

GERSTEL

MAKING LABS WORK

搅拌棒吸附萃取

SBSE



浸入萃取



顶空萃取



热脱附

反萃取

GC
GC/MS

LC
LC/MS

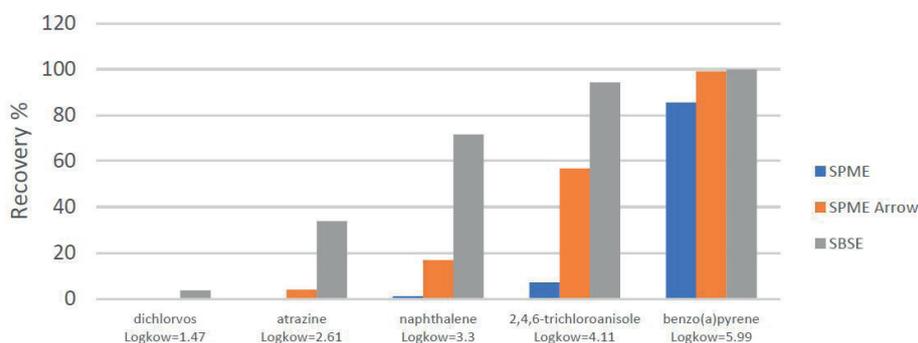
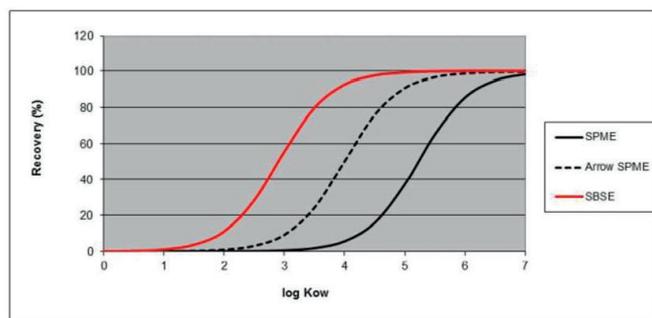


SBSE

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。

SBSE 的吸附层对化合物的萃取过程是吸收的过程, 而不是表面的吸附, 故其相互作用主要是范德华力, 相比表面吸附, 一来释放化合物所需要的热能更低, 可以避免热敏化合物的损失; 二来没有表面竞争性, 故线性范围更大。

SBSE 具有比 SPME、SPME Arrow 更大的吸附层体积 (24–126 μL vs. 0.5 μL vs. 10.2 μL), 故其灵敏度比 SPME 要高出50–250倍, 同理也比 SPME Arrow 要高几倍。右图为 SBSE、SPME Arrow、SPME 的理论回收率的示意图, 当样品体积为10 mL, SBSE 的萃取层体积为24 μL , SPME Arrow 的萃取层为10.2 μL , SPME 的萃取层为0.5 μL 时, 对不同极性 (以 Log $K_{o/w}$ 指数来表现) 的化合物的理论回收率。



左图是对5种有机污染物的理论回收率的示意图, 样品体积为100 mL, SPME 的萃取层体积为0.5 μL , SPME Arrow 的萃取层为10.2 μL , SBSE 的萃取层为126 μL 。

SBSE 的优势

- 萃取和富集同时进行
- 无需溶剂, 节省溶剂消耗, 保护环境
- 可重现性高
- 比SPME更灵敏, 更牢固
- 比SPME线性范围更大
- 所需样品量比SPME更小
- 覆盖非常广的分析物极性范围
- 适用于GC和LC分析
- 操作过程简单
- 离线平行萃取, 高通量, 不占用分析设备



Twister®

用于实现SBSE技术的、包裹有吸附层的磁力搅拌棒被称为Twister®, 由 GERTEL 获得专利并且商业化。Twister 的吸附层有非极性的 PDMS 和极性的 EG-Silicone 两种。Twister 可以用于浸入式萃取和顶空萃取, 其中使用更广泛的、萃取效率更高的是浸入式萃取。顶空式萃取也被称为 HSSE (HeadSpace Sorptive Extraction), 而最常用的浸入式萃取模式则直接称为 SBSE。



