

顶空/吹扫-微捕集 膜萃取 微冷阱 无溶剂萃取系列装置

北京帅恩科技有限责任公司

地址：北京市海淀区万寿路24号院3号楼1门102室 邮编：100036
电话：010-62811925，62896784 传真：010-62894088
E-mail：sale@ferrencn.com ferrencn@sohu.com

无溶剂萃取系列仪器和装置：

1. HSMT-01 静态顶空系统；
2. PMT-01 吹扫-微捕集系统；
3. MCT-01 微冷阱浓缩系统；
4. MEMT-01 膜萃取-微捕集系统；
5. CMT 系列（低温）热解吸系统；
6. LW-01 操作系统软件。

操作控制单元和各种仪器组成图示



美国 Perkin-Elmer TurboMass GCMS 仪器顶部

CMT 系列仪器主要性能和特点：

1. 微捕集技术：

解决了与**GCMS**仪器的接口问题（流量匹配性），不用柱前冷聚焦，不使用柱前分流或使用小流量分流（1-2mL/min）。

2. 小体积样品（空间）浓缩技术：

减少样品基体的干扰，减少处理过程引进的误差，降低方法的检出限。

3. 仪器的小型化：

实现了直接处理样品和直接进样方式，操作简单方便、性能稳定可靠。

微捕集技术 (浓缩进样)

使用较小尺寸和较小死体积的吸附剂捕集管（60 μ L），内部充填 5-20mg 的 Tenax GR 或 Carbotrap B 或 Carbosieve 等材料。应用较小的吹扫气体流量（1-3 mL/min），与毛细管-GCMS 的载气流量（1-2mL/min）相匹配；微捕集管尺寸既短又细，装填材料又少，热容量小，可实现快速升温（800 /min）。由此，可以在毛细管-GC 的载气流速条件下进行在线分析，无需稀释（毛细柱前分流）、无需冷聚焦、允许浓缩后的样品全部引进 GC 毛细管分析柱，并可获得较尖锐的色谱峰形的测定结果。

