

**CNIC-01653**  
**CAEP-0115**

环境气氛中固相微萃取技术研究  
**SOLID PHASE MICROEXTRACTION IN**  
**ENVIRONMENTAL ATMOSPHERE**  
*(In Chinese)*

中国核情报中心  
China Nuclear Information Centre

CNIC-01653  
CAEP-0115

## 环境气氛中固相微萃取技术研究

陶萍 韦力凡 谭云

(中国工程物理研究院结构力学研究所, 绵阳, 621900)

### 摘 要

固相微萃取是环境分析样品前处理的新技术, 是分析环境气氛中挥发性有机物质组份的先进的取样技术。在对该技术的原理、应用资料调研基础上, 选择了适合萃取气体中有机挥发物质的萃取头, 优选了固相微萃取装置。为考察萃取头的萃取效果, 使用该装置对环境气氛中有机挥发物质进行取样, 在气相色谱-质谱仪上进行定性检测, 获得较好的效果。

关键词: 固相微萃取 有机挥发物 定性检测

# **Solid Phase Microextraction in Environmental Atmosphere**

*(In Chinese)*

TAO Ping WEI Lifan TAN Yun  
(Institute of Structural Mechanics, CAEP, Mianyang, 621900)

## **ABSTRACT**

Solid phase microextraction (SPME) is an advanced technique of sample pretreatment in environmental atmosphere analysis, i.e., a sampling method of extracting volatile organic compounds from environmental gas. According to the primary survey on the theory and application of SPME, a suitable extraction tip, i.e., a coated fused silica fiber, is selected to construct a SPME apparatus. This SPME apparatus is used to extract volatile organic compounds from environmental atmosphere and a qualitative detection is conducted in gas chromatography-mass spectrometer system. Good experimental results are obtained.

**Key words:** SPME, Volatile organic compounds, Qualitative detection

## 前言

目前，产品库存中微气氛环境中有机气体检测需要新的、适用的取样技术。传统的管路控制取样装置对永久性气体样品是很适用的，但对测试含有挥发性有机物质则会发生严重丢失，不能获得准确的检测结果<sup>[1]</sup>。

固相微萃取是环境分析样品前处理的新技术，是分析环境气氛中挥发性有机物质组份的先进的取样方法。针对固相微萃取（Solid Phase Microextraction, SPME）技术的原理、应用进行了深入调研，使我们对该项新技术有一个较全面的认识，并对调研资料进行消化理解，提出研究思路。根据报告中提出的研究思路并结合具体应用选购了固相微萃取装置，使用该装置对环境气氛中有机挥发物质进行取样，考查其萃取性能，获得较好的效果。通过对固相微萃取取样方法研究，可为开展产品库存中微气氛中有机组份检测提供取样方法。

## 1 SPME 装置及其特性

### 1.1 结构特点

美国 SUPELCO 公司于 1993 年推出商品化的 SPME 装置，在分析化学领域引起极大的反响<sup>[2]</sup>。典型的 SPME 装置已在文献中介绍，该装置适用于不同状态样品取样，但要求取样后立即检测，否则，会造成样品污染和丢失，不能获得正确的结果，该种类型的萃取装置适用于实验室使用。而我们实际应用中存在异地取样的问题，为此对商品化的 SPME 装置进行了较深入的调研。据 SUPELCO 公司应用资料<sup>[3]</sup>介绍，SPME 便携式现场采样器可从液体或户外空气样品中萃取并密封贮存被分析物质，该采样器可有效地从现场萃取样品并运输样品。被萃取的物质被安全的密封在一个可替换的隔垫后面，能安全的转移到分析实验室进行检测。该装置具有快速、简便、有效、携带方便、适宜在现场使用等优点。其外型结构示意图见图 1。图中除隔垫穿刺针、纤维固定针及外覆固相涂层的纤维，其余部分通常称为手柄。

