



先进的萃取技术

ASE[®]加速溶剂萃取技术专辑

ThermoFisher
SCIENTIFIC

目 录

样品前处理方法ASE技术介绍.....	3
样品前处理方法.....	3
ASE技术介绍.....	3
什么是ASE?	3
ASE的原理	3
ASE仪器组成	4
ASE工作流程	5
ASE技术的突出优点	5
ASE的部分官方标准方法	6
ASE的选配装置.....	7
火箭蒸发器	7
ASE的技术特点.....	8
选择性萃取	8
在线净化	9
1. 加入不同的吸附剂达到在线净化的目的	9
2. 装填净化吸附剂的方法	9
3. 脂肪的在线去除	9
4. 在线净化实例：用氧化铝对鱼肉组织中的PCBs进行选择性的萃取	9
ASE在农产品及食品领域中的应用	11
1. 用在线净化技术提取鱼肉组织中的多氯联苯（PCBs）	11
2. 用在线净化技术从蔬菜中萃取高氯酸盐	11
3. 分步萃取牛肝中的皮质类固醇	12
4. 从动物组织中选择性的萃取磺胺类药物	13
5. 用在线净化法萃取可可和咖啡中的丙烯酰胺	14
6. 萃取谷物中的农药残留	14
7. 从小麦中萃取杀虫剂和除草剂	15
8. 从小麦以及玉米中萃取玉米烯酮	15
9. 提取牛奶中的高氯酸盐	16
10. 提取苹果和胡萝卜中的有机磷农药	16
11. 提取烟草中的农药残留	17
ASE在环境领域中的应用	18
1. 关于持久性有机污染物（POPs）	18

提取环境样品中的二噁英和呋喃	18
提取环境样品的多氯联苯（PCBs）	20
提取环境样品的多环芳烃（PAHs）	21
提取环境样品中的有机氯杀虫剂	22
2. 关于土壤中的烃类污染物	23
萃取土壤中的BTEX汽油，Diesel柴油，TPH石油总烃	23
提取土壤中的柴油和废油	24
3. ASE提取PM2.5中的PAHs	24
ASE在医药领域中的应用	26
1. ASE提取人参、西洋参和三七中的皂苷	26
2. ASE提取葡萄皮中的花青素	27
3. ASE提取植物中的芸香苷	27
4. ASE提取植物中的儿茶素	27
5. ASE技术提取黄芪的黄芪甲苷	28
6. 加速溶剂萃取-顺序萃取法萃取中药娑罗子中的七叶皂苷	29
7. 加速溶剂萃取-顺序萃取法萃取陈皮中的橙皮苷	30
8. 在线净化-快速溶剂萃取法（In-Cell cleanup - ASE）分析检测黄连上清丸中的小檗碱	30
9. 采用加速溶剂萃取（ASE）技术提取中药中的挥发油	31
10. 中药中的农药残留分析	32
11. 采用加速溶剂萃取（ASE）技术萃取发酵菌丝中的青霉素和头孢菌素C	34
ASE在聚合物领域的应用	36
1. 提取聚合材料中的卤素阻燃剂	36
2. ASE技术提取聚合物材料中的添加剂	37
3. ASE技术提取聚氯乙烯聚合物中的增塑剂	38
附录	33
参考文献	33
赛默飞有关ASE技术的技术注解目录	34
环境样品分析中常见分析物的化学式、分子	35

样品前处理方法及ASE®技术介绍

样品前处理方法

样品前处理的方法从根本上讲可分为两大类：物理法和化学法，其中物理法包括吸附、离心、蒸馏、升华、过滤、溶剂萃取等，而化学法包括衍生、沉淀、络合等。

物理法中的溶剂萃取技术根据不同的机理可分为液-固萃取、柱色谱萃取和液-液萃取。

液-固萃取的样品一般为固体形态，利用溶质在不同溶剂中溶解度不同，选择合适的溶剂进行萃取，索氏提取、自动索氏提取、超声萃取、微波萃取（MAE）、超临界萃取（SFE）、以及快速溶剂萃取（ASE®）都是液-固萃取的实例，一般用于多组分萃取。

柱色谱萃取的原理是利用溶质与固定相作用力不同（液体样品）通过吸附解析达到萃取的目的，固相萃取（SPE）、固相微萃取（SPME）都是柱色谱萃取方式，它的样品方式通常为液态或匀浆。通常作为萃取液的净化和针对性萃取。

液-液萃取利用溶质在两种互不相溶液体中分配系数不同达到分离萃取的目的，样品形式为液体，它的代表方式是分液漏斗或振摇法。

溶剂萃取传统方法的缺点是通常需要大量的溶剂，耗费大量的时间和不能全自动进行，化学作者要长时间暴露在化学溶剂的污染中，另外样品的处理过程也是产生误差的最大根源，由于样品提取和检测过程中产生的废液会给环境造成进一步的污染，随着人们对环境保护意识的增加，溶剂购买和倾倒的费用也在不断增加，样品准备已经是整个分析过程的最大瓶颈。

为解决上述的这些问题赛默飞开发了ASE®快速溶剂萃取技术。

ASE®技术介绍

什么是ASE®?

ASE®是英文Accelerated Solvent Extraction加速溶剂萃取的英文字头缩写。

ASE®的原理

通常影响固-液萃取的物理化学因素包括：

- 扩散

根据Stokes-Einstein方程扩散度D随温度T的增加而增加

$D = kT/6\eta\pi a$ （D = 扩散度，k = 比例常数，T = 温度， η = 粘度，a = 活性）

- 粘度

根据Andrade方程粘度 η 随温度T的增加而降低，粘度的降低表示溶剂更容易进入样品颗粒的微孔

$\ln\eta = A + B/T$ （ η = 粘度 T = 温度）

- 表面张力

根据公式 $\sigma = a - bT$ 表面张力 σ 随温度T的增加而降低，降低表面张力意味着溶剂可以更好地“湿润”样品基质

- 溶解度

实验数据表明温度从50℃提高到150℃，可使蒽的溶解度提高13倍，二十烷（C20）的溶解度提高数百倍。

- 物理/化学作用力

物理吸附力-分析物可以被物理吸附在基质上；

化学结合力-分析物被化学键结合在基质上，包括范德华力，氢键，偶极距，离子键等；

增加温度可以降低溶剂与溶剂、溶剂与基质之间的吸附/解析作用力，可以减弱氢键和离子键力。

归纳以上的几个重要因素不难看出提高温度可以增加扩散力、提高溶解度、降低粘度、降低表面张力、降低物理/化学结合力，其结果加快了溶解的化学进程。

提高溶剂萃取效率的另一个重要因素是溶剂的选择，需要依据“相似者相溶”的原理，极性溶剂用于极性分析物。

样品颗粒度的大小也是影响萃取的速率的因素，将样品研磨至小颗粒可以增加样品的比表面积，有利于溶剂萃取。

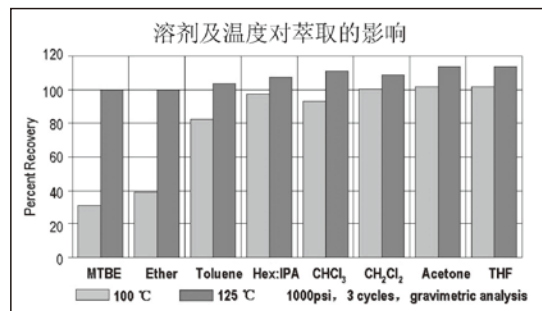
ASE[®]是用溶剂对固体、半固体的样品进行萃取的技术。它的原理就是依据上述法则选择合适的溶剂、通过增加温度（通常为40-200℃）和压力（通常为1500-2000 psi）来提高萃取过程的效率。