小体积样品（或空间）浓缩

吹扫-微捕集：2 mL 样品（4-8mL 样品瓶）
小流量吹扫（2-6 mL/min）

静态顶空：2-10 mL 样品，压力-时间控制模式。
（20/40mL 样品瓶）

膜萃取-微捕集：1 mL 样品，定体积进样。
气体吹扫液体样品（0.5-2 mL/min）。
气-液-固三相萃取（膜萃取模块内）

微冷阱浓缩：制冷空间小（小于 20 cm³）
热容量小、消耗液氮少，
降温和升温速度快。

仪器的小型化

样品瓶直接处理样品，微捕集管直接进样方式，与分析仪器连接简单直接、操作方便灵活。

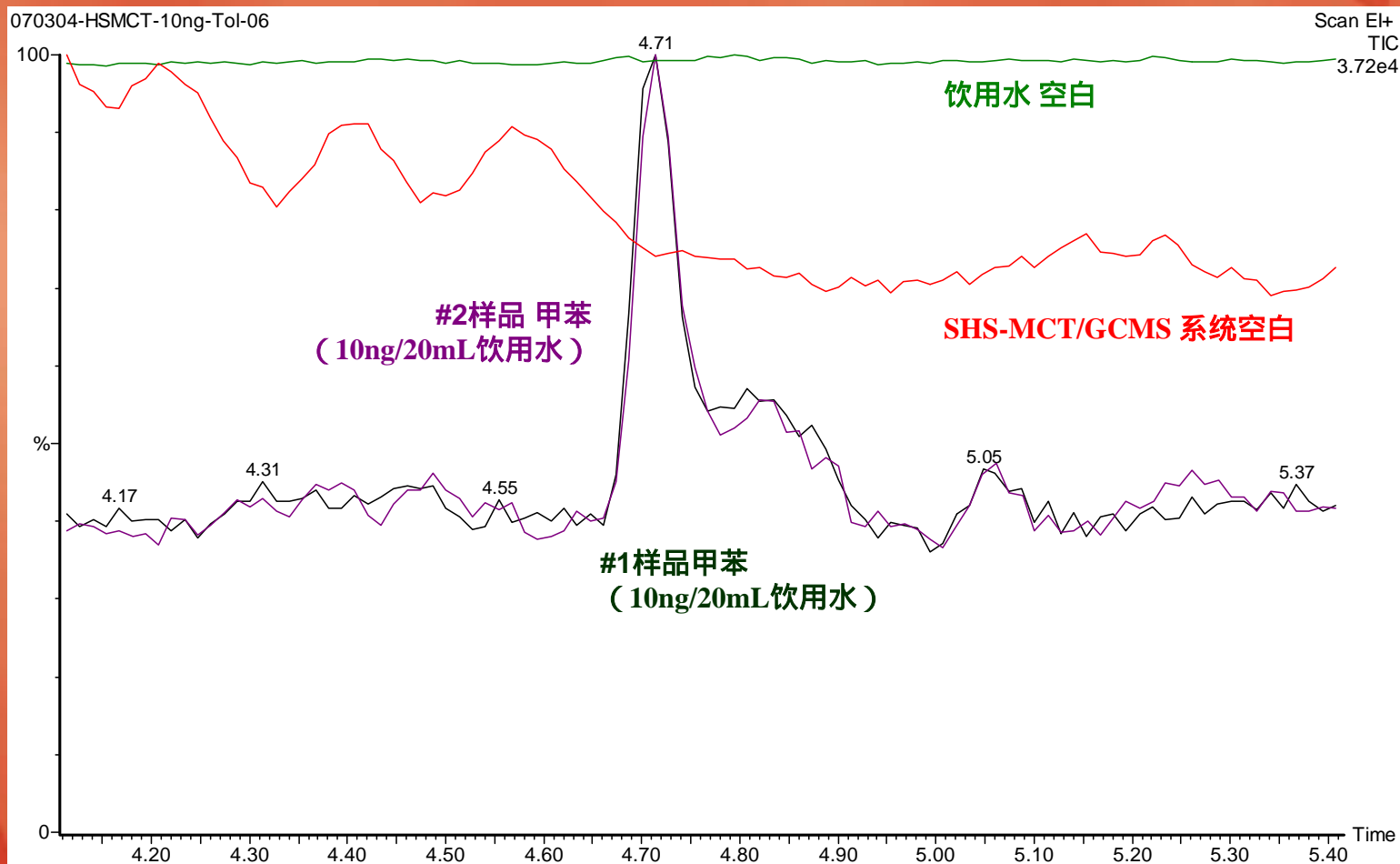
静态顶空-微捕集仪器



TEKMAR 7000 型静态顶空仪器

Static-HSMT/GCMS

测定饮用水中甲苯 (0.5ng/mL)



S-HSMT-GC/FID

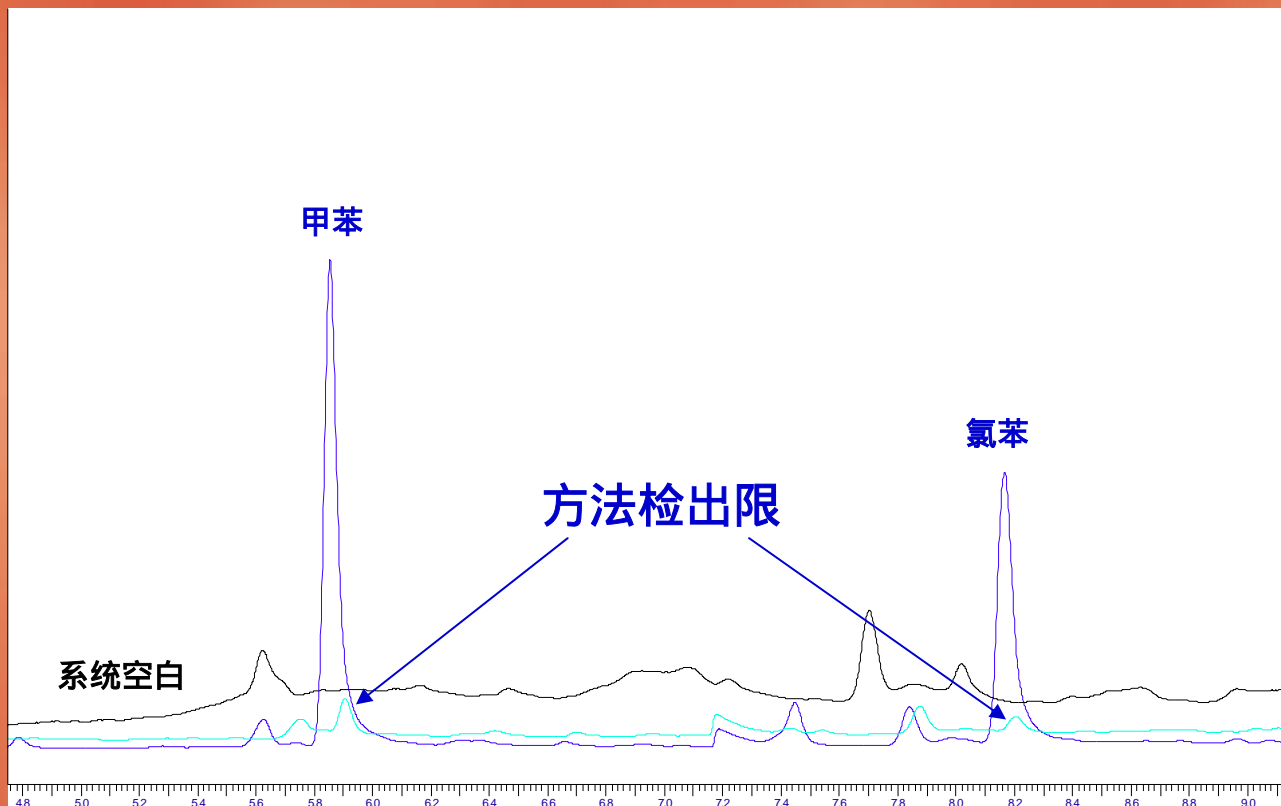
测定自来水水中甲苯（10ng/20mL）

仪器编号	目标物质	样品1	样品2	样品3	均值	SD	RSD（%）
仪器1	甲苯	11980	12886	12598	12488	463	3.7
仪器2	甲苯	8440	7359	6985	7495	755	10.0

测定结果的误差评价

PMT- GC/FID 测定

水中甲苯和氯苯的 MDL (**0.6ng/2mL**)



PMT- GC/FID 测定水中甲苯和氯苯

吹扫-捕集/GC-FID测定样品中甲苯和氯苯的结果* (n=3)

目标物质	2mL样品 (10ng)		4mL样品 (10ng)		2mL样品 (0.6ng)	
	平均RF	RSD(%)	平均RF	RSD(%)	平均RF	RSD(%)
甲苯	1.53	0.03	1.77	0.07	1.83	0.09
氯苯	0.66	0.02	0.57	0.07	0.55	0.09

