶空萃取方式时,为了获得较高灵敏度,应保持尽可能小的顶空体积(7)。采用固相微萃取(SPME)顶空萃取方式比采用固相微萃取(SPME)浸入萃取方式更快达到萃取平衡,因为分析物可以更快扩散到萃取相上。合理的利用这些特点可以有选择地吸附样品中的组分。采用固相微萃取(SPME)顶空萃取方式可以有效的减少分析干扰,以而延长固相微萃取(SPME)萃取头的使用寿命。例如,McCormick&Co.公司的Alan Harmon使用固相微萃取(SPME)和毛细管GC解决了一个非常困难的分析难题—分析在有甘油存在下打孔机点气味。采用固相微萃取(SPME)顶空萃取方式有效地除去了甘油的干扰,并且揭示了13种额外的采用直接分流进样看不到的香味成份(8)。

分析物从固相微萃取(SPME)萃取头上的脱附取决于分析物的沸点,萃取相的厚度,和进样口的温度。有时需要低温聚焦来将慢速脱附的分析物聚焦在毛细管的进口。也可以使用较小内径的衬管(例如使用0.75 mm内径而不是2mm内径的衬管)来使峰尖锐化,从而避免使用低温聚焦(图B)。对于HPLC应用,使用固相微萃取SPME/HPLC接口可以将萃取有分析物的萃取相暴露在流动相中动态脱附,或静态脱附和较强的分析物。

固相微萃取(SPME)可以用来快速筛选样品。在固定萃取条件和使用内标时,固相微萃取(SPME)可以作为正式定量分析的可靠组成部分。表3的数据是结合固相微萃取(SPME)萃取和在短的窄口毛细管柱上分析(如10米x0.20毫米内径x1.20um膜厚)得到的,这种结合极大的增加了每天能处理的样品数量。一个固相微萃取萃取头的使用寿命是由对萃取头的维护和样品中分析物的特性决定的,通常一个固相微萃取萃取头可以使用50到100次。

图B.降低进样口衬管的体积可以有效的提高SPME/GC分析挥发性的分析物

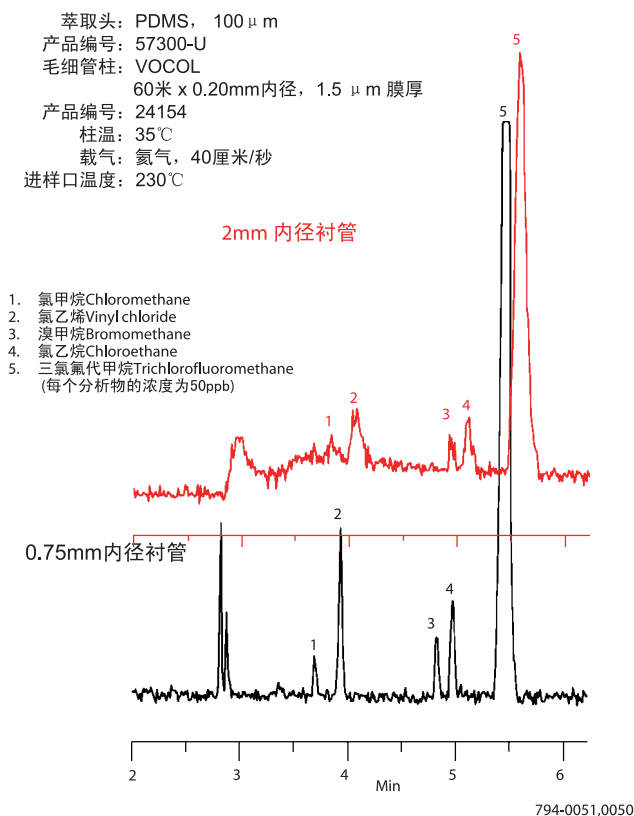


表3.难于萃取的挥发物的线性相应

分析物	9个浓度点, 25ppb-10ppm 平均值	相对标准偏差%
氯甲烷	0.021*	17.6
氯乙烯	0.667*	21.0
溴甲烷	0.024*	11.8
氯乙烷	0.226*	16.8
三氯氟代甲烷	0.023*	8.7
1, 1-二氯乙烯	0.345**	12.1
二氯甲烷	0.039**	15.8
反 1, 2-二氯乙烯	0.350**	14.0
1, 2-二氯乙烷	0.277**	8.8
氯仿	0.105**	11.1
1, 1, 1-三氯乙烷	0.376*	4.7
四氯甲烷	0.079**	12.0
1, 2-二氯乙烷	0.179*	8.6
苯	1.959*	4.7
三氯乙烷	0.336**	3.7

$$\text{响应因子} = \frac{(\text{面积}_{\text{分析物}}) \times (\text{浓度}_{\text{内标}})}{(\text{面积}_{\text{内标}}) \times (\text{浓度}_{\text{分析物}})}$$