PDMS Twister



EG-Silicone Twister



浸入萃取



顶空萃取

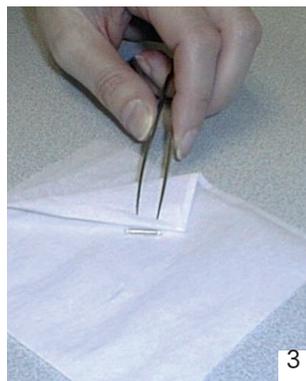


玻璃管+磁心

萃取层

SBSE 的操作过程

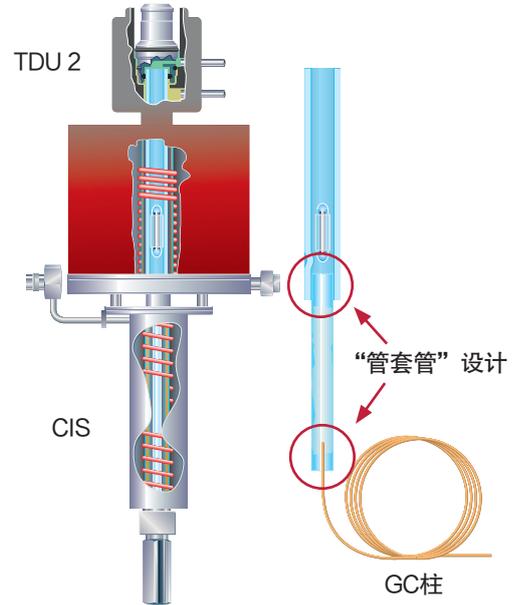
SBSE 的操作过程非常简单, 只需将 Twister 置入样品中, 通常在室温下搅拌1-2个小时 (图1), 取出 Twister 用纯水稍微冲洗一下 (图2), 去除样品中的糖, 蛋白质, 色素等附着在 Twister 表面的物质, 然后用不掉屑的纸巾轻轻拭干 (图3), 将 Twister 装入脱附管中 (图4), 再将脱附管放入密闭的托盘中 (图5), 最后进行自动热脱附进样 (图6)。



SBSE 的进样

热脱附

完成萃取后的 Twister，主要通过热脱附来释放所吸附的化合物，并同时完成进样过程。通过二级冷阱用低温捕集所有化合物，在热脱附过程结束后迅速升温，将化合物以窄峰的形式传递到色谱柱上。使用 GERSTEL 的热脱附单元 TDU 及可程序升温的大体积冷进样口 CIS 作为二级冷阱，保证分析物无歧视、100%的被传递到 GC-MS 系统中。系统特有的“无阀、无传输线”设计，避免了活性点和死体积，误会造成化合物的损失。全面加热保证了无冷点，无残留，实现了热脱附进样的高灵敏度。GERSTEL 热脱附设备体积小、制造精湛可以直接安装在市面上出售的各类 GC 上，无需额外的工作台，并且可以灵活的在热脱附和液体进样技术之间快速切换，高效灵活。

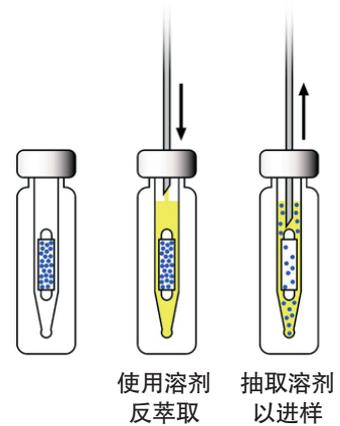


反萃取

也可以使用有机溶剂对 Twister 进行反萃取，使被吸附在 Twister 上的化合物被释放到溶剂中，然后采用液体进样的方法进行液相色谱质谱分析，适合热敏、极性高，以及沸点高的化合物。常用的反萃取溶剂有：