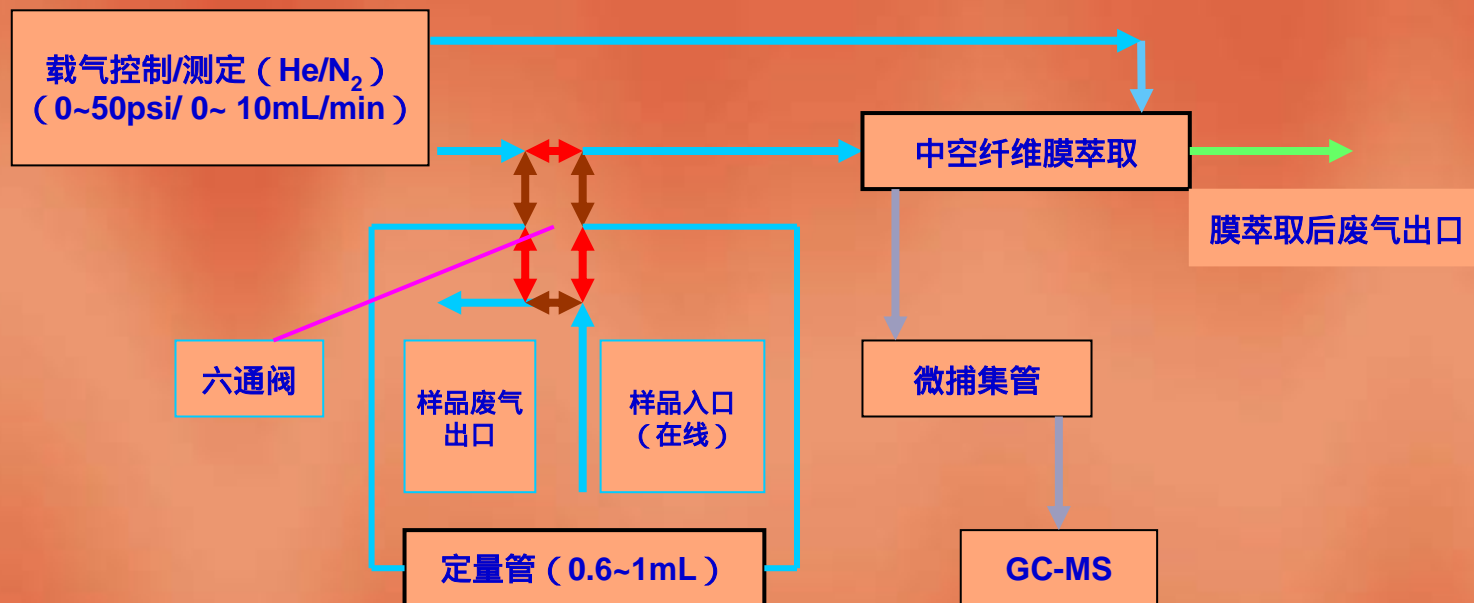
吹扫-捕集/GC-FID测定样品中甲苯和氯苯的结果* (n=3)

目标物质	2mL样品 (10ng)		4mL样品 (10ng)		2mL样品 (0.6ng)	
	回收率	RSD(%)	回收率	RSD(%)	回收率	RSD(%)
甲苯	0.99-1.04	2.5	0.90-1.05	7.4	0.91-1.09	7.3
氯苯	0.96-1.01	2.5	0.95-1.11	6.8	0.91-1.10	7.8