SPME 便携式现场采样装置是收集现场多种挥发性和半挥发性化合物的一种实用的装置，主要有手柄和萃取头组成。其手柄顶端中有可更换的密封隔垫，将深度调节控制杆调至第一个深度调节孔中，高效保留纤维即萃取头被密封，可确保被萃取的物质在加热解吸前保持在纤维上。深度调节控制杆在手柄针管中的五个调节孔的移动可控制针头插入取样容器或在纤维解吸期间进入取样口的深度。SPME 便携式现场采样装置的多数元件是由耐用的聚合物制成，但是其端部是铝制的，可在气相色谱（GC）加热解吸过程中对该装置起到保护作用。整套装置的使用寿命在 50 至 100 次，即一般经过 50 至 100 次的萃取 / 解吸循环后报废。

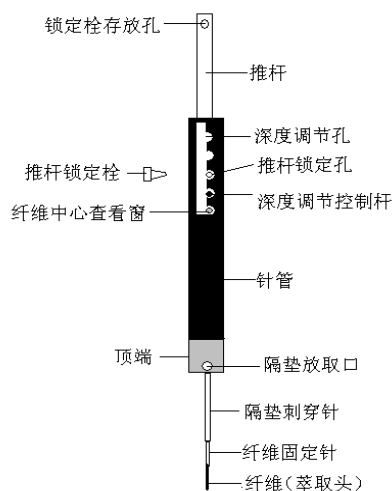


图1 SPME 便携式现场采样装置示意图

## 1.2 萃取头固相涂层的优选

SPME 是靠萃取头来萃取样品，萃取头是一根外覆固相涂层的纤维，是 SPME 的关键部件。萃取头所用纤维通常为石英纤维，固相涂层的材料及制备方法却是在不断发展，目前已商品化的固相涂层较多，对涂层的选择直接影响分析检测结果，应根据所要检测的样品中有机物质组份，选择合适的固相涂层。萃取头的固相涂层是 SPME 技术的核心，开发高效、高选择性、长寿命的固相涂层材料是 SPME 技术取得新突破的关键<sup>[2]</sup>。为选择适用的 SPME 装置，应密切关注固相涂层领域的发展动态。目前，典型的固相涂层及其应用见表 1。

表 1 典型的固相涂层及其应用

固相涂层	应用	固相涂层	应用
100 μ m PDMS	挥发性物质	65 μ m PDMS / DVB	极性挥发性物质
7 μ m PDMS	中极性和非极性半挥发物质	50 μ m DVB / Carboxen	香料、气味
65 μ m PEG / DVB	极性物质	65 μ m Carbowax / DVB	醇类及极性物质
85 μ m PA	极性半挥发物质	75 μ m Carboxen / PDMS	气体硫化物和挥发性物质
30 μ m PDMS	非极性半挥发物质		

注：PDMS——聚二甲基硅氧烷；DVB——二乙烯基苯；PEG——聚乙二醇；Carboxen——碳分子筛；PA——聚丙烯酸酯；Carbowax——碳蜡。

为获得准确的检测结果，必须针对被分析物质选择合适的涂层。从表中可见，75 μ m Carboxen / PDMS 和 100 μ m PDMS 涂层的纤维均适用于萃取挥发性有机物质，其中 100 μ m PDMS 涂层的纤维适于一般的应用。75 μ m Carboxen / PDMS 的纤维是 SUPELCO 公司新产品，是该公司为提取气体、液体及固体中低分子挥发性有机物质特别研制的，该纤维外涂 Carboxen 吸附剂，增加了吸附层的表面积，可有效地吸收挥发性强的有机化合物。

### 1.3 SPME 装置的密封贮存性能<sup>[3]</sup>

为检验便携式现场采样装置的密封贮存性能，SUPELCO 公司对其进行了实验研究，使用 75 μ m Carboxen / PDMS 和 100 μ m PDMS 两种萃取头的便携式现场采样装置，从同一个液体样品中萃取挥发性有机物质，在不同的条件下贮存被分析物三天后使用毛细管气相色谱仪进行分析检测，获得被分析物质的响应值。同时，取样后立即分析并获得响应值，将贮存的和未贮存的被分析物质的检测响应值进行比较，以未贮存的被分析物质的检测响应值为基准值，计算两种取样装置及不同条件下贮存的被分析物质响应值变化率，计算结果见表 2。