PDMS Twister: 乙腈 (100%)、乙腈/甲醇 (50:50 % or 80:20 %)、乙腈/水 (50:50 %)、二氯甲烷/甲醇 (50:50 %)

EG-Silicone Twister: 乙腈 (100%)、甲醇 (100%)、乙醇/水 (50:50 %)



扫我看视频：SBSE技术介绍

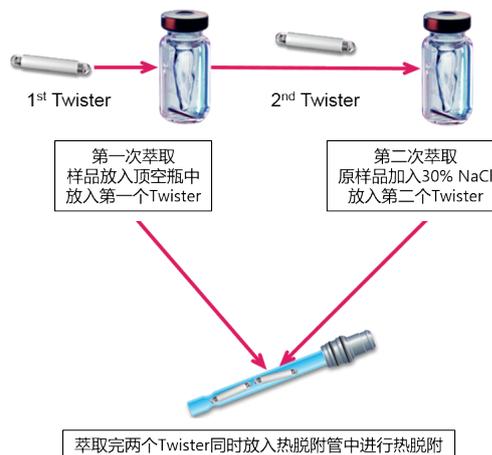
GERSTEL 热脱附解决方案，可以实现热脱附、SPME、SBSE、动态顶空、以及 GC-O 嗅闻技术

多样化的 SBSE 萃取技术

通过灵活的结合多个 Twister 和改变萃取条件，可以衍生出多样化的萃取技术，如顺序萃取 Sequential SBSE、多搅拌棒萃取 mSBSE、溶剂辅助萃取 SA-SBSE。这些技术大大的提高了可萃取的化合物的种类和回收率，从极性到非极性，却不需要额外的制样设备，可根据应用要求灵活使用。

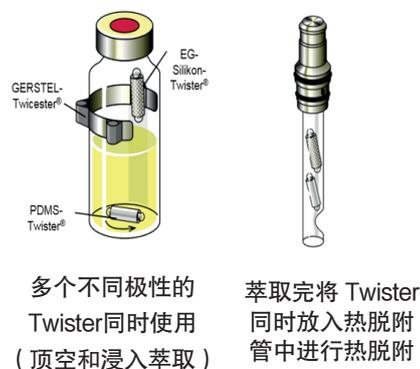
顺序萃取 Sequential SBSE

即使在只有一种 PDMS Twister 的情况下，我们也可以通过向样品中加盐（盐析）来提高对中极性化合物的回收率。此时我们使用两个 PDMS Twister，第一个完成对样品的萃取后取出，然后在原样品中加盐达到饱和，放入第二个 PDMS Twister，同样在完成萃取后取出。把两个 PDMS Twister 同时放入热脱附管中进行热脱附，使中极性化合物达到更高的检测下限，同时也提高了非极性化合物的灵敏度（两个吸附层的体积更大）。



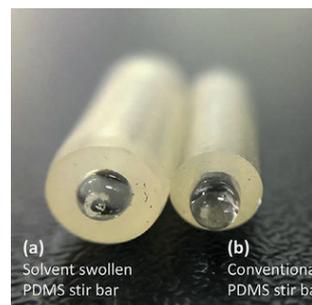
多搅拌棒萃取 mSBSE

通过一个简单的磁环，就可以将一个或多个 Twister 固定在样品瓶的内壁上，在一个 Twister 对样品进行搅拌萃取的同时，被固定的 Twister 也同时萃取样品。固定的位置可以浸入样品，也可以是在顶空部分。我们称这样的萃取方式为多搅拌棒萃取 mSBSE。通过同时使用 PDMS 和 EG-Silicone 两种极性的吸附层，可以覆盖更宽的分析物极性范围，同时提高回收率。萃取完的多个 Twister 可放入脱附管中同时进行热解吸进样和紧接着的 GC-MS 分析。