* 分别以甲苯和氯苯作为内标时计算它们的RF值和回收率及其RSD值。

定量测定结果的误差评价

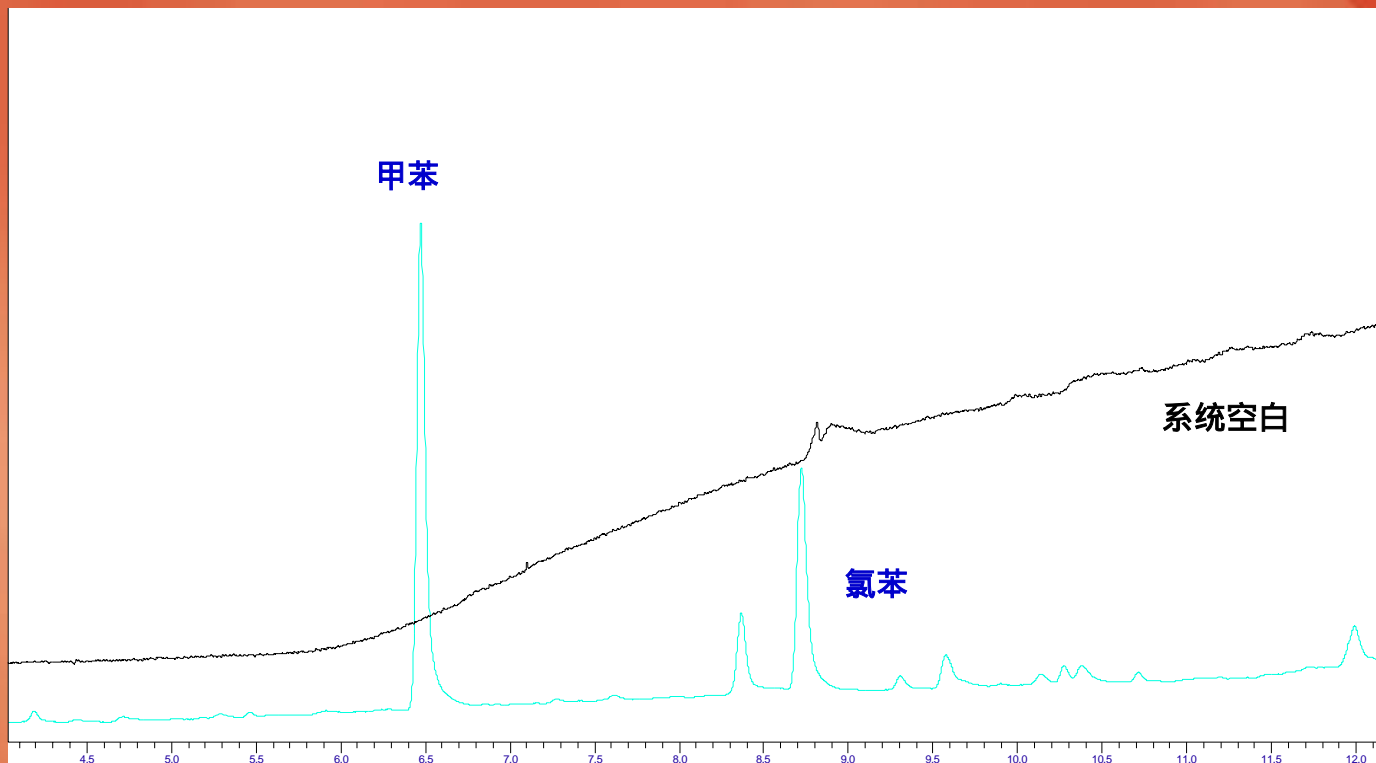
膜萃取-微捕集系统的气路结构



膜吹扫-微捕集浓缩系统原理框图

MEMT-GC/FID

测定饮用水中甲苯 (10ng/mL)



目标物质	样品 1	样品 2	样品 3	均值	SD	RSD (%)
甲苯	20900	23391	21157	12488	463	3.7

测定结果的误差评价

SHS-MCT 静态顶空系统

PMT-MCT 吹扫-微捕集系统

MEMT-01 膜萃取-微捕集系统

MCT-01 微冷阱浓缩系统

实验测定结果表明，可获得如下性能指标：

1. 可编程最短时间：1秒。
2. 阀：24V DC驱动；有效通径，1-2 mmID。
3. 可编程温度：-160 - 400 。
4. 软件操作系统要求：Win XP/Win 2000；通讯接口：485串口。
5. 样品瓶体积：玻璃 4mL，8mL，20mL，40mL 等。
6. 微捕集：不锈钢 2.0 mm od × 1.4 mm id × 100 mm；
微冷阱捕集：0.53 mm id - 0.18 mm id × 60 mm L；
热解吸控制精度：±1 ，升温速率：600-800 /min 。
7. 系统压力控制：0-50 psi；应用流量范围：0.6-20 mL/min。
8. 管路：PTFE 1.2 mm od × 0.5 mm/0.8 mm id。
9. 浓度操作范围：校正，0.5 ng - 200 ng；系统，ppt - ppb。