表 2 贮存三天后的被分析物质的响应值变化率 %

被分析物质名称	75 μ m Carboxen / PDMS		100 μ m PDMS
	-4℃，隔热密封	环境条件，不密封	-4℃，隔热密封
三氯甲烷	2.9	-22.7	-100.0
乙烯基氯化物	-13.9	22.6	-100.0
溴代甲烷	0.0	-44.8	-100.0
氯乙烷	-4.7	-10.8	-100.0
三氯氟甲烷	1.8	-29.0	-100.0
1,1-二氯乙烯	-1.8	-12.4	-100.0
亚甲基氯化物	5.1	-17.8	-100.0
反-1,2-二氯乙烯	5.3	-7.7	-100.0
1,1-二氯乙烯	6.6	-4.8	-100.0
氯仿	0.0	-2.9	-100.0
1,1,1-三氯乙烯	-0.8	-23.7	-100.0
四氯化碳	1.9	-18.5	-100.0

续表 2

%

被分析物质名称	75 $\mu$ m Carboxen / PDMS		100 $\mu$ mPDMS
	-4℃, 隔热密封	环境条件, 不密封	-4℃, 隔热密封
苯	1.5	-14.1	-99.6
1,2-二氯乙烷	3.3	-9.7	-99.7
三氯乙烯	-0.6	-3.7	-98.7
1,2-二氯丙烷	2.2	-17.1	-94.6
溴代二氯甲烷	6.5	-7.7	-97.7
顺-1,2-二氯丙烯	7.0	-28.8	-99.2
甲苯	-2.0	-5.0	-95.8
反-1,3-二氯丙烯	-1.0	-40.9	-94.8
1,1,2-三氯乙烷	1.8	-33.5	-96.3
四氯乙烯	-2.4	-18.5	-92.1
二溴代氯甲烷	-4.1	-17.3	-95.2
氯苯	-0.1	-41.3	-88.1
乙苯	-1.7	-16.7	-82.7
溴仿	-1.6	20.5	-83.7
1,1,2,2-四氯乙烯	0.0	-16.9	-69.6
1,3-二氯苯	-0.4	-1.3	-51.1
1,4-二氯苯	-0.2	-14.5	-49.9
1,2-二氯苯	0.1	-1.4	-37.6
萘	-4.8	-0.2	-14.2
平均变化	0.2	-14.2	-88.4

注：萘含量为  $20 \times 10^{-9}$ 。

从试验结果可见，使用 75  $\mu$  m Carboxen / PDMS 涂层的纤维萃取的样品，在-4 ℃的环境中密封保存三天，被分析物质有少量损失或没有损失，其平均损失为 0.2%。没有密封的萃取样品中的被分析物质有一些变化，其平均损失小于 15%。使用 100 $\mu$ m PDMS 涂层纤维萃取挥发性有机物质，在-4 ℃的环境中保存 3 天后，大多数样品发生严重损失，其平均值损失大于 88%。因此，试验结果表明：75  $\mu$  m Carboxen / PDMS 涂层的纤维比 100 $\mu$ m PDMS 涂层纤维更适合萃取挥发性有机物质，且对该类物质萃取后具有高效保留

性能；75 $\mu\text{m}$  Carboxen / PDMS 涂层纤维的便携式现场采样装置取样后，可有效的密封贮存挥发性有机物质，即这种采样器取样后，其纤维能被立即解吸或贮存一段时间后进行解吸分析，均能获得较准确的结果。然而，为减少样品交叉玷污、分解及在高温下的解吸，若不能及时解吸分析的样品，应该将采样装置贮存在温度约为-4 $^{\circ}\text{C}$ 的环境中。