溶剂辅助萃取 SA-SBSE

SA-SBSE 这是一种新颖的萃取技术，通过让 PDMS Twister 的吸附层吸收特定的有机溶剂而膨胀，然后用膨胀的 Twister 去萃取样品。通过不同的溶剂达到类似液液萃取的效果，可以显著提高对极性化合物的萃取效率。在 SA-SBSE 萃取步骤后，可以使用溶剂对 Twister 进行反萃取，以进行后续的 GC-MS 或 LC-MS 分析，或者通过热脱附的程序升温模式，首先将溶剂蒸发排出然后再解吸目标化合物进行 GC-MS 测定。

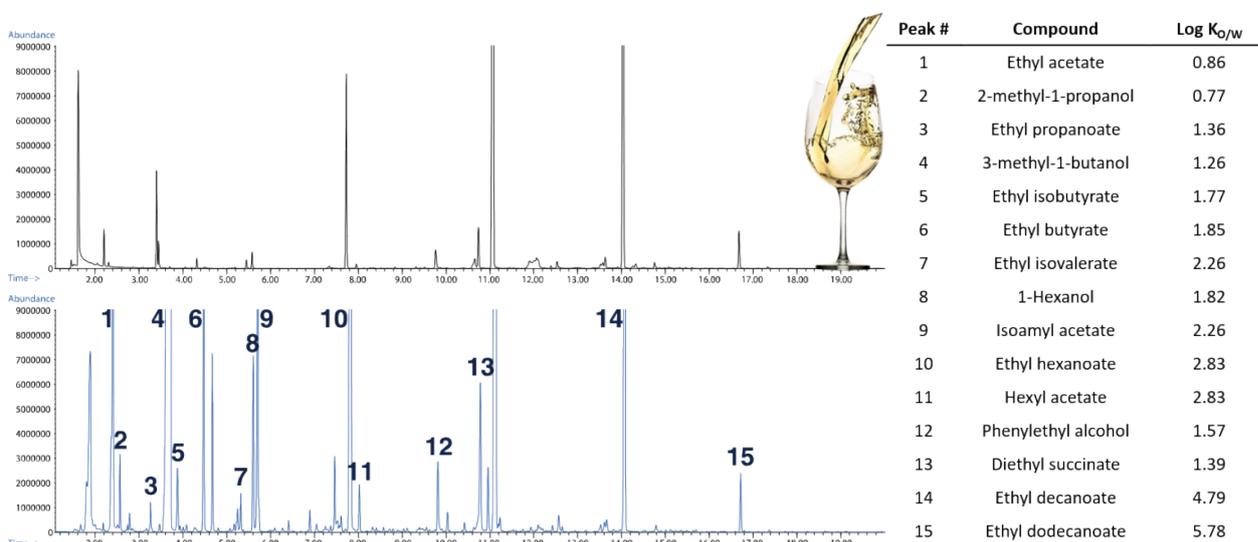


TF-SPME

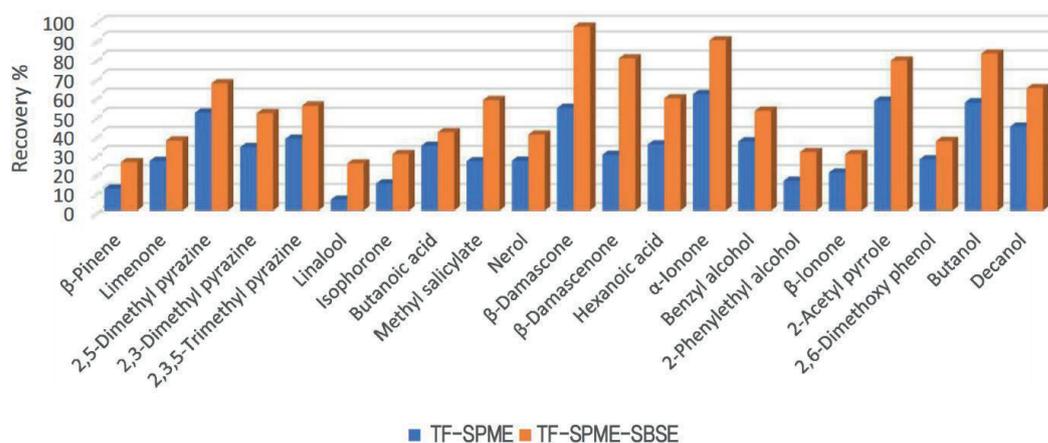
薄膜固相微萃取 (Thin Film SPME) 简称 TF-SPME, 是 SPME 的发明者加拿大皇家科学院院士、滑铁卢大学的 Janusz Pawliszyn 教授开发的新萃取工具, 通过将吸附相 (萃取层) 涂在碳网片上实现的。