CMT-400A 热解吸仪器 与岛津 GC-9A 型气相色谱联机图示



MT-MCT 低温热解吸仪器 与岛津 QP 2010 GCMS 联机图示



ME-MT 膜萃取-微捕集仪器 与安捷伦 5973型 GCMS 联机图示



SHS-MT 静态顶空-微捕集仪器 与 PE TurboMass GCMS 联机图示



SHS-MCT 顶空-微捕集仪器

PMT-MCT 吹扫-微捕集仪器



无溶剂萃取技术与 GCMS 联机的几个应用

1. CMT 系列（低温）热解吸系统与 GCMS 联用

- 1.1 直接测定石油液化气体中各种含硫物质组成；
- 1.2 测定电气设备中 SF_6 分解产物的组成；

2. MEMT-01 膜萃取-微捕集系统与 GCMS 联用

- 2.1 直接测定碳酸饮料中苯和其它的物质组成；
- 2.2 直接测定自来水中消毒副产物物质。

CMT-GC/MS 直接测定

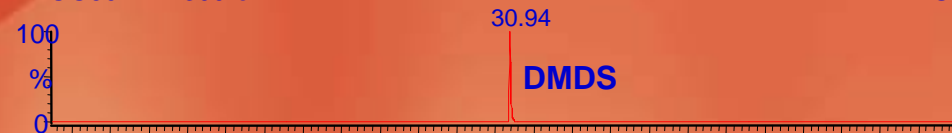
液化石油气体中含硫物质组成

10-Jul-2003

51ml

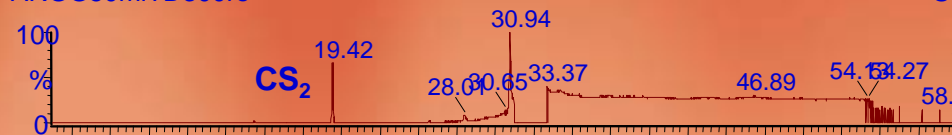
ARGG50mlTD300re

Scan EI+
94
6.15e5



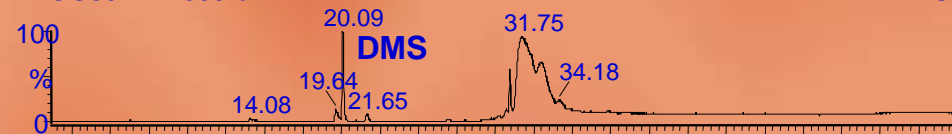
ARGG50mlTD300re

Scan EI+
76
5.35e3



ARGG50mlTD300re

Scan EI+
62
6.94e3



ARGG50mlTD300re

Scan EI+
48
2.67e5



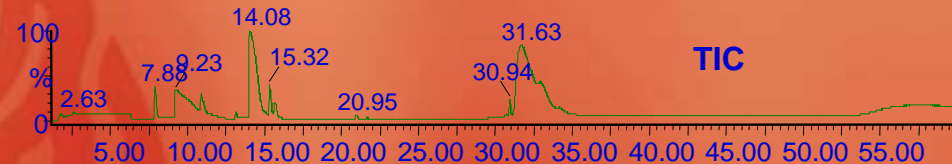
ARGG50mlTD300re

Scan EI+
60
3.10e3



ARGG50mlTD300re

Scan EI+
TIC
1.31e7

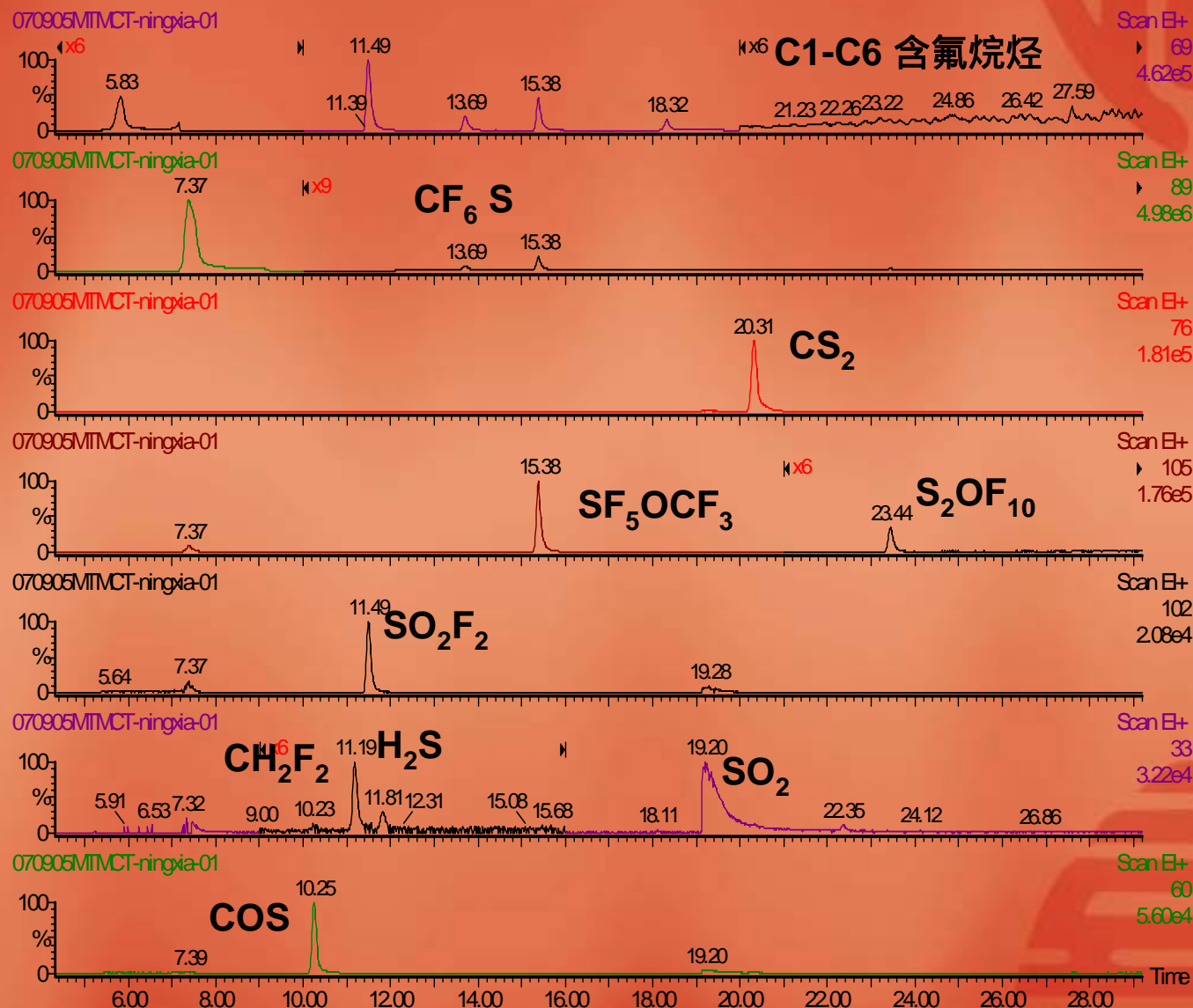


Time (min)

30 mL 样品经常温 (20-30) 微捕集之后, 99%以上的 C2-C6 烃已经被分离 (基体对 FPD 的测定干扰已经消除), 而 ppm 量级以下的含硫物质被浓缩并被 GC/MS 测定出来: 羰基硫、甲硫醇、二甲基硫、二硫化碳、二甲基二硫醇等 (回收率在 50%~70% 以上)。

CMT-GC/MS 测定 SF_6 中分解产物组成

如图示，
是一个 SF_6 样
品经 MTMCT-
GCMS 测定的
结果（-60 ~
-75 阱微捕
集）。
经 GCMS 数
据库（Nist、
Willey 和毒品
库）检索结果
和人工解析确
认最后结果。



yinchuan-split 2mL

070905MTMCT-ningxia-01 1667 (23.229)