样品: US EPA 方法624中列出的挥发性有机物水样+25%氯化钠(只列出前15个馏出物)
SPME萃取头: 100 μm 聚二甲基硅氧烷(100 μm PDMS)
产品编号: **57300-U**
萃取: 浸入萃取5分钟
毛细管柱: 10米 x 0.20毫米内径, 1.2 μm 膜厚
产品编号: SPB-1: **24134-U**; VOCOL: **24129-U**
柱温: 40°C (0.75分钟)到160°C, 每分钟20°C
载气: 氮气, 40厘米/秒
检测器: 火焰离子化检测(FID), 230°C
进样器: 不分流, 230°C

* SPB™-1 column.
**VOCOL™ column.

表6.加盐,改变pH值提高对苯酚类化合物的萃取

分析物	不加盐		加盐*	
	pH7	pH2	pH7	pH2
2- 氯酚	1800	2361	3952	14028
苯酚	810	1003	6425	6150
2-甲基苯酚	761	882	5485	7434
3- 和4-甲基苯酚	1795	1846	15337	19723
2-硝基苯酚	422	474	311	2315
2, 4-二甲基苯酚	1344	1476	15000	20710
2, 4-二氯苯酚	5396	8138	19803	61664
2, 6-二氯苯酚	2991	5858	12511	48530
4-氯-3-甲基苯酚	2398	3137	24060	33529
2, 4, 5-三氯苯酚	3115	11097	24270	96333
2, 4, 6-三氯苯酚	9702	19307	35466	109492
2, 4-二硝基苯酚	0	11	765	1182
4-硝基苯酚	626	730	11458	6536
2, 3, 4, 6-四氯苯酚	3108	27683	33938	70440
2-甲基-4, 6-二硝基苯酚	55	47	920	1685
五氯苯酚	2305	40582	22056	143905
2-(1-甲基-正丙基) - 4, 6-二硝基苯酚	68	2123	6676	37744

*氯化钠, 饱和溶液。值=峰面积

最后, 脱附的参数一进样口的温度, 萃取头插入进样口的深度和脱附时间一必须根据分析的化合物进行优化。一旦建立好优化条件, 这些参数应保持一致。

通过控制萃取头固定相的极性和厚度, 保持一致的样品搅拌, 必要时调节样品的pH值和盐度, 固相微萃取可获得高度一致的和合格的分析结果。

References

1. Arthur, C.L., D.W. Potter, KD. Buchholz, S. Motlagh and J. Pawliszyn, LC.GC 10 (9):656-661 (1992).
2. Arthur, C.L., L.M. Killam, S. Motlagh, M. Lim, D.W. Potter and J. Pawliszyn, Environ.Sci.&Technol. 26: 979-983 (1992).
3. Arthur,C.L., K. Pratt, S. Motlagh and J. Pawliszyn, J. High Res. Chromatogr. 15:741-744 (1992).
4. Arthur,C., L. Killam, K Buchholz, D. Potter, M.Chai, Z.Zhang and J. Pawliszyn, Environmental Lab. Dec.1992/Jan.1993,10-14.
5. Zhang,Z.,MJ.Yang and j.Pawliszyn, Anal.Chem. 66: 844A-853A (1994).
6. Yang,X. and T. Peppard, J.Agric.Food Chem. 42: 1925-1930 (1994).
7. Zhang,Z. and J. Pawliszyn, Anal.Chem. 65: 1843-1852(1993).
8. Harmon,A,in Techniques for Analyzing Food Aroma R.Marsli,Ed.,Marcel Dekker, New York (1997) pp 96-100.

References not available from Supelco.