此技术与 SPME、SBSE 一样, 是一种绿色无溶的萃取技术, 适用于分析痕量挥发性有机化合物 (VOCs、SVOCs)。通过增加 TF-SPME 的吸附相的表面积和体积, 获得对极性化合物和易挥发有机化合物 VVOCs 更好的萃取表现, 并且有萃取时间短的优势。

现有 PDMS/DVB、PDMS/Carboxen、HLB/PDMS 多种吸附相, 可以单独适用, 或是与 SBSE 同时使用。适用于食品、饮料、香精香料、环境检测等行业。其薄膜的设计更适合接触性采样: 如皮肤和材料表面。



上图显示的是白葡萄酒的总离子色谱图 (TICs) 的堆叠视图, 该白葡萄酒由长相思白葡萄酒和 Gewurztraminer 品种混合而成, 并适用常规 SPME 纤维 (上图) 和 TF-SPME (下图) 萃取 (GERSTEL AppNote 200)



上图是在直接浸入式的萃取模式下, 仅用 TF-SPME (蓝色柱形) 和使用 TF-SPME-SBSE (红色柱形) 对茶样品中部分挥发性有机化合物的回收率比较。所选化合物的回收率均提高一倍以上, β -蒎烯、2, 3-二甲基吡嗪、异佛尔酮、水杨酸甲酯、橙花醇、 β -大马酮、己酸、2-苯乙醇极高了2倍; β -大马烯酮提高了3倍; 芳樟醇提高了4倍*

*Source: Yunle Huang, Christina Shu Min Liew, Shalene Xue Lin Goh, Rui Min Vivian Goh, Kim Huey Ee, Aileen Pua, Shao Quan Liu, Benjamin Lassabliere, Bin Yu, Enhanced extraction using a combination of stir bar sorptive extraction and thin film-solid phase microextraction, Journal of Chromatography A, <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2020.461617>.

TF-SPME 的优势

TF-SPME 的大表面积提高了采样效率，并且有助于减少达到平衡所需的时间。TF-SPME 膜的表面积比 100 μm 的 SPME 纤维的表面积增加了 20 倍。对几种多环芳烃 (PAH) 的萃取，TF-SPME 的萃取量比 SPME 的萃取量高 7-20 倍 (Bruheim, Liu, & Pawliszyn, 2003)。

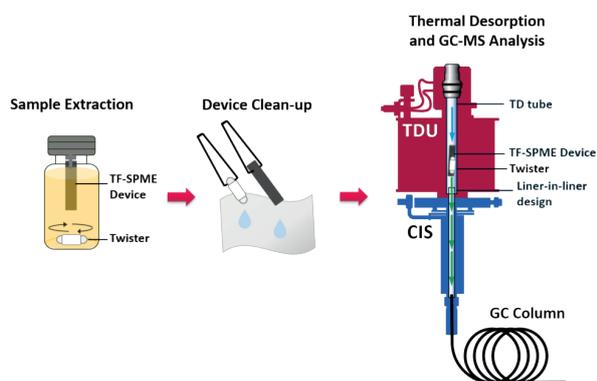
Extraction Phase		
Extraction Device	Surface Area (mm ²)	Volume (μL)
100 μm SPME fiber	9.4	0.6
Twister (10 mm x 2.45 mm, 0.5 mm phase thickness)	154	24
TF-SPME (20 mm x 4.65 mm, 90 μm phase thickness)	190	9