Scan EI+
2.19e4



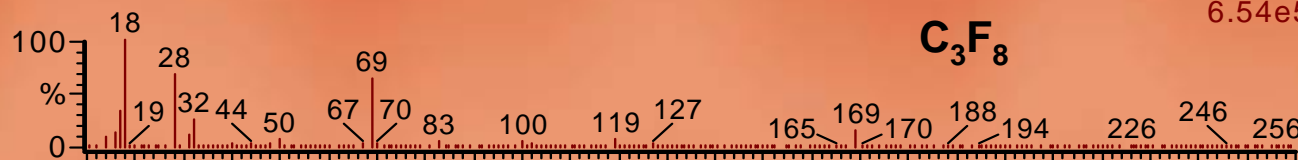
070905MTMCT-ningxia-01 1300 (18.335)

Scan EI+
5.21e4



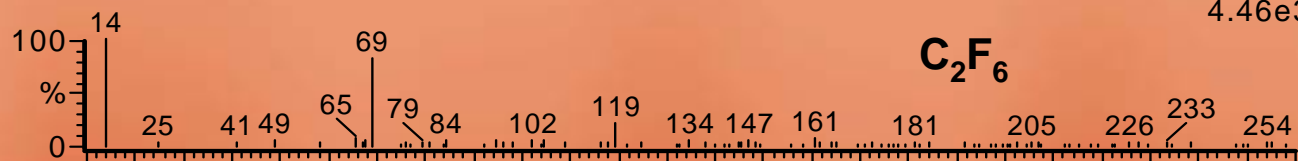
070905MTMCT-ningxia-01 785 (11.468)

Scan EI+
6.54e5



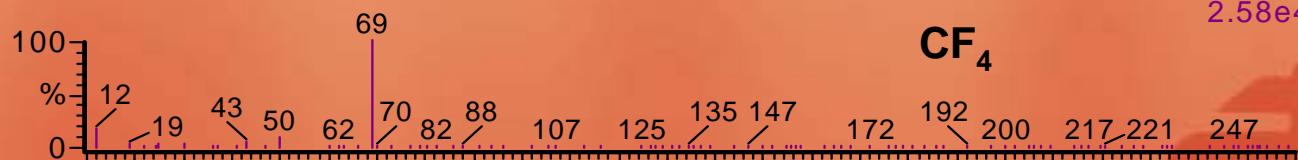
070905MTMCT-ningxia-01 460 (7.134) Cm (460:462-(457:458+463:464))

Scan EI+
4.46e3



070905MTMCT-ningxia-01 356 (5.747) Cm (356:367-(345:351+372:376))

Scan EI+
2.58e4



070905MTMCT-ningxia-01 766 (11.214) Cm (356:367-(345:351+372:376))

Scan EI+
3.22e3

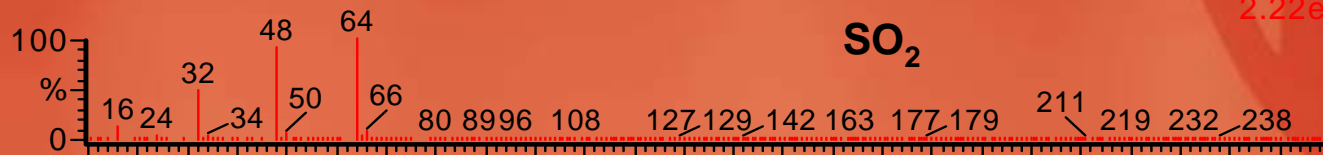


续一：
SF₆ 样品中
含氟烷烃组成
质谱解析结果

yinchuan-split 2mL

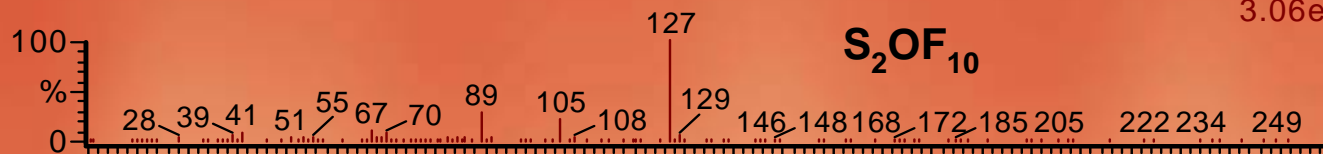
070905MTMCT-ningxia-01 1378 (19.375) Cm (1378:1424-1446:1491)

Scan EI+
2.22e6



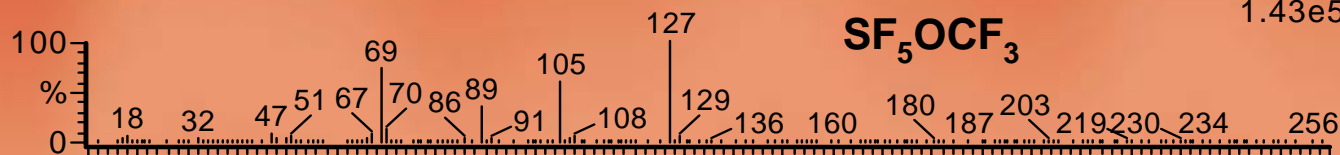
070905MTMCT-ningxia-01 1683 (23.443) Cm (1677:1691-(1654:1669+1704:1717))