Trademarks

Agilent - Agilent Technologies
 Carboxen,Thermogreen - Sigma-Aldrich Ca.
 CombiPAL - CTC Analytics
 Gerstel-Gerstel GmbH
 Hewlett-Packard - Hewlett-Packard Corp.
 PerkinElmer - PerkinElmer Corp.
 Rheodyne - Rheodyne.Inc.
 Shimadzu - Shimadzu Corp.
 Thermo - Thermo Electron Corp.
 Valco - Valco Instruments Co.,Inc.
 VESPEL - E.I. duPont de Nemours & Co.,Inc.
 Viton - DuPont Dow Elastomers

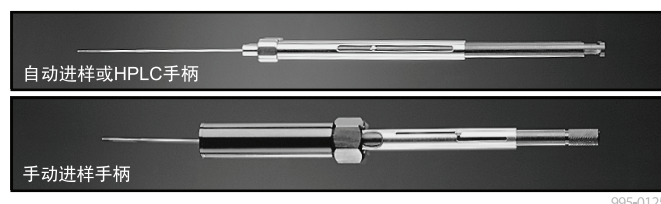
*Supelco的专利技术。美国专利# 5,691,201 欧洲专利 # 0523092

**有关专门为野外采样和延长保存吸附的分析物而特别设计的便携式固相微萃取产品的信息, 请索取产品说明书497105和497174

订购信息

固相微萃取手柄

SPME手柄保护萃取头, 在分析物吸附和脱附过程中控制萃取头的暴露。手柄可以无限重复使用, 适用于可替换的SPME萃取头, 初次使用者必须订购一个手柄和相应的萃取头。



手动进样手柄

可调深度的套管可定位萃取头的取样位置, 和萃取头在GC进样口加热带的准确定位。萃取头可以锁定在暴露的位置。

自动进样手柄或用于HPLC分析的SPME手柄

这种手柄适用于Varian8100/8200自动取样器或Supelco的SPME/HPLC接口。

CTC, Gerstel, 和Thermo 自动进样器的SPME握柄*

这种手柄专用于以上特定的自动进样器。

描述	产品编号
SPME手柄	
用于手动进样手柄	57330-U
用于Varian自动进样器或HPLC分析	57331
用于CTC, Gerstel, 和Thermo 自动进样器	57347-U

SPME萃取头订购信息: (除了特别注明外,表中所列产品编号的包装为3支萃取头/盒)

	萃取头内核/ 萃取针类型	螺旋接头	进样方式			
			手动进样(带有弹簧)		自动进样(没有弹簧)	
			23 Ga*	24Ga*	23 Ga*	24Ga*
Carboxen/Polydimethylsiloxane(用于气体和低分子量化合物 MW30-225)						
75 μm Carboxen/PDMS	熔融石英/不锈钢	黑色/普通	57344-U	57318	57343-U	57319
85 μm Carboxen/PDMS	金属合金/金属合金**	浅蓝/普通			57906-U	
85 μm Carboxen/PDMS	Stableflex/不锈钢	浅蓝/普通		57334-U	57295-U	57335-U
Polydimethylsiloxane (PDMS)						
用于非极性高分子量化合物 MW 125-600						
7 μm PDMS	金属合金/金属合金**	绿色/普通			57919-U	
7 μm PDMS	熔融石英/不锈钢	绿色/普通		57302	57291-U	57303
用于非极性半挥发化合物 MW 80-500						
30 μm PDMS	金属合金/金属合金**	黄色/普通			57922-U	
30 μm PDMS	熔融石英/不锈钢	黄色/普通		57308	57289-U	57309
用于非极性挥发性化合物 MW 60-275						
100 μm PDMS	金属合金/金属合金**	红色/普通			57298-U	
100 μm PDMS	熔融石英/不锈钢	红色/普通	57342-U	57300-U	57341-U	57301
Polydimethylsiloxane/Divinylbenzene (PDMS/DVB)(用于挥发性物质、胺类、硝基芳香类化合物 MW 50-300)						
60 μm PDMS/DVB	Stableflex/不锈钢	棕色/凹口				57317
65 μm PDMS/DVB	金属合金/金属合金**	蓝色/普通			57902-U	
65 μm PDMS/DVB	熔融石英/不锈钢	蓝色/普通	57346-U	57310-U	57345-U	57311
65 μm PDMS/DVB	Stableflex/不锈钢	粉红色/普通		57326-U	57293-U	57327-U
Polyacrylate(用于极性半挥发化合物 MW 80-300)						
85 μm Polyacrylate	熔融石英/不锈钢	白色/普通		57304	57294-U	57305
Divinylbenzene/Carboxen/Polydimethylsiloxane(用于芳香化合物(挥发和半挥发C3-C20) MW 40-275)						
50/30 μm DVB/CAR/PDMS	金属合金/金属合金(1 cm)**	灰色/普通				57912-U
50/30 μm DVB/CAR/PDMS	金属合金/金属合金(2 cm)**	灰色/凹口				57914-U
50/30 μm DVB/CAR/PDMS	Stableflex/不锈钢(1 cm)	灰色/普通		57328-U	57298-U	57329-U
50/30 μm DVB/CAR/PDMS	Stableflex/不锈钢(2 cm)	灰色/凹口		57348-U	57299-U	
Polyethylene Glycol (PEG) (用于醇和极性化合物MW 40-275)						
60 μm PEG	金属合金/不锈钢	紫色/普通	57355-U		57354-U	
Carbowax/Templated Resin(CW/TPR) 用于表面活性剂和其他极性化合						
						57315-U