#### 1.4 SPME 装置的萃取性能<sup>[3, 4]</sup>

SUPELCO 公司的应用试验研究证明，萃取头涂层为 75 $\mu\text{m}$  Carboxen / PDMS 的便携式现场采样装置较适于分析气体硫化物和挥发性化合物，并可有效吸附乙醇、羰基等不易吸附的有机化合物，是监测环境中硫化物和挥发性化合物较理想的采样装置。

为了检测 Carboxen / PDMS 涂层纤维的性能，并确定被分析物质中低分配系数的物质是否会被高分配系数物质置换，使用含有九种挥发性有机化合物的混合物进行试验研究。被分析物制备是将含量为  $10^{-6}$  气体蒸汽加入到一个 125 ml 球形容器中，获得浓度在  $4\times 10^{-10}\sim 4\times 10^{-7}$  范围内的一系列不同浓度的被分析物。使用 75 $\mu\text{m}$  Carboxen/PDMS 便携式现场采样装置对样品进行萃取，在毛细管色谱仪上进行检测，检测被分析物质含量为  $10^{-8}$  的色谱图如图 2，其检测条件如下：

样品：气体中的挥发性有机物质，125 ml 球形容器；

萃取时间：10 min；

解吸：温度为 300 $^{\circ}\text{C}$ ，时间为 5 min；

色谱柱：型号为 SPBTM-1 SULFUR，规格为 30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 4.0 $\mu\text{m}$ ；

柱温：40 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min，以 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的升温速度升至 150 $^{\circ}\text{C}$ ；

载气：氦气；

检测器：GC / MS 离子阱检测器；

扫描质荷比 ( $m/z$ )：45~260。

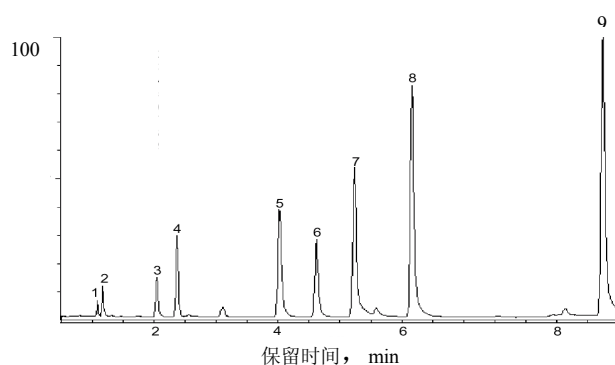


图 2 九种挥发性有机物质检测色谱图

1——氯乙烯氯化物； 2——丁二烯； 3——丙烯腈； 4——亚甲基氯化物； 5——氯仿；  
6——1,2-二氯乙烷； 7——苯； 8——三氯乙烯； 9——四氯乙烯。

从图 2 中可见，样品中九种挥发物质均被检测，表明被分析物质中低分配系数的物质没有被高分配系数的物质置换，因而使用该种取样装置可萃取不同分配系数的挥发性



有机物质。

使用毛细管气相色谱对九种被分析物的不同浓度的样品进行检测，九种被分析物的浓度与检测响应值的线性相关因子见表 3。其中，三种被分析物质的浓度与检测响应值的关系如图 3。

表 3 九种挥发性有机物质的线性相关因子

编号	名称	线性相关因子 ( $R^2$ )
1	乙烯基氯化物	0.980
2	丁二烯	0.990
3	丙烯腈	0.980
4	亚甲基氯化物	0.986
5	氯仿	0.984
6	1,2-二氯乙烷	0.953
7	苯	0.995
8	三氯乙烯	0.982
9	四氯乙烯	0.990