3.06e4



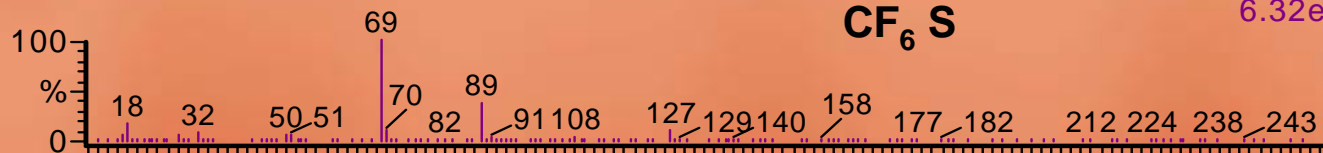
070905MTMCT-ningxia-01 1078 (15.375) Cm (1071:1089-1056:1067)

Scan EI+
1.43e5



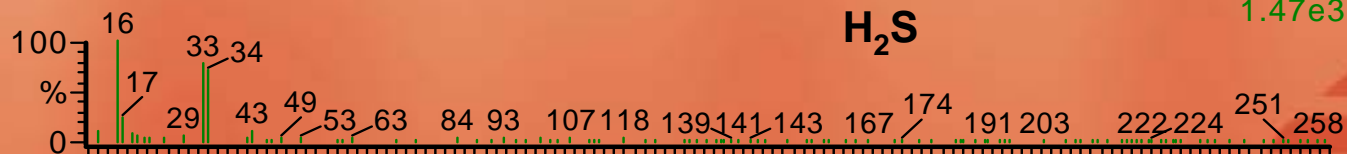
070905MTMCT-ningxia-01 952 (13.695)

Scan EI+
6.32e4



070905MTMCT-ningxia-01 809 (11.788) Cm (808:815-(800:805+824:830))

Scan EI+
1.47e3



070905MTMCT-ningxia-01 693 (10.241) Cm (689:701-(678:689+702:712))

Scan EI+
3.14e4

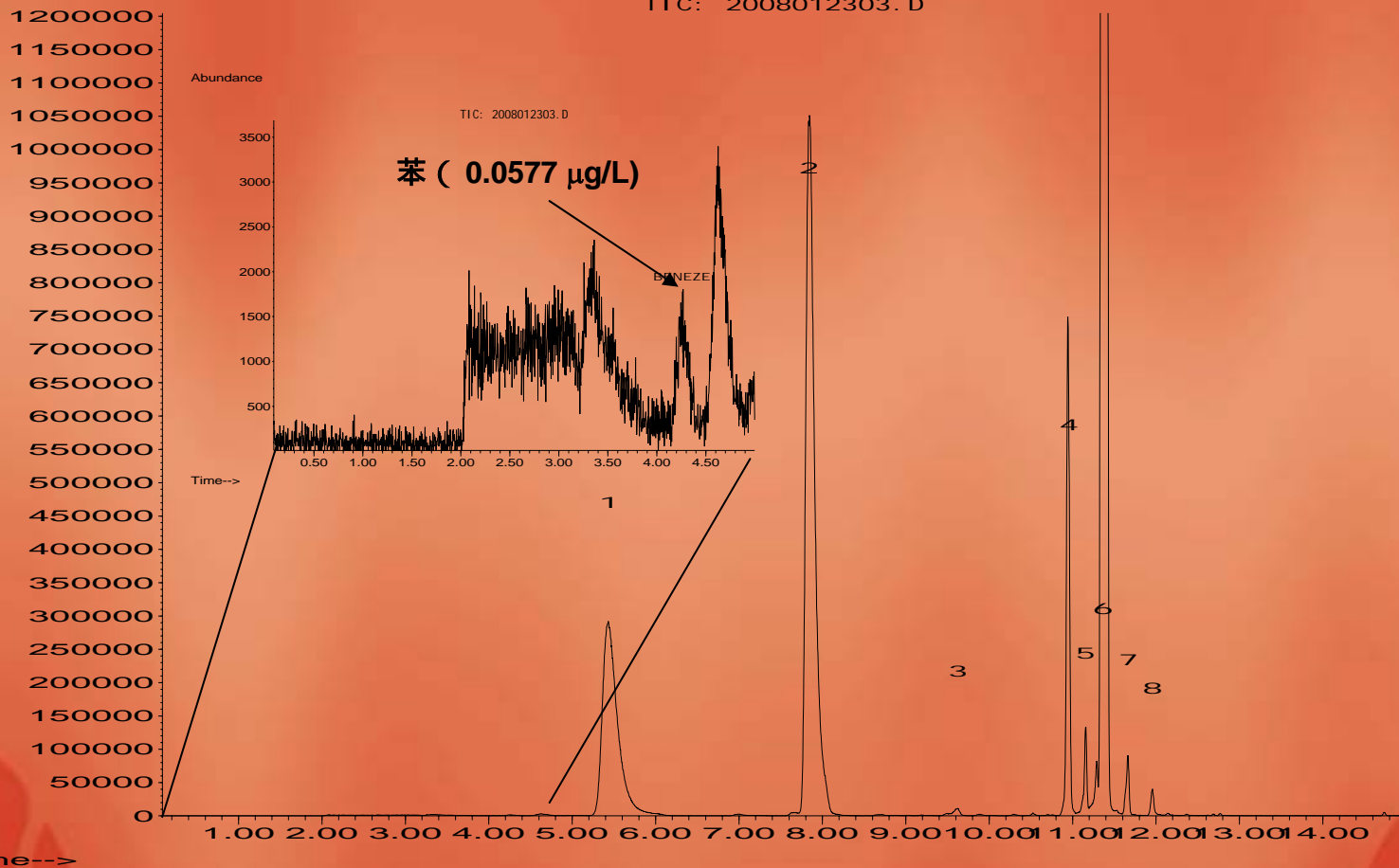


续二：
SF₆ 样品中
含硫分解产物组成
质谱解析结果

商品饮料中痕量苯的 MEMT-GCMS 测定结果


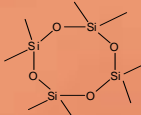
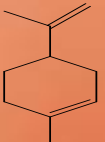