溶剂及温度对萃取的影响通过上图表示，不同的溶剂在100℃下萃取同一婴儿食品中的脂肪，萃取回收率非常不同，当温度改变为125℃，原来低的回收率得到大大提高。

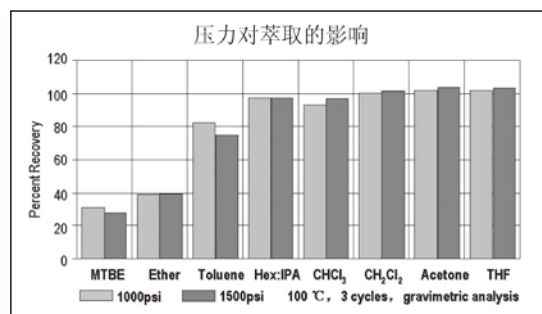
升高压力有利于溶剂进入低压时封闭的微孔，同时使溶剂在高温下仍保持液态并快速充满萃取池，常用的压力为：1200-2500 psi（3000 psi max）

下图表示了压力对萃取效率的影响，实践证明改变压力对萃取回收率的提供影响不大。

ASE[®]可用来取代索氏提取、超声萃取、微波萃取、手工振摇、煮沸法和其他萃取方法（10 g样品仅用15 mL溶剂15 min萃取）。



婴儿营养配餐中脂肪萃取的回收率



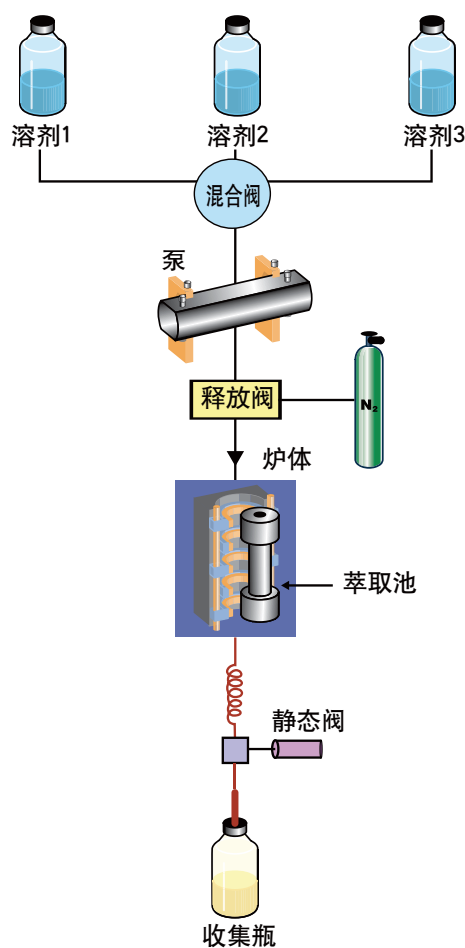
婴儿营养配餐中脂肪萃取的回收率

ASE[®]仪器组成



ASE®工作流程

手工加入样品后将萃取池放到ASE®萃取池架上，在仪器控制面板上设定萃取条件，按启动键，仪器自动开始加入溶剂、升温升压、静态萃取、新溶剂冲洗、氮气吹扫，完成一个样品的萃取需要15分钟左右。



ASE®的全自动工作流程

向萃取池注入溶剂0.5-1分钟



将萃取池加热并加压5分钟



保持样品在设定的压力和温度下静态萃取5分钟



新溶剂冲洗0.5分钟



用氮气吹扫样品以获得全部萃取液0.5-1分钟

ASE®技术的突出优点

1. 快速，15分钟可完成萃取
2. 溶剂用量少，10克样品用15毫升溶剂，运行费用低
3. 萃取残渣与萃取液直接分离，不需过滤
4. 萃取效率高，重复性好
5. 样品基体影响小，可以萃取固体、半固体以及含水分的样品
6. 可同时选用四种溶剂进行选择萃取，方便方法开发
7. 有100mL萃取池，可萃取大体积样品
8. 可以实现在线净化，免去繁杂费时的净化步骤
9. 安全，全自动，真正的无人看管
10. EPA标准方法：US EPA Method 3545, 3545A

几种溶剂萃取技术的比较

技 术	ASE®	索氏提取	超声提取	微波萃取	自动索氏
提取样品量	10-30	10-30	30	5	10
溶剂体积(毫升)	15-45	300-500	300-400	30	50
溶剂/样品	1.5	16-30	10-13	6	5
平均萃取时间 (小时)	12-20 min	4-48	0.5-1	0.5-1	1-4
萃取后样品与提取液是否需要过滤分离	不需要	不需要	需要	需要	不需要
是否可以自动更换溶剂	是	否	否	否	否
是否可以实现在线净化	可以	否	否	否	否

ASE的部分官方标准方法

标准号	标准名称
GB/T 19649-2005	粮谷中405种农药多残留测定方法气相色谱-质谱和液相色谱-串联质谱法
GB/T 19649-2006	粮谷中475种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法
GB/T 22996-2008	人参中多种人参皂甙含量的测定液相色谱-紫外检测法
GB/T 23376-2009	茶叶中农药多残留测定气相色谱/质谱法
SL 391—2007	有机分析样品前处理方法
ASTM D7210	萃取聚烯烃塑料添加剂的标准实施规程
ASTM D7567	使用快速溶剂萃取检测交联聚乙烯塑料中凝胶含量的试验方法
EPA方法3545A	OCP, OPP, BNA, TPH, PCDD, 除草剂和半挥发性物质
EPA方法6860	离子色谱/电喷射离子化/质谱检测水、泥土和固体废弃物中的高氯酸盐
EPA方法8290A	高分辨气相色谱和高分辨质谱检测PCDDs和PCDFs
L00.00-34	食品中农残检测 (德国)
SN/T 2593.1-2010	电子电气产品中多环芳烃的测定第 1 部分

ASE®的选配装置

火箭蒸发器

以用户需求为导向进行开发的火箭蒸发器，可以无需人工看管，快速平行处理大体积溶剂。火箭蒸发器最多可以对6个450mL烧瓶或18个ASE试管进行干燥和浓缩。

火箭蒸发器技术特点

- 比传统的蒸发方法快5倍
- 无需人员监管照看实现完美运行
- 独特的高能效加热方式
- 精确的样品温度控制
- Dri-Pure防止交叉污染技术
- 智能软件的简单控制
- 比旋转蒸发使用更加方便

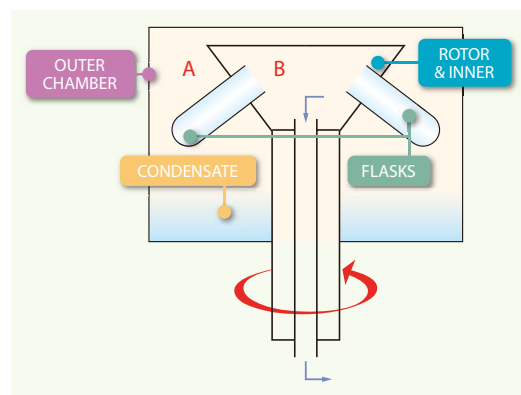


火箭蒸发器使用了一项新的专利技术：样品装填于转子上，旋转，处于真空的环境（B点）。当样品处于真空环境，导致溶剂在更低的温度沸腾（通常溶剂的沸点和压力是成比例的）。Dri-Pure技术可以防止爆沸和交叉污染。

多种备件选择，以达到最佳结果

火箭蒸发器可以将样品干燥成固体，或浓缩到小体积。针对不同体积的样品，可以选择合适的容器，以帮助蒸发达到最佳的效果。

- 蒸发烧瓶；450 mL
- SampleGenie™ 烧瓶；250 mL（配上小收集瓶）
- SampleGenie GC收集瓶
- ASE试管的插管套件（PUCK）
- Flip-flop系统