**金属合金萃取头每盒1支 * Ga - 针规

SPME萃取头套装

名称	萃取头描述(每种各一支)	推荐应用	手动	自动/HPLC	
				标准针	23 Ga. 针
套装#1	85 μm polyacrylate, 100 μm PDMS, 7 μm PDMS 用于挥发性和半挥发性物质分析	GC	57306	57307	57285-U
套装#2	75 μm Carboxen/PDMS, 65 μm PDMS/DVB, 85 μm polyacrylate 用于水中挥发性或极性有机物质分析	GC	57320-U	57321-U	57286-U
套装#3	60 μm PDMS/DVB, 85 μm polyacrylate, 100 μm PDMS	HPLC	-	57323-U	-
套装#4	100 μm PDMS, 65 μm PDMS/DVB, 75 μm Carboxen/PDMS 用于香味分析	GC	57324-U	57325-U	57287-U
Stableflex套装	65 μm PDMS/DVB, 50/30 μm DVB/Carboxen/PDMS 85 μm Carboxen/PDMS, 85 μm Polyacrylate	GC	57550-U	57551-U	57284-U
套装#5	100 μm PDMS, 65 μm PDMS/DVB, 85 μm Carboxen/PDMS 50/30 μm DVB/Carboxen/PDMS	GC			57362-U

SPME便携式野外取样手柄

富集和储存水样中的分析物;对室内空气取样—SPME便携式野外取样手柄是一种萃取和运输野外样品中的挥发物和半挥发物的有效和经济的工具。被萃取的分析物由可更换的垫片安全地密封起来。表1表明用SPME便携式野外取样手柄萃取和储存有机氯农药引起的样品损失比起储存整个水样引起的样品损失要明显的小。SPME便携式手柄可重复使用50-100次。

SPME便携式手柄也能从空气中有效地萃取有机物。我们的研究证明SPME便携式手柄可以从实验室空气中监测ppb级的常用的HPLC和GC溶剂。现提供三种萃取头的便携式SPME手柄。

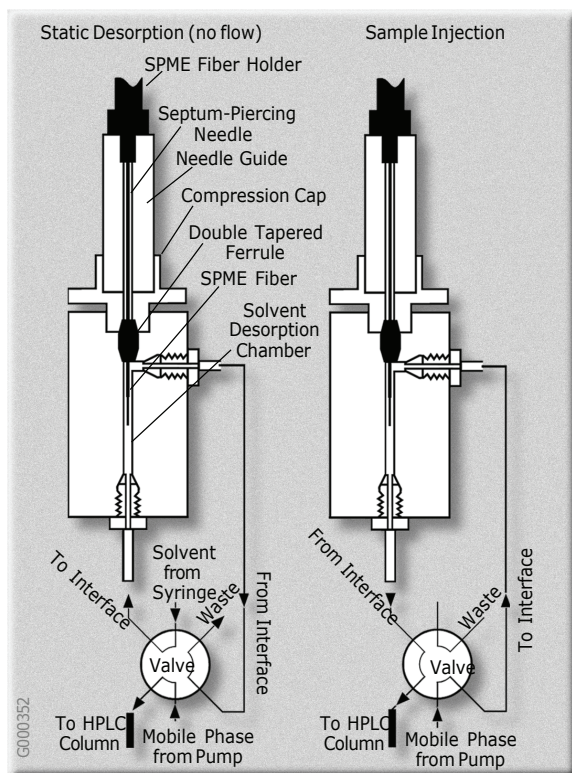
用于痕量挥发物的polydimethylsiloxane(PDMS)/Carboxen, 通用的PDMS和用于半挥发物和较大分子的挥发物的PDMS/DVB。在便携式SPME手柄外壳上的5个狭槽用于控制针插入样品容器的深度,或在脱附时插入进样口的深度。