各种吸附萃取装置的萃取像表面积和体积一览

TF-SPME 的应用

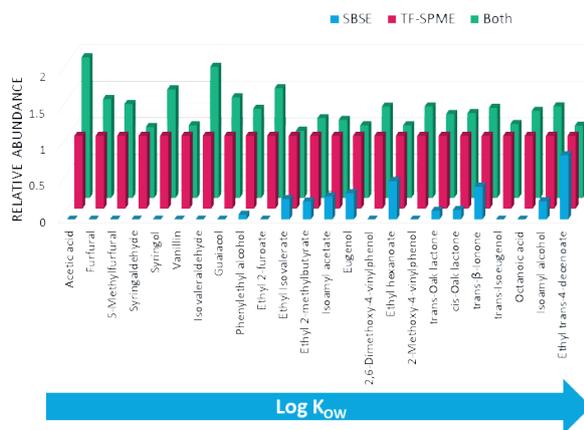
TF-SPME 已成功用于各种应用，包括环境、水、食品、香精香料、饮料、异味和材料排放。通过提高各种挥发性和半挥发性化合物的检测并缩短提取时间，TF-SPME 可以满足这些行业的质量控制和研发的严格要求。

- 环境/水
- 食品、风味、香精香料、饮料
- 异味分析



TF-SPME 结合 SBSE

将 TF-SPME 和 SBSE 技术同时使用，可以更大的覆盖不同极性的有机化合物，大大提高萃取效率。对于液体样品，用 Twister 来搅拌并萃取，同时将 TF-SPME 浸入样品进行平行萃取。然后将这两个装置放入同一个热脱附管中一起热解吸。与单独的技术相比，Twister 和 TF-SPME 的组合，可以获得更高的萃取效率，可以覆盖更大极性范围的挥发性有机化合物 (log K_{ow} 从 -0.26 到 4.83)。



*Peak areas were normalized to those acquired by TF-SPME-TD-GC-MS

SBSE 的应用领域

环境分析

- 多环芳烃 (PAH)、有机氯农药 (OCP)、有机磷农药 (OPP)、有机氮农药 (ONP)、多氯联苯 (PCB)、多溴联苯醚 (PBDE)、烷基酚 (AP)
- 酚类有机污染物(氯酚, 双酚A, 4-叔辛基酚和4-壬基酚)
- 内分泌干扰化学物质 (EDCs)
- 极性和非极性的优先和新兴污染物(全氟化合物、防腐剂、增塑剂、表面活性剂、阻燃剂、激素、药物、紫外线过滤剂、农药、个人护理产品 (PCP)、有机金属化合物、芳香剂)

食品分析

- 风味特征 (挥发性和半挥发性化合物, 主要为痕量组分)
- 添加剂
- 异味的化合物 (例如, 醛, 卤代苯甲醚)
- 毒素和食品中的污染物 (如从食品包装中迁移到食品中的污染物)
- 氯酚和氯苯甲醚, 醇和挥发性酚等极性风味物质

生物医学

- 样品: 血清、尿液、血液、血浆、母乳、药品及包装等
- 分析物: 双氯芬酸、二甲基三硫、内分泌干扰化学物质、利福平、卤苯甲醚、卤代酚、包装可浸出污染物、挥发性代谢物等



哲斯泰 (上海) 贸易有限公司
 上海市金海路1000号56幢206室
 电话: 021-50719398
 邮箱: china@gerstel.com



欢迎关注我们
www.gerstel.com

Subject to change. GERSTEL®, GRAPHPACK®, TWISTER® and TWICESTER® are registered trademarks of GERSTEL GmbH & Co. KG. Copyright by GERSTEL GmbH & Co. KG. Agilent® is a registered Trademark of Agilent Technologies, Inc.