ASE®的技术特点

与其它传统样品提取方式相比，ASE®更具有方便地进行选择性萃取和可以在线净化的特性。

ASE®可以利用溶剂控制器方便地选择和改变溶剂，实现选择性萃取，另外，垂直流动设计的ASE®还允许系统在萃取的过程中通过预先填加各种过滤或吸附材料，使萃取和净化一步完成，这使得ASE®真正成为加速整个样品前处理过程的有力工具。

选择性萃取——通过改变溶剂方便地提高萃取效率

与其它萃取（或提取）技术相比，ASE®可以更加容易地进行方法的开发和溶剂条件的摸索：ASE 350集成了溶剂控制器，可以预先选择3种不同极性的溶剂，在其它条件不变的情况下对同一个样品全自动地进行分别萃取并分析结果，与待分析物极性相似的溶剂可以得到最佳的萃取效果。这一特点在实际应用中可以非常简单快速地摸索出合适的溶剂条件。虽然其他传统的萃取方法也可以利用改变溶剂来提高萃取的效率，但摸索条件的时间长，而ASE®是通过溶剂控制器自动进行的。

下图是用不同极性的溶剂对同一烟叶样品进行萃取的结果。

不同极性的溶剂对同一个烟叶样品萃取得到不同的结果



溶剂蒸发器从左至右溶剂的极性逐渐减弱：水、甲醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷

待分析物组分	建议溶剂
有机氯杀虫剂	正己烷，正己烷/丙酮
多氯联苯（PCBs）	正己烷，正己烷/丙酮
半挥发性物质	二氯甲烷，二氯甲烷/丙酮
多环芳烃	二氯甲烷，二氯甲烷/丙酮，乙腈
二噁英/呋喃（PCDDs/PCDFs）	甲苯，丙酮，正己烷，正己烷/丙酮
有机磷杀虫剂	二氯甲烷，二氯甲烷/丙酮
含氧苯基除草剂	二氯甲烷/丙酮/磷酸
石油总烃	二氯甲烷/丙酮，正己烷/丙酮庚烷/丙酮
爆炸物	丙酮，乙腈，甲醇
药物成份	甲醇，乙醇，乙腈水或水的混合物
天然产物	乙醇，甲醇，乙酸乙酯水或水的混合物
油脂	正己烷，石油醚，氯仿，二氯甲烷

在线净化——可以简化或免去后续的净化过程

ASE®是多组分高效萃取技术，在萃取的过程中一些干扰物质有时会被一起萃取出来，这些共萃取物可能会干扰分析或损害分析仪器。过去通常通过不同的方法对萃取物进行净化来去除干扰物质，赛默飞及ASE®的使用者研究了各种可直接放到萃取池中的过滤或吸附材料并将样品放到其顶部进行萃取，很多成功的结果表明在获得希望的待分析物的同时没有干扰物出现，真正省略了后边的净化过程。

1. 加入不同的吸附剂达到在线净化的目的

对萃取液净化的方法通常是：固相萃取、GPC凝胶、自制装有各种吸附剂的净化柱等等，ASE®可以通过预先将吸附剂或净化剂装填到萃取池中的方式，在完成萃取的同时完成净化，节省了时间并得到很好的净化效果。

下表列出的是用ASE®进行在线净化时可选用的部分常用吸附剂

针对不同干扰物的吸附剂	
吸附剂	干扰分析物
炭	除去有机物（用于二噁英分析） ¹
铜	除去硫磺
离子交换树脂	除去有机物、影响离子色谱和IC/MS分析的离子干扰物
C18 树脂	除去有机物、极性组分、脂肪、色素
酸化硅胶	除去脂肪
氧化铝	除去非极性脂肪、色素
Florisil（一种硅酸镁载体）	除去非极性脂肪油
硅胶	除去非极性脂肪

注：赛默飞不建议将硫酸钠和硫酸镁做为在线吸附剂，因为在使用极性溶剂或高温时会引起潜在的堵塞问题，这些化合物还会损坏ASE®静态阀等关键部件。

2. 装填净化吸附剂的方法

选择合适的吸附或净化材料（可以根据实验的经验选用过去使用过的材料），加入到预先放好过滤膜的萃取池，多种吸附材料组合可以逐一加入，在萃取池中形成不同的吸附层，将样品与分散剂（一般为硅藻土）混合后放到吸附层上方，上部空余的空间用硅藻土或实验用砂子填满以节省溶剂的消耗，旋上萃取池上盖就完成了样品的装填。

3. 脂肪的在线去除

在对动物组织进行萃取时，脂肪是常见的干扰物，当进行在线净化（比如加入氧化铝粉吸附脂肪）时，溶剂的极性往往会影响干扰物的保留。实验证明增加萃取的温度或增加萃取溶剂的极性都会降低脂肪保留剂保留脂肪的能力，表中列出了两种脂肪保留剂在使用非极性溶剂时保留脂肪的参考比例。

使用非极性溶剂（正己烷或庚烷）萃取时不同脂肪保留剂对每克脂肪的参考比率	
脂肪保留剂	脂肪保留剂/脂肪（g/g）
氧化铝	20-25
酸化硅胶	45.5

注：数值仅供参考。

样品中的脂肪也可以通过分步萃取的方法除去

4. 在线净化实例：用氧化铝对鱼肉组织中的PCBs进行选择性的萃取^[1]

吸附剂和分散剂

ASE®硅藻土

硫酸钠 (Fisher Scientific)

氧化铝 (Fisher Scientific)

氧化铝的活化准备

将氧化铝加热350 °C，15小时

ASE®萃取条件

萃取溶剂：100%正己烷

压力：1500psi

温度：100 °C

静态萃取时间：5分钟

静态循环次数：2次

冲洗体积：60%

吹扫时间：120秒

萃取池体积：33毫升

萃取池准备

如图萃取前在33毫升萃取池中底部加入一片滤膜，从底部至顶部依次加入5克氧化铝、3克样品与15克硫酸钠混合的混合物。

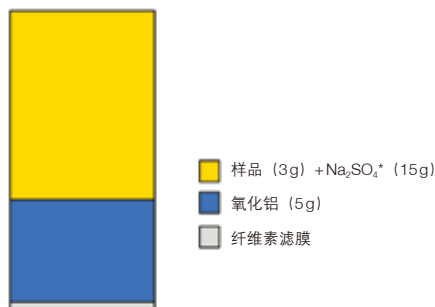
*硫酸钠只在使用正己烷或庚烷做溶剂时使用，如果使用其它溶剂，特别注意使用硅藻土替代

样品准备

3克鱼肉与15克硫酸钠在研钵中混合研磨，将混合物加入到萃取池中（如右图），用2毫升正己烷淋洗研钵后加到萃取池中，萃取池放到仪器上按照上面的萃取条件萃取。

接收的萃取液直接进行气相色谱分析。

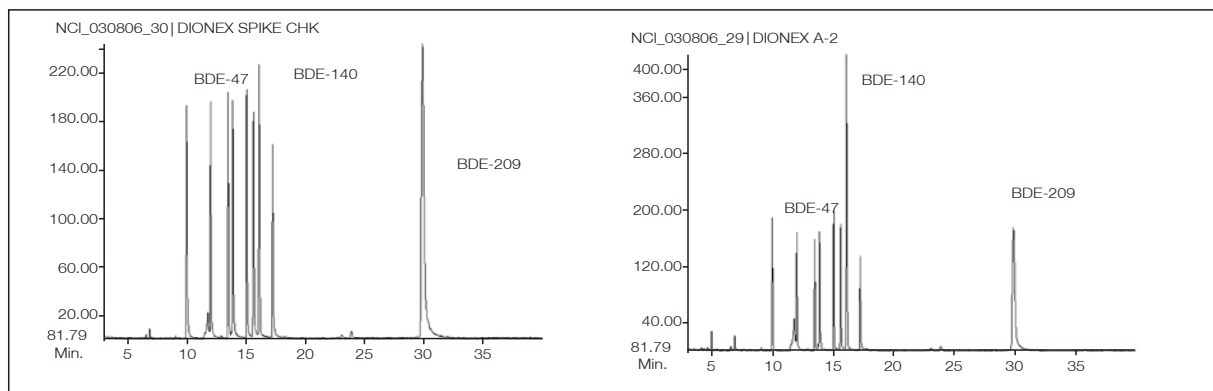
氧化铝的量取决于样品的重量和样品所含需要除去的脂肪的量。



ASE®萃取池装填示意图



左边为装填氧化铝后在线脱脂的萃取结果，右边为没有在线脱脂的萃取结果，右边的萃取液比较混浊



左图为标准添加的色谱图，右图是经过净化的实际样品的色谱图

ASE®在线净化后GC/MS的分析结果见下图

结果证明在线脱脂是切实可行的，可以在萃取完成的同时完成脂肪的脱除，萃取液可以直接进行分析。

ASE[®]在农产品及食品领域中的应用

农产品及食品样品通常含有水分或脂肪，萃取后通常需要进行净化，ASE[®]的选择性萃取和在线净化对农产品及食品样品的样品前处理有非常好的效果并大大地节省了时间和费用，使复杂的过程变得简单。

1. 用在线净化技术提取鱼肉组织中的多氯联苯（PCBs）^[2, 3]

材料准备

吸附剂和分散剂

硅胶

硅藻土

硫酸钠

砂子

硅胶的酸化处理

600克硅胶加热到200℃过夜，冷却后加入400克硫酸，搅拌混合4小时

样品准备

取2克硫酸钠、2克砂子与2克鱼肉一起在研钵中混合研磨。

萃取池准备

33毫升萃取池在底部加入两片纤维素滤膜，然后如图中所示从底部到顶部依次加入硅胶、酸化硅胶10克、与硫酸钠和砂子混合的样品，上层的空间可用砂子填满以节省萃取溶剂（可选择在最上层加上一片滤膜）

* 硫酸钠只在使用正己烷或庚烷做溶剂时使用，如果使用其它溶剂，特别注意使用硅藻土替代

ASE[®]萃取条件

萃取溶剂：100%正己烷

压力：1500psi

温度：100℃

静态萃取时间：5分钟

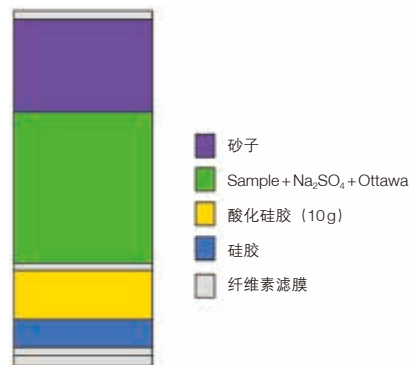
静态循环次数：2次

冲洗体积：60%

吹扫时间：90秒

萃取池体积：33毫升

萃取液在进行气相色谱分析前浓缩至1毫升，然后用正己烷稀释至2毫升后分析。



ASE[®]萃取池装填示意图

2. 用在线净化技术从蔬菜中萃取高氯酸盐^[4]

材料准备

赛默飞离子交换树脂

吸附剂：硅藻土

碱性氧化铝

样品准备

取10克干净的硅藻土与5克蔬菜样品混合研磨。

萃取池准备

在100毫升ASE®萃取池底部放置2片玻璃纤维滤膜，从底部至顶部如下图依次放入各种离子交换树脂，最上层放入硅藻土，如果采用33毫升萃取池，按照同样的步骤相应减少树脂的用量。

ASE®萃取条件

萃取溶剂：水

压力：1500psi

温度：80℃

静态萃取时间：5分钟

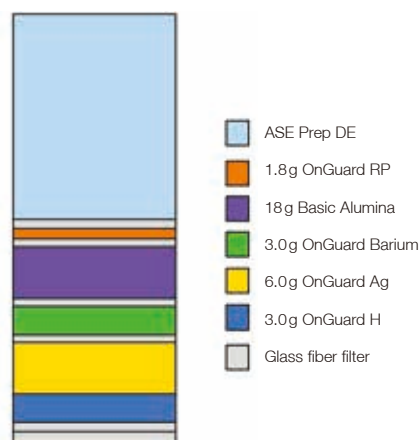
静态循环次数：3次

冲洗体积：30%

吹扫时间：120秒

萃取池体积：33毫升和100毫升

用上述ASE®条件进行萃取，分析前将萃取液最终调节到40毫升（33毫升萃取池时）或100毫升（100毫升萃取池时）。



ASE®萃取池装填示意图

3. 分步萃取牛肝中的皮质类固醇^[5]

本节阐述了一种分步萃取的方法，适用于除去样品中非极性脂肪干扰，分析极性分析物，ASE®第一次萃取（脱脂步骤）除去非极性的甘油三酸酯，第二次萃取（萃取步骤）萃取极性待分析物

样品的准备

5克牛肝组织与7.5克硅藻土混合后放入22毫升萃取池，萃取池底部加入一片纤维素滤膜，用上述的条件对同一萃取池第一步脱脂，第二步萃取分析物。

ASE®萃取条件

	第一步脱脂	第二步萃取
溶剂	正己烷	正己烷-乙酸乙酯(1:1, v/v)
温度	60℃	50℃
压力	1500psi	1500psi
静态萃取时间	5 min	5 min
冲洗体积	100%	60%
吹扫时间	100 s	100 s
静态循环次数	3次	1次
萃取池体积	22 mL	22 mL

将第二步接收的萃取液蒸发至干燥后用4毫升无水乙醇溶解，4000 rpm离心机离心，取出乙醇层，将乙醇蒸发至干燥，剩余物用500微升甲醇溶解后进入LC/MS分析。

分步法萃取牛肝中药物残留的实验结果

组分	标准添加 (ng/g)	检出 (ng/g)	回收率 (%)	RSD (%)	次数
倍他米松	1.00	0.75+/-0.05	75.4	6.89	9
	2.00	1.53+/-0.08	76.6	5.46	9
	4.00	3.10+/-0.09	77.4	2.79	9
地塞米松	1.00	0.75+/-0.06	75.1	7.40	9
	2.00	1.54+/-0.08	76.8	5.32	9
	4.00	3.09+/-0.08	77.3	5.57	9
双氟美松	1.00	0.74+/-0.05	74.4	7.05	9
	2.00	1.52+/-0.08	76.2	5.00	9
	4.00	3.09+/-0.08	77.3	2.63	9

4. 从动物组织中选择性萃取磺胺类药物^[6]

兽药中的杀菌剂常常有助于家畜的治疗以及防止疾病的传染，能够促进食用动物的生长。一些家畜公司滥用这些杀菌剂药物，他们通过给家畜服用过量的药物来增加它们的生长速度。这样做的结果会导致这些药物在动物体内残留。

磺胺类药物是杀菌剂的一种，磺胺类药物价格便宜并且药效快而经常被过度使用。ASE[®]可以用于动物组织中磺胺类药物的提取。

在ASE[®]萃取池中预装入C18树脂可以在线除去非极性脂肪，萃取出的极性脂肪通过冷却萃取液，将脂肪沉淀、离心，分析含有感兴趣待分析物的上层液。

样品准备：

用匀浆器将肉样品匀浆，匀浆时需加入HPLC级去离子水，将匀浆机设定到5000转/分，达到5000转/分后逐步升至25000转/分，保持15分钟。将过量的水蒸发掉，称取2克左右匀浆组织与4克C18树脂充分混合直至匀质，将其放入预先加入玻璃纤维滤膜的11毫升萃取池中，

ASE[®]萃取条件

萃取溶剂：HPLC级水

压力：1500 psi

温度：160 °C

静态萃取时间：5分钟

静态循环次数：1次

冲洗体积：60%

吹扫时间：60 s

萃取池体积：11 mL

将萃取池放到ASE[®]200上，按照上述的ASE[®]条件萃取，萃取后将萃取液在-18 °C下冷冻1小时沉淀脂肪，取上层萃取液10000 rpm离心机离心5分钟，取上清液进行LC-MS/MS分析。

从不同的被加入100 ppb标准的肉类基质中提取磺胺类药物的回收率%

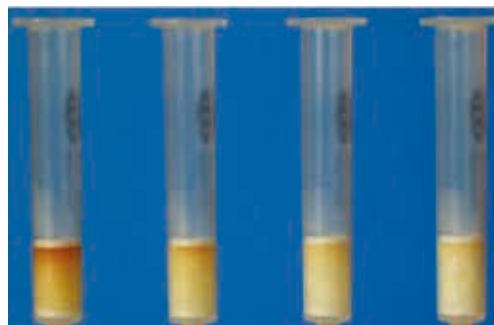
分析物	牛肉	猪肉	鸡肉	分析物	牛肉	猪肉	鸡肉
SPD	89(5)	92(5)	91(4)	SMZ	88(5)	90(5)	92(4)
SDZ	92(4)	93(4)	94(3)	SMP	85(6)	85(5)	85(5)
SMX	92(4)	94(5)	96(4)	SMM	90(6)	92(5)	94(5)
SMR	99(4)	98(5)	98(6)	SCP	79(4)	85(5)	82(6)
SMO	70(6)	72(5)	76(5)	SQX	81(5)	82(6)	85(5)
SMT	86(6)	90(5)	91(4)	SDM	85(6)	90(5)	93(4)
SIM	94(4)	98(5)	99(3)				

5. 用在线净化法萃取可可和咖啡中的丙烯酰胺^[7]

将Florisil（硅酸镁载体）加入到萃取池中可以极大地简化复杂的食品样品的分析过程，如萃取咖啡中的丙烯酰胺，在萃取池中预先装入不同量的Florisil后萃取咖啡样品，然后将萃取液放入Isolute Multimode固相萃取柱（如右图），可以看到随着萃取池中Florisil量的增加，共萃取出的物质明显减少，实验发现萃取池中加入6克Florisil可以得到足够净化的萃取物，提取液用带有UV或MS检测器的离子色谱检测。

更详细的ASE[®]萃取条件和样品的准备过程请见赛默飞应用注解AN 358。

咖啡样品ASE[®]萃取后残留的共萃取物
被固相萃取柱捕获的情况



从左至右ASE[®]萃取池中加入的硅酸镁量：
没有，2克，4克，6克

6. 萃取谷物中的农药残留

参照国家标准GB/T 19649-2005，标准适用对象为：大米、小米、黑米、玉米、大麦、小麦、燕麦等粮谷中405种有机磷、有机氯、氯化除草剂、杀虫剂等农药残留量的测定。

样品采用加速溶剂萃取技术提取，固相萃取柱净化，GC/MS或LC-MS/MS进行检测。

多种农药残留的萃取^[8]

样品准备

按GB5491扦取的粮谷样品经粉碎机粉碎，过20目筛，混匀、密封，作为试样，标明标记，在常温下保存。称取10克试样（精确至0.01克）与10克硅藻土混合，移入到预先放好过滤膜的ASE[®]34 mL萃取池中。

ASE[®]萃取条件

萃取池体积：34 mL

萃取溶剂：乙腈（色谱纯）

压力：1500 psi

温度：80 °C

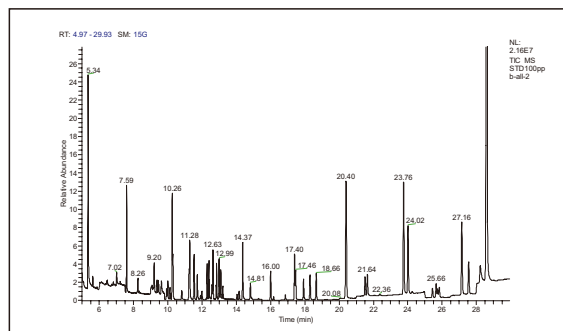
静态萃取时间：3分钟

静态循环次数：2次

冲洗体积：60%

吹扫时间：100 s

提取液经固相萃取柱（根据检测需要分别过Envi-18柱（GC/MS），或过铝柱（LC-MS/MS），乙腈淋洗）净化，浓缩至1 mL，在Envi-Carb柱中加入2 cm无水硫酸钠，用乙腈+甲苯（3+1）洗脱农药，根据检测要求用正己烷（GC/MS检测）或乙腈+水（3+2）（LC/MS/MS检测）交换溶剂定容，分别进入GC/MS或LC-MS/MS检测。



ISQ GC/MS分析检测农药残留总离子流图

7. 从小麦中萃取杀虫剂和除草剂

ASE®条件

小麦样品20 g

溶剂：乙腈或丙酮

压力：2000 psi

温度：100 °C

萃取时间：5 min加热，5 min静态萃取

GC或 GC-MS分析

ASE®从小麦中萃取杀虫剂和除草剂的结果

组分	标准添加 (µg/kg)	回收率 (%)
氟乐灵	44	99.6
内吸磷	38	96.7
阿特拉津	14	92.8
毒死稗	8	115
烯菌灵	40	109
硫丹	68	93.3
Methoxychlor	50	115

8. 从小麦以及玉米中萃取玉米烯酮^[9]

玉米烯酮（ZON）是由镰刀霉菌类产生的一种毒枝菌素，在很多种类的植物以及土壤中存在。它对畜牧业以及人类的健康存在危害。提取土壤以及动物饲料中ZON的传统提取方法为振摇法，每个样品要花费约30-60 min，成为实验室检测的瓶颈，ASE®方法加快了样品处理的速度，同时结果有好的重复性。

样品准备

用研磨器将样品磨成能够通过0.5 mm滤网的粉末。称取5 g粉末到一个小烧杯中与3 g硅藻土完全混合。将样品混合物加入到的预先加好纤维素滤膜的22 mL不锈钢萃取池中。空余的体积用Ottawa沙子填满以节省溶剂的消耗，然后旋萃取池盖。

ASE®萃取条件

溶剂：甲醇:乙腈（1:1）

温度：80 °C

压力：1500 psi

加热时间：5 min

静态时间：5 min

静态循环次数：2次

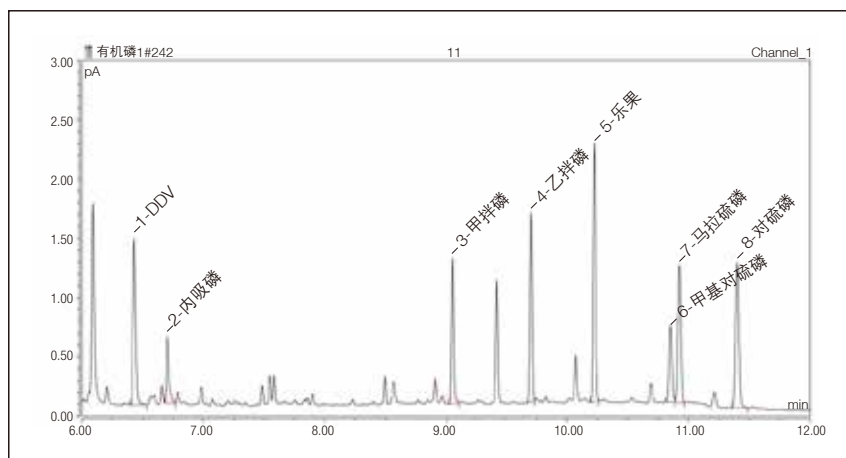
冲洗体积：75%

吹扫时间：100 s

提取液根据检测限需要稀释或浓缩，LC/MS分析。

使用ASE®对小麦以及玉米中ZON的提取结果

样品	目标值 (ng/g)	回收率百分比	相对标准偏差百分比
小麦	112	118	5.2
玉米	285	107	2.2



GC1310-FPD分析8种有机磷农药

9. 提取牛奶中的高氯酸盐

样品准备:

33 mL ASE®萃取池中预先加入2.0 g C18树脂和5.0 g或8.0 g 铝粉，顶部加入5 mg 硅藻土，5.0 g 2% 牛奶用吸管滴到硅藻土中，标准添加10 µg/mL 高氯酸盐25 µL。

ASE®条件

溶剂：去离子水

温度：120 °C

静态时间：5 min

循环：2次

清洗体积：30%

吹扫时间：180 s

离子色谱检测条件

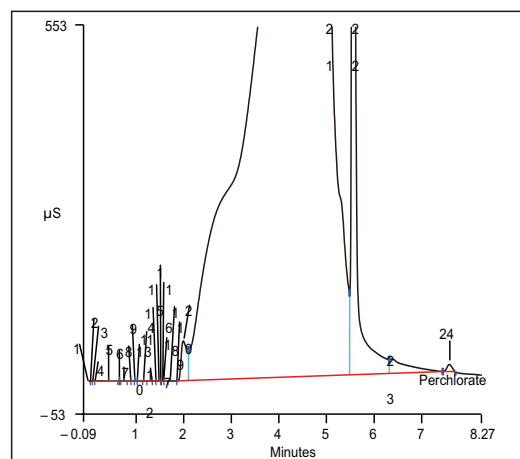
ICS-2500电导检测器ASRS® ULTRA

AS16色谱柱

流速：0.4 mL/min

淋洗液：50 mM NaOH EG50

进样体积：980 µL



牛奶中的高氯酸盐

10. 提取苹果和胡萝卜中的有机磷农药

样品准备

苹果和胡萝卜样品（婴儿食品）30 g与20 g 硅藻土混合后加入100 mL 萃取池

添加26种标准有机磷组分7.5 µL

ASE®条件

溶剂：乙酸乙酯/环己烷（1:1, v/v）

温度：100 °C

压力：1500 psi

总萃取时间：17-20分钟/样品

总溶剂消耗量：135-145 mL/样品

提取液经GPC净化后用GC-FPD分析

ASE[®]从胡萝卜和苹果中萃取有机磷农药 (50 µg/kg)

	回收率% (N=12)	%RSD(N=12)
胡萝卜样品	89.7	8.7
苹果样品	91.0	11.8

11. 提取烟草中的农药残留

对烟草样品所含的有机磷、有机氯、氨基甲酸酯以及除虫菊酯等74种不同的农药成份进行了提取研究，选取了三种不同的浓度水平：0.05、0.5、3 ppm，分别考察三种不同浓度下的回收率和精度，得出的结果见下表。

样品准备：

将7-10克烟叶样品干燥粉碎加入到萃取池中

ASE[®]条件：

溶剂：丙酮

温度：100 °C

压力：1500 psi (10.34 MPa)

5分钟加热，3分钟静态萃取（3次循环）

总萃取时间17分钟，总溶剂量50 mL

提取液经SPE净化GC-MS/MS分析

ASE[®]提取烟草中农药残留的结果

浓度水平 (ppm)	0.05	0.5	3
回收率%	71-110	70-128	82-115
精度%RSD	2.8-18.4	1.9-11.5	1.1-11.1

ASE[®]在环境领域中的应用

环境样品包括：土壤、淤泥、沉积物、植物和动物组织、空气样品（石英过滤器、Tenax树脂、木炭吸附剂、PUF和XAD树脂），以及所有需要进行污染物分析的各种基质的固体或半固体样品。待分析物通常包括：氯化除草剂、除草剂、半挥发物质、有机磷、有机氯、二噁英、二噁英呋喃和多氯联苯、石油总烃、有机砷、有机锡化合物、工业废物以及离子化合物等。

1. 关于持久性有机污染物（POPs）

持久性有机污染物（POPs）是指具有高毒性、生物蓄积型和半挥发性、在环境中持久存在且能在大气中长距离迁移并沉积回地球的极地地区，对人类监控和环境造成严重危害的有机化学污染物，1997年，联合国环境规划署决定对12种POPs物质立即采取行动减少或消除它们的产生。这12种有机污染物包括9种有机氯杀虫剂：滴滴涕、六氯苯、氯丹、灭蚊灵、毒杀芬、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、七氯，1种工业化学品—多氯联苯以及由于人类工业或其他活动产生的二噁英、呋喃。2001年5月，127个国家和地区在瑞士斯德哥尔摩签署了《有关持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》，要求在全球范围内采取行动控制和削减上述12种POPs物质，2004年11月11日，POPs公约对中国正式生效。

ASE[®]提取环境样品中的二噁英和呋喃^[10]

环境样品中PCDDs以及PCDFs的提取ASE[®]与传统的萃取程序如索氏提取本质上是一致的。作为一种萃取技术，ASE[®]的应用更为广泛，因为它能够适用于更宽的混合物种类。此外，ASE[®]在与索氏提取的提取效率相近的情况下，只需很少的时间和很少的溶剂。

对烟囱砖灰以及城市尘埃的萃取

样品的准备

沉积飞尘样品要用6M HCl浸泡30 min然后用蒸馏水进行彻底地清洗。新鲜的飞尘样品不需要HCl浸泡
建议ASE[®]条件

溶剂：对沉积飞尘样品用甲苯做溶剂

新鲜的飞尘样品用甲苯/乙酸（5% v/v）做溶剂

温度：175-200 °C

压力：2000 psi

静态时间：5分钟

静态循环：沉积飞尘样品2次，新鲜飞尘样品1次

冲洗体积：60-70%

吹扫时间：60-100秒

新鲜飞尘样品将上述条件重复两次（总时间约22分钟）

以上条件可以根据样品的不同来进行调整从而优化萃取的效率，欲提高萃取的效率升高温度是首先要考虑的参数，其次是考虑增加萃取的时间或静态循环的次数。

提取液用GC/MS以及GC/MS/MS分析。

两种不同的ASE[®]预处理方法与索氏结果对比1

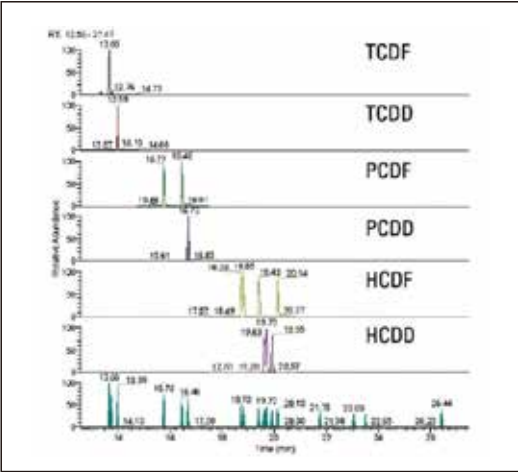
总组份	索氏 (n=1, µk/kg)	ASE [®] (样品经HCl预处理) (n=2, µk/kg)	ASE [®] (样品不经酸预处理, 甲苯/乙酸做溶剂 n=2, µk/kg)
T ₄ CDD	12.0	12.4	10.5
P ₅ CDD	16.6	20.5	16.2
H ₆ CDD	38.2	42.4	36.7
H ₇ CDD	15.0	19.8	16
O ₈ CDD	11.4	12.8	10.6
T ₄ CDF	60.5	67.5	56.1
P ₅ CDF	83.5	87.3	77.4
H ₆ CDF	65.2	73.5	46.1
H ₇ CDF	28.1	32.2	26.5
O ₈ CDF	13.5	15.8	13.9

两种不同的ASE[®]预处理方法与索氏结果对比2

同系物	索氏 (n=1, µk/kg)	ASE [®] (HCl预处理) (n=2, µk/kg)	ASE [®] (不做酸预处理, 甲苯/乙酸做溶剂 n=2, µk/kg)
2,3,7,8-T ₄ CDD	0.32	0.36	0.28
1,2,3,7,8-P ₅ CDD	1.6	2.1	1.7
1,2,3,4,7,8-H ₆ CDD	1.2	1.4	1.2
1,2,3,6,7,8-H ₆ CDD	2.4	2.7	2.4
1,2,3,7,8,9-H ₆ CDD	2.4	2.3	2.2
1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDD	8.2	9.6	8.1
2,3,7,8-T ₄ CDF	3.7	4.3	3.4
1,2,3,7,8(+1,2,3,4,8-P ₅ CDF	4.2	4.6	3.9
2,3,4,7,8-P ₅ CDF	5.6	6.6	5.8
1,2,3,4,7,8(+1,2,3,4,7,9)-H ₆ CDF	7.8	8.7	5.4
2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	7.2	8.5	5.3
2,3,4,6,7,8-H ₆ CDF	6.6	7.2	4.5
1,2,3,7,8,9-H ₆ CDF	0.43	0.56	0.3
1,2,3,4,6,7,8-H ₇ CDF	18.0	17.6	16.8
1,2,3,4,7,8,9-H ₇ CDF	2.3	2.4	2

ASE[®]与索氏提取萃取二噁英的回收率对比

样品基质	索氏 (ng/kg)	ASE [®] (ng/kg)
烟道砖	8040	8170
城市灰尘	1110	1159
飞灰	93,000	107,900
沉积物 (EC-2)	6750	6840
沉积物 (HS-2)	11,731	12,783
Hamilton海港沉积物	4283	4119
Parrots Bay Sediment	2836	2444



GC/MS/MS分析常见的几种二噁英

ASE[®]提取环境样品的多氯联苯（PCBs）^[11]

多氯联苯存在于许多的固体废物材料中，下面介绍的是ASE[®]提取下水管道淤泥，河流沉积物，海洋沉积物以及海产品组织（如牡蛎）中的多氯联苯。

样品准备

萃取池内装入一片纤维素膜，样品干燥进行研磨并与分散剂混合，含水量大于10%的样品要与相同比例的硅藻土混合装入萃取池，准备萃取。

建议ASE[®]条件

溶剂：正己烷/丙酮（1：1），（V/V）

萃取压力：14 MPa（2000 psi）

温度：100 °C

样品量：5-10g

静态时间：5 min

冲洗体积：60%的萃取池体积

N₂吹扫：1 MPa（150 psi），60秒

下水道污泥、牡蛎组织以及河流沉积物样品中多氯联苯的净化和定量测定

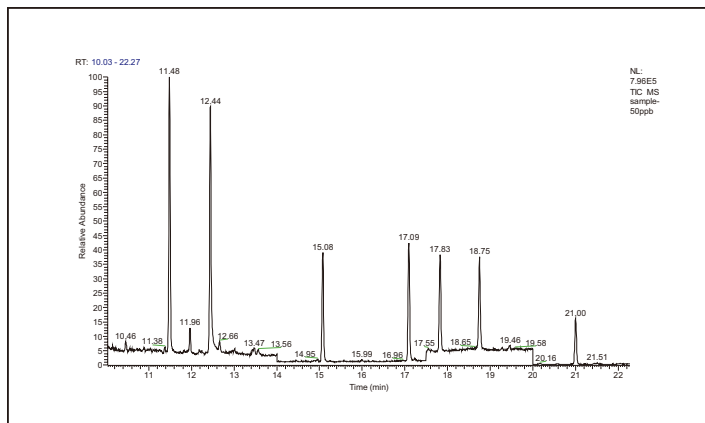
从ASE[®]中提取出来的样品通过装有硅胶以及铝粉的固相萃取柱并用硝酸银/硫磺酸淋洗净化，最终样品浓缩到1 mL用配有电子捕获检测器的气相色谱检测。气相色谱的柱温箱升温程序为：10 °C/min从100 °C升到300 °C，300 °C下维持5 min。用外标法来校准所测定的样品。

土壤样品中的多氯联苯的定量测定

土壤中提取出来的多氯联苯按照US EPA SW-846 8080方法分析步骤分析。ASE[®]200的提取液在进入气相色谱前稀释到25 mL，通过带有双电子捕获检测器、分流/不分流进样器的气相色谱分析。

ASE[®]与索氏提取从下水道淤泥中萃取多氯联苯结果对比

PCB类	平均回收率 (n = 6) 与索氏提取的对比	%RSD
PCB 28	118.1	2.5
PCB 52	114.0	4.7
PCB 101	142.9	7.4
PCB 153	109.5	5.8
PCB 138	109.6	3.9
PCB 180	160.4	7.5



ISQ GC/MS分析常见的7种PCBs

ASE[®]提取环境样品的多环芳烃（PAHs）^[12]

样品的准备

样品在填装萃取池之前应干燥和研磨，含水分大于10%的样品应与硅藻土等比例混合。

粘性、纤维状或油状不能磨碎的物质应切碎或者采用其它的分散方式，目的是在提取过程中最大限度的增加样品与溶剂的接触表面。

萃取池准备

在萃取池的底部放置一片纤维素膜。称取7克样品放入11 mL的萃取池，与分散剂研磨混合的样品要全部加到萃取池中，加标或者是基体加标可以加入到萃取池中。

将萃取池放置到ASE[®]萃取池架上准备萃取。

建议ASE[®]条件

样品量：7 g

溶剂：二氯甲烷/丙酮（1：1），（V/V）

压力：10 MPa（1500 psi）

温度：100 °C

加热时间：5 min

静态时间：5 min

冲洗体积：60%的萃取池体积

N₂吹扫：1 MPa（150 psi）持续60秒

HPLC分析条件

从ASE[®]提取到的样品经过稀释或者浓缩达到HPLC分析的要求。

HPLC的分析条件为：

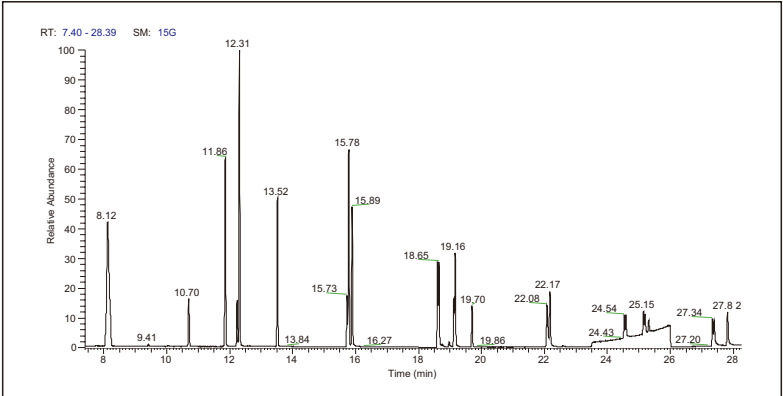
流速：1.5 mL/min

流动相：0-5 min 60%水，40%乙腈

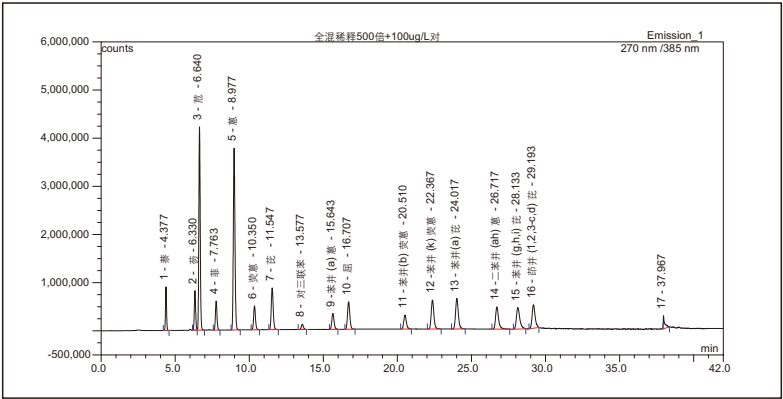
5-25 min 100%乙腈（线性梯度）

检测器：UV检测（254 nm），荧光检测（300 nm激发，410 nm发射）

测定后样品通过外标校准。



ISQ-GC-MS分析16种PAHs



HPLC-FLV分析16种PAHs

ASE®提取环境样品中的有机氯杀虫剂^[13]

EPA方法对环境样品中有机氯杀虫剂萃取的条件

EPA 3545A确定的ASE®萃取条件

条件	有机氯 (OCP)	有机磷 (OPP)	半挥发物质 (BNA)	除草剂
温度	100 °C	100 °C	100 °C	100 °C
压力	1500 psi	1500 psi	1500 psi	1500 psi
时间	12 min	12 min	12 min	12 min
溶剂	Hexane/acetone	DCM/acetone	DCM/acetone	DCM/acetone/H ₃ PO ₄

ASE®与自动索氏提取从三种不同土壤中萃取杀虫剂结果对比

杀虫剂	平均回收率(% of Soxhlet)
七氯Heptachlor	88.0
艾氏剂Aldrin	94.9
γ-氯丹Gamma Chlordane	99.5
α-氯丹Alpha Chlordane	102.0
狄氏剂Dieldrin	101.2
异狄氏剂Endrin	97.2
滴滴涕p,p'-DDT	74.9

a 沙土、壤土和黏土

ASE[®]与自动索氏提取从三种类型的土壤中萃取半挥发物质结果对比

BNA 目标组分	平均回收率 (% 自动索氏提取)
萘 (Naphthalene)	106.1
菲 (Phenanthrene)	100.6
二甲酚(2,4-Dimethylphenol)	109.8
苯酚 (Phenol)	102.0
芘 (Pyrene)	105.2
六氯苯 (Hexachlorobenzene)	93.7

2. 关于土壤中的烃类污染物

萃取土壤中的BTEx汽油, Diesel柴油, TPH石油总烃^[14]

世界各地都有大量的储存烃类基质燃料的地下储油罐。这些储油罐很多存在泄漏, 使周围的土壤被泄漏的汽油、柴油、石油所污染。1992年全年美国仅对五百万地下储油罐中的两百万进行了泄漏检测。显然, 检测土壤中烃类污染物含量的能力是个重要的问题, 采用ASE[®]可以大大加速样品的前处理进程, 其结果可以完全取代传统的索氏提取方法。

推荐的ASE[®]条件

样品量: 3-20 g, 含水量大于40%的样品按照硅藻土与样品1:1的比例混合

溶剂: 四氯乙烯 (结果用IR测定); 正己烷/丙酮, 体积比为1:1 (结果用气相色谱测定)

温度: 200 °C

压力: 10.3 MPa (1500 psi)

加热时间: 9 min

静态时间: 5 min

冲洗体积: 60%池体积

吹扫时间: 60秒

如果样品粘土含量高, 应萃取2次。在分析之前要将萃取物混合在一起。

萃取结果用红外光谱 (IR) 或气相色谱分析定量, 检测结果见表

ASE[®]对砂子中标准添加的挥发组分的回收率

组分	平均回收率 (%)	n=4 RSD(%)
苯	99.7	2.5
甲苯	99.5	2.7
乙苯	100.0	3.7
邻二甲苯	99.6	1.2
正壬烷	97.1	2.6
正癸烷	98.1	1.0
正十一烷	99.5	0.9
萘	99.9	1.7
2-甲基萘	99.4	2.3
正十四烷	99.0	2.2
正十五烷	97.2	3.0

提取土壤中的柴油和废油^[15]

材料准备

玻璃纤维滤膜（PN47017）

分散剂和吸附剂：硅藻土，无水硫酸钠

用作分散剂或吸水剂的硅藻土和硫酸钠必须纯化，硅藻土放置在浅盘上在400℃加热4小时或者用二氯甲烷进行提取，硅胶放到玻璃浅盘上用金属薄片稍微盖住表面，130℃下活化至少16小时。

样品准备

土壤样品去除大的石块。干燥样品直接装入萃取池中，萃取池的底部要装上玻璃纤维滤膜。装上过滤膜的萃取池先在分析天平中称重，然后将干燥样品直接装入萃取池后就可以称出样品的重量。潮湿的样品先放入100mL的烧杯中称重，然后将样品与硅藻土充分混合。通过专用漏斗装入到萃取池中。

ASE®萃取条件

萃取池体积：11 mL

样品量：3-20 g

溶剂：二氯甲烷/丙酮（1：1，V/V）

温度：175℃

系统压力：14 MPa（2000 psi）

加热时间：8 min

静态时间：5 min

冲洗体积：75%（萃取池体积）

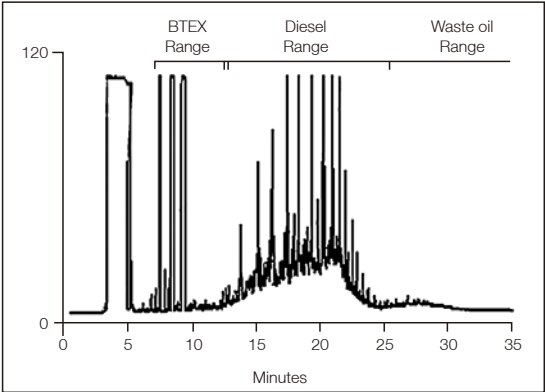
吹扫时间：1 MPa（150 psi），60秒

静态循环次数：1次

总萃取时间：每个样品17 min

溶剂总量：每个样品17 mL（11 mL萃取池）

GC（FID）分析



GC（FID）分析结果

三种不同土质中所有烃类（总烃、柴油、废油）的测定结果

土壤样品种类以及浓度	回收率%	RSD%	最低检出限（mg/kg）
粘土，低浓度	123.8	19.7	5.0
粘土，高浓度	111.0	18.5	不适用
肥土，低浓度	124.6	21.6	5.6
肥土，高浓度	100.8	7.9	不适用
沙土，低浓度	123.6	21.5	5.2
沙土，高浓度	108.6	12.2	不适用
平均	115.4	16.9	5.3

3. ASE提取PM2.5中的PAHs

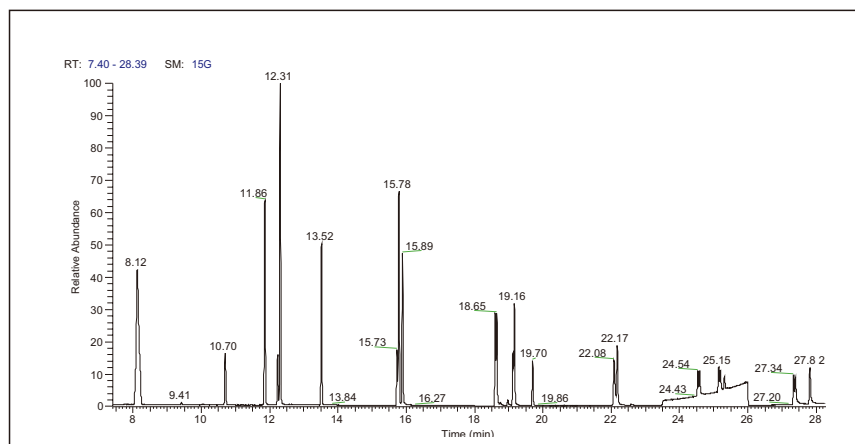
样品采集

参考标准HJ646-2013：采用MTL公司的石英滤膜采集PM2.5颗粒物，采样流量为100L/min，采样时间为24h（如有需要，采样前添加替代物以监测采样效率）。样品采集完成后避光于4℃以下保存。

样品前处理

取样品石英滤膜一张，小心用镊子卷成圈，置于底层垫有纤维素膜的萃取池（10mL）中，加入适量硅

藻土，按下列加速溶剂萃取条件萃取。萃取完成后萃取液氮吹浓缩