SPME便携式野外取样手柄, 24 Ga., 每包2只

75 μm PDMS/Carboxen	504831
100 μm PDMS	504823
65 μm PDMS/DVB StableFlex	57359-U
可替换垫片, 每包50个	20638
取出SPME垫片工具	504858

SPME/HPLC接口 用SPME作HPLC分析更容易

许多实验室的研究人员证明SPME可有效地萃取生物流体中的药物和药物的代谢物—SPME也广泛应用于药、食品和饮料分析。使用SPME/HPLC接口可有效地节约时间和降低成本。该接口容许流动相接触SPME萃取头，洗脱吸附的分析物，传输分析物到分析柱里分离。接口由一个六位进样阀和一个脱附腔组成。



该接口替代HPLC系统的进样回路。脱附腔由一个PEEK (polyetheretherketone, 聚醚醚酮) 针导管, 一个不锈钢体, 压缩帽, 两端锥形的VESPEL接头和一个密封钳组成, 容易安装和拆除。在进样阀处于“Load”位置时, 将SPME萃取头导入脱附腔。整套装置通过关闭密封钳和压紧锥形接头而严格防漏, (最大的压力可达到5000psi/35mpa), 所有接触SPME萃取头或流动相的表面均为不锈钢或VESPEL材质。分析物常用流动的流动相脱附(动态脱附)。当分析物较强地吸附在萃取头上, 可将萃取头先浸泡在流动相中脱附, 然后将脱附的分析物进样到分析柱里(静态脱附)。

SPME/HPLC接口, 可更换部件和附件

描述	产品编号
SPME/HPLC接口(包括2个VESPEL接头及 Rheodyne 阀)	57353
VESPEL接头, 每包10个	57351
Rheodyne 阀7125的转子密封垫	58830-U
Rheodyne 阀7125维修包组件	55045
用于HPLC的SPME手柄	57331
用于HPLC的SPME萃取头	
60 μm polydimethylsiloxane/divinylbenzene, (PDMS/DVB) 用于药品, 维生素, 防腐剂, 和其它常规应用	57317
85 μm polyacrylate, 用于极性半挥发物	57305
100 μm polydimethylsiloxane(PDMS)	57301
萃取头套装(每种各一支),用于挥发性化合物	57323-U
85 μm polyacrylate, 60 μm polydimethylsiloxane/divinylbenzene(PDMS/DVB), 100 μm polydimethylsiloxane (PDMS)	

手动SPME操作平台

手动SPME操作平台可容纳8个样品瓶, 且可固定SPME手柄并保持一致的萃取头浸入深度。产品编号57333-U只容纳4ml样品瓶; 产品编号57357-U可容纳15mL样品瓶。单独订购15mL的样品瓶瓶架(产品编号57358-U)用于15mL操作平台的瓶架更换或用于4mL操作平台。该操作平台不适用于自动/HPLC进样手柄。



P000123

加热/搅拌器

可将加热/搅拌器置于SPME操作平台的基座上。加热范围是40-550°C, 搅拌范围是60-1200转/分钟。

40 mL样品瓶瓶架

采用顶空SPME对气味或其它挥发物取样时使用该瓶架来加热或搅拌。该瓶架可容纳6个40 mL的样品瓶。

温度计

在使用SPME操作平台和加热/搅拌器时用温度计来监视样品温度。

描述	产品编号
4 mLSPME操作平台(含4ml瓶架)	57333-U
15 mLSPME操作平台(含15ml瓶架)	57357-U
15mL瓶架	57358-U
40 mL样品瓶瓶架	33313-U
温度计, 5英寸	57332
Corning磁力加热搅拌器	CLP6798420D
磁力搅拌子(10mmX3mm)	Z118877-3ea
反应加热器	33318-U
SPME 操作平台支架	57364-U