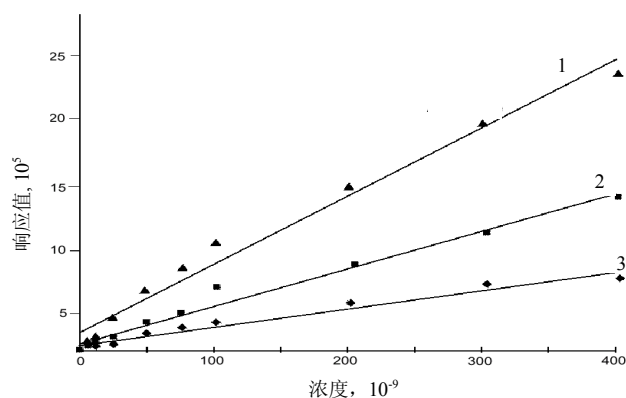


图 3 三种被分析物质的浓度与检测响应值间的关系

1——丙烯腈；2——1,3-丁二烯；3——乙烯基氯化物。

在研究过程中共检测了九种挥发性有机物质，只有 1,2-二氯乙烷线性相关因子小于 0.98，其它均大于 0.98。从图 3 可见三种被分析物的检测响应值与样品浓度的线性关系较好，线性相关因子大于 0.98。上述结果表明：使用 Carboxen/PDMS 涂层纤维的便携式现场采样装置取样，被分析物质的浓度与检测响应值之间存在较好的线性关系，这对被分析物的定量检测非常有意义。

## 2 便携式现场采样装置的使用方法研究

为解决产品库存微气氛环境气体中有机挥发性物质取样问题，基于上述认识，我们选购了 75  $\mu\text{m}$  Carboxen / PDMS 涂层纤维的便携式现场采样器，进行使用方法研究。

### 2.1 纤维处理方法

在每次取样之前，纤维必须在一定的温度条件下处理，以消除杂质，具体的处理方法与所使用的纤维和检测仪器密切相关。对于 75 $\mu\text{m}$  Carboxen / PDMS 涂层的纤维一般使用温度在 240~300  $^{\circ}\text{C}$  之间，最高使用温度 320  $^{\circ}\text{C}$ ，使用日本岛津 QP5050A 型色谱-质谱 (GC/MS) 联用仪进行分析检测，纤维在 GC 的进样口处气化室中进行处理，具体做法如下：

(a) 通过手柄顶端的隔垫取放口安装一个新的密封隔垫，设置仪器气化室温度为 280 $^{\circ}\text{C}$ ；

(b) 确定穿透针欲刺穿的深度，移动深度调节控制杆进入相应的深度调节孔中，对于所使用的检测仪器，深度调节控制杆调至第五个深度调节孔中；

(c) 用隔垫穿透针刺穿 GC 进样口的隔垫并向下推动手柄，直到采样装置顶端接触色谱进样口的密封隔垫的固定螺母；

(d) 移去推杆的锁定栓，并将其放在推杆最上方锁定栓存放孔，向下推动推杆使纤维全部暴露，保持纤维在此位置的时间为 1 h；

(e) 完全缩回推杆，使纤维收回到隔垫穿透针内，安装锁定栓将推杆固定；

(f) 从 GC 进样口处取出采样装置，并移动深度调节控制杆到最上面的锁定孔，使隔垫穿透针和纤维被隔垫密封。

### 2.2 空白检测

经处理的纤维必须进行空白检测来确认处理情况，根据所使用的检测仪器及被分析物质（挥发性有机物质），具体做法如下：

(a) 设置气化室温度 200  $^{\circ}\text{C}$ ，GC 的色谱柱温度程序为 40  $^{\circ}\text{C}$  保持 2 min，以 6  $^{\circ}\text{C} / \text{min}$  的升温速度升至 150  $^{\circ}\text{C}$ ；

(b) 待气化室温度降至 50  $^{\circ}\text{C}$ ，依次按 2.1 节中(b)，(c)，(d) 进行操作，使纤维全部暴露在 GC 气化室中；

(c) 启动设置的 GC 温度程序，GC 气化室和色谱柱开始升温，同时开始检测；

(d) 气化室温度即解吸温度 200  $^{\circ}\text{C}$ ，解吸时间 5 min，解吸时间到，按 2.1 中(e)，

(f) 收回采样装置；

(e) 观察检测的色谱谱图，确定纤维处理情况。

第一次空白检测谱图中，在保留时间约为 10 min 处有一个色谱峰，说明纤维中杂质未完全消除，因此对该纤维进行了第二次解吸及空白检测，检测谱图在保留时间为 10 min 内的基线较平稳，即纤维的杂质已消除。经过上述处理的纤维便可以用于萃取样品。

### 2.3 取样

根据被分析样品的物质特性和状态，SPME 萃取方式主要有直接、顶空、衍生物三种

模式。对于气体样品，主要包括两种状态，一是空气样品；二是密封容器中的气体样品。

对于空气样品取样很简单，直接将取样装置的纤维完全暴露在空气中，按规定的时间内进行萃取。使用 75 $\mu\text{m}$  Carboxen / PDMS 便携式现场采样装置对实验室空气中挥发性有机物质进行了取样，由于被分析物浓度较高，萃取时间小于 1 min。

密封容器中样品主要分两种情况，对一次性分析的样品，对于该类样品可在容器上预留孔洞，使用橡胶垫密封，固相微萃取装置的穿透针可刺穿样品容器的橡胶垫将纤维置于容器环境中萃取取样。对需要长期贮存且多次分析的样品，萃取贮存环境气氛中挥发性有机物质，直接取样的方法不适用。弊端主要有两点，一是固相微萃取器的穿透针相对较粗，经该针头刺穿的橡胶垫的密封性不能保证；二是产品贮存装置往往需要分析不同部位的气氛组份，要求在产品装置不同部位预留孔洞。产品装置上预留孔洞数量增多，可能导致产品贮存环境的密封性降低，将直接影响贮存试验的研究结果。

为避免上述情况发生及便于从产品装置中采样，应该使用固相微萃取取样接口装置。由于产品装置在贮存过程中要进行充气、监测，本身要预留许多接口，设计与其接口相匹配的固定体积小的固相微萃取取样接口装置，可减少产品上的预留孔洞的数量，也增加了取样灵活性。要求研制的固相微萃取取样接口装置的固定体积要小，比如美国使用的固相微萃取取样装置的固定体积为 2.5 ml，由于在取样过程中气体损失量小，不会对贮存试验造成负面影响<sup>[1]</sup>。

对于液体样品取样，为减少取样时间，萃取过程中一般使用一个磁性搅拌器对样品进行搅拌。对于液体或固体样品顶空取样，样品应该被搅拌并按要求逐渐加热，同时在样品上方保持一个高度不小于 1.5 cm 的空间，并不允许样品飞溅在纤维上。对于不同萃取方式的取样基本操作步骤相同，具体做法如下：

(a) 依据被分析样品，移动深度调节控制杆到合适的深度调节孔，使隔垫穿透针完全穿透隔垫，对于空气样品要求隔垫穿透针穿透密封隔垫即可；

(b) 若萃取密封容器中气体样品，确认纤维是缩回在隔垫穿透针中，用穿透针稳固的刺穿样品容器的隔垫。对于液体和固体样品不允许隔垫穿透针直接接触样品；

(c) 取掉推杆锁定栓，并向下推动，使纤维全部暴露。对于直接萃取液体样品，隔垫穿透针应该在溶液上方，纤维应该慢慢的进入到样品溶液中。对于液体和固体顶空取样，要求纤维不能接触样品，应在样品上方空间；

(d) 若进行定量检测，必须通过预试验确定不同样品的取样时间，严格按所确定的时间取样；

(e) 取样完毕后，靠拉动推杆将纤维全部收回，安装推杆锁定栓使推杆固定；

(f) 将取样器从样品容器中移出，并移动深度调节控制杆到最顶端的锁定孔，使隔垫穿透针全部缩回到密封隔垫里，被分析样品便被密封贮存在纤维上。

## 2.4 进样及检测

采用 75  $\mu\text{m}$  Carboxen / PDMS 涂层纤维的便携式现场采样装置萃取样品后，其萃取纤维和刺穿针便被拉回在其顶端的密封隔垫里并固定于此，由于该种采样器具有良好的密封性能，能够将异地萃取的被分析物质运送到分析检测中心而基本不丢失。

通过 GC 进样口进样，首先要确定最佳的进样深度。最佳的进样深度应依据仪器的相关资料或试验确定，对于日本岛津 QP5050A 型色谱-质谱联用仪，最佳进样深度是将调节控制杆调至第五个深度调节孔中。在选择最佳进样深度时，必须确定隔垫穿透针完全刺穿 GC 进样口处的密封隔垫，才能推下推杆，确保当推杆被推下时纤维能全部通过进样口的隔垫，避免纤维不能完全通过进样口密封隔垫而导致纤维损坏。

进样最佳深度是在被分析物质解吸时，纤维被定位在进样口最热的地方的穿透针进入的深度。若根据试验来确定进样最佳深度，具体试验步骤如下：

- (a) 选择一个适当的液体校准标准样品，并且准备几瓶完全相同的样品待用；
- (b) 在确保穿透针完全刺穿进样口密封隔垫的前提下，依次设置隔垫穿透针进入进样口的深度规格，并推下推杆使纤维全部暴露；
- (c) 根据设置的温度程序对被分析物质解吸并检测；
- (d) 为避免样品污染，每瓶样品取样一次，对不同的进样深度重复 b 和 c 步骤，记录每次校准运行的深度及相应的检测响应值；
- (e) 确定最佳进样深度，最终确定并使用的进样深度是对应被分析样品的检测响应值最大的深度。

对于检测挥发性有机物质，通常使用 SPME 与 GC 或 GC/MS 联用进行检测，若对被分析物质进行定量检测，为确保检测结果的重现性和准确性，对于同种样品，要求移动深度调节控制杆到相同的深度调节孔中，使纤维保持在 GC 进样口相同的深度并解吸相同的时间。

### 3 萃取头的萃取及效果

为考查 75  $\mu$  m Carboxen / PDMS 便携式现场采样装置的萃取头对挥发性有机物质的萃取效果，进行了试验考查。首先按 2.1, 2.2 节进行纤维处理和空白检测，消除纤维上的杂质。使用 100 ml 注射器吸取实验室中放有丙酮、醋酸乙烯酯、正己烷、醋酸乙酯、苯、庚烷、四氯乙烯、醋酸丁酯、乙苯、二甲苯、醋酸异戊酯、环己酮、苯乙烯、异丙苯十四种挥发性有机物质上方空间的气体，采用 75  $\mu$  m Carboxen / PDMS 便携式现场采样装置对该气体样品进行萃取，由于该样品中被分析物质浓度高，萃取时间小于 1 min。使用气相色谱-质谱联用仪进行定性分析检测，其检测色谱图如图 4，具体检测条件如下：

- 样品：含十四种挥发性有机物质的气体；
- 萃取时间：小于 1 min；
- 仪器：日本岛津 QP5050A 型色谱-质谱联用仪；
- 解吸条件：温度为 200  $^{\circ}$ C，时间为 5 min；
- 色谱柱：型号为 DB-5，规格为 30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25  $\mu$ m 毛细管柱；
- 柱温：40  $^{\circ}$ C 保持 2 min，以 6  $^{\circ}$ C/min 的升温速度升至 150  $^{\circ}$ C；
- 载气：氦气，流速 1.6 ml/min；
- 检测室温度：230  $^{\circ}$ C；

扫描质荷比 ( $m/z$ ) : 30~300。

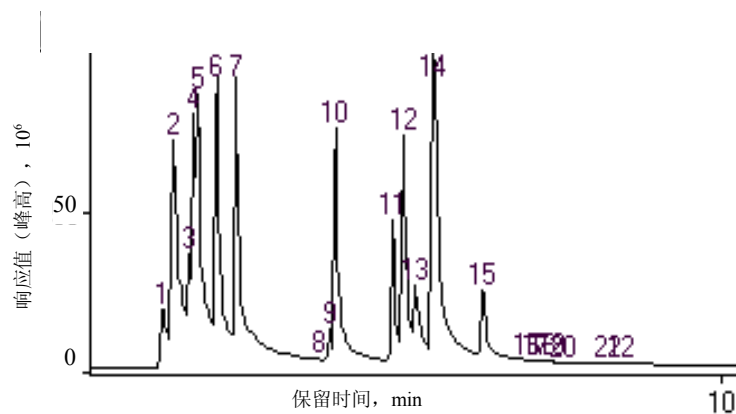


图 4 气体中挥发性有机物质检测色谱图

使用质谱对被检测的物质进行定性检测，具体的定性检测结果见表 4。

表 4 气体中挥发性有机物质定性检测结果

峰号	物质名称	保留时间 / min	峰面积 / $\mu\text{V} \cdot \text{s}$
1	—	1.247	136468599
2	丙酮	1.421	453878103
3	醋酸乙烯酯	1.657	112096035
4	正己烷	1.726	256547246
5	醋酸乙酯	1.800	486315451
6	苯	2.095	465449714
7	庚烷	2.396	710647972
8	—	3.700	374108
9	四氯乙烯	3.861	38396739
10	醋酸丁酯	3.955	414398467
11	乙苯	4.849	169028357
12	二甲苯	5.017	327336521
13	醋酸异戊酯	5.199	160080929
14	环己酮+苯乙烯	5.487	789864716
15	异丙苯	6.259	166181634

从表 4 中可见，样品中已知的十四种挥发性有机物质均被萃取，验证了 75 $\mu\text{m}$  Carboxen / PDMS 便携式现场采样装置的萃取头对挥发性有机物质具有较好的萃取效果，

并可同时萃取不同分配系数的挥发性有机物质。

## 4 结论

通过对 SPME 技术的深入调研和使用方法研究, 结论如下:

(1) SPME 是环境分析样品前处理的新技术, 是目前分析环境气氛中挥发性有机物质组份的先进的取样技术;

(2) 75 $\mu$ m Carboxen / PDMS 涂层纤维的便携式现场采样装置, 可同时萃取不同分配系数的挥发性有机物质, 被分析物质的浓度与检测响应值存在较好的线性关系;

(3) 75 $\mu$ m Carboxen / PDMS 涂层纤维的便携式现场采样装置, 对萃取的挥发性有机物质具有高效保留和较好的密封贮存性能, 是目前萃取挥发性有机物质较适合的采样装置;

(4) 75 $\mu$ m Carboxen / PDMS 便携式现场采样装置的萃取头对配制的十四种挥发性有机物质能全部萃取, 对不同分配系数的挥发性有机物质可同时萃取;

(5) SPME 可以解决产品库存微气氛环境中有机挥发物质的取样问题, 进一步开展联用技术与分析检测技术的研究, 才能完善分析技术。

## 参考文献

- 1 Enhanced Surveillance Program. FY1998 Accomplishments. Volume 1. Diagnostics. LL13, P46. Solid-Phase Microextraction. Lawrence Livermore National Laboratory. UCRL-LR132042, October 1998
- 2 余建新,邵俊杰等.固相微萃取技术及其应用.食品理化检验.1999 (2): 13~18 ( in Chinese )  
(YU Jianxin, SHAO Junjie, et al. Solid-phase microextraction technique and it's applications. Physical Chemistry Detection of Food 1999 (2) : 13~18 ( in Chinese ))
- 3 T397141. Air Sampling of VOCs by SPME for Analysis by Capillary GC. Application Note 141. SUPELCO. USA
- 4 . Shirey R. SPME/GC Analysis of Sulfur Gases and VOCs, Using a New Carboxen/PDMS Fiber. Supelco. 1997, 16(1) : 7