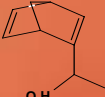
Abundance

TIC: 2008012303.D



总离子色谱图 (连续 5 次膜萃取, 每次 1 mL 样品)

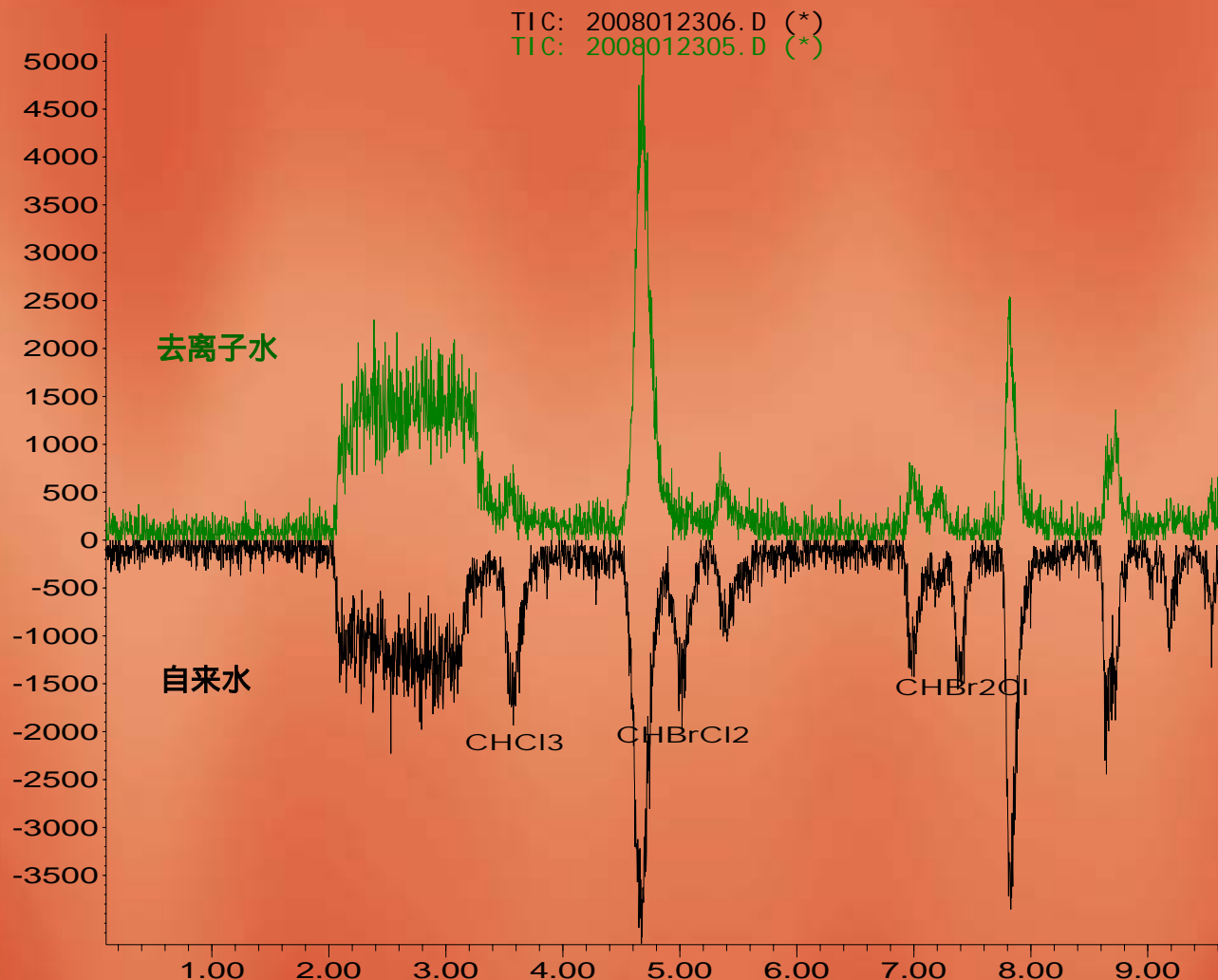
商品饮料中其它物质的 MEMT-GCMS 测定结果 (续一)

峰编号	保留时间	名称或结构式 *	分子式
1	5.43	丙酸乙酯	C ₅ H ₁₀ O ₂
2	7.85	丁酸乙酯	C ₆ H ₁₂ O ₂
3	9.62	庚酮	C ₇ H ₁₄ O
4	10 . 96		C ₁₀ H ₁₆
5	11.16		C ₈ H ₂₄ O ₄ Si ₄
6	11.40		C ₁₀ H ₁₆
7	11.66		C ₁₀ H ₁₆
8	11.96		C ₉ H ₁₂ O

* 物质及其结构是通过质谱数据库 (NIST) 确认。

自来水中消毒副产物的 MEMT-GCMS 测定结果

Abundance



总离子色谱图

Thank you

for your attention