SPME进样口导向器

在热脱附过程中将SPME萃取手柄较好地固定在进样口。适用于Merlin Microseal密封头和大多数Varian和Agilent/HP色谱仪。



描述	产品编号
SPME进样口导向器	57356-U

Merlin Microseal高压进样隔垫

Merlin Microseal高压进样隔垫可除去硅氧烷的背景，延长进样隔垫的使用寿命。

Merlin Microseal系统受专利保护，有较长使用寿命。它可取代在毛细管或吹扫填充进样口上的标准进样隔垫和进样隔垫螺帽。使用它可在进样过程中避免隔垫成核。两级密封比传统的进样隔垫有着更长的使用寿命。这种新的高压部件容许在2-100psi压力范围内使用。该进样隔垫只适用于23针规的SPME萃取头。

描述	产品编号
用于Agilent/HP 5800, 5900系列, 6890	
1个螺帽和2个隔垫	24814-U
1个螺帽和1个隔垫	24815-U
1个替换隔垫	24816-U
用于Varian 3400和3800 (1078和1079进样器)	
1个Varian螺帽, 1个隔垫, 和1个进样口适配器	24817-U
1个替换隔垫	24818-U

SPME预穿孔的Thermogreen LB-2进样隔垫

更容易让针穿透，具有较高的进样次数。特别适合自动进样器。减少隔垫成核引起的额外峰。已预老化处理，可直接使用。即使在较宽的进样口温度范围-100到350°C也保持非常低的流失。这是Supelco的专有进样隔垫配方。

描述	产品编号
9.5 mm, pk. of 25	23161
9.5 mm, pk. of 50	23162-U
11 mm, pk. of 25	23167
11 mm, pk. of 50	23168

使用Supelco SPME/GC专用进样衬管以获取尖锐的峰

为获取优化的样品进样，色谱进样衬管根据不同的特殊进样技术而设计。当使用SPME和GC作分析时，使用0.75mm内径的进样衬管比起通常使用的2mm内径的进样衬管载气的线速度更快，从而较快地传输分析物到分析柱，形成较窄的扩散带。使用0.75mm内径的进样衬管而得到的尖锐的峰也说明分析物可较快地从萃取头脱附(图B)。

为了减少样品损失或峰拖尾，进样衬管必须是惰性的。我们专有的高温硅烷化技术可完全使Supelco进样衬管去活化，从而减少对活性样品的吸附。使用高效和无溶剂的SPME样品导入和相应的专用进样衬管可有效地获得很好的色谱分离。

SPME专用进样衬管

描述	产品编号
Agilent/HP 5800, 5900系列, 6890	
1根/包	26375,01
5根/包	26375,05
25根/包	26375,25
Varian 1075/1077进样器	
1根/包	26358,01
5根/包	26358,05
25根/包	26358,25
Varian 1078/1079不分流	
1根/包	26378,01
5根/包	26378,05
Varian 1093/1094 SPI进样器	
1根/包	26364,01
5根/包	26364,05
25根/包	26364,25
Perkin Elmer (自动分流, 不分流系统)	
5根/包	26312,05
Shimadzu 9A/15A/16 (SPL-G9/15进样器)	
1根/包	26329,01
5根/包	26329,05
Shimadzu 14/15A/16 (SPL-14进样器)	
1根/包	26335,01
5根/包	26335,05
Shimadzu 17A (SPL-17进样器)	
1根/包	26339,01
5根/包	26339,05
25根/包	26339,25
SPME进样衬管 (柱头进样, Varian SPME进样器)	
5根/包	26364,05

上海徐汇办公室
上海市淮海中路1010号
嘉华中心41层
电话: (021)61415566
传真: (021)61415567
邮编: 200031

上海张江办公室
上海市浦东新区张江高科
晨晖路88号2号楼2楼
电话: (021)20338288
传真: (021)50803042
邮编: 201203

北京
北京市朝阳区将台路甲2号
诺金中心25层
电话: (010)59072688
传真: (010)59072699
邮编: 100016

广州
广州市天河区洗村路5号
凯华国际中心1201-1204
电话: (020)32255333
传真: (020)32255380
邮编: 510623

成都
成都市锦江区人民南路二段1号
仁恒置地广场1706室
电话: (028)80740222
传真: (028)80740227
邮编: 610016



本资料中所有内容 (包括但不限于产品图片、公司logo等) 为德国默克集团所有，未经许可，任何人或实体不得擅自使用或转载。
默克生命科学技术服务热线: 400 889 1988 或 800 819 3336
中国技术服务中心: asiatesherv@merckgroup.com
更多详情, 敬请登陆: www.merckmillipore.com
www.sigmaaldrich.com

默克分析化学

资料编号: MK_BR2234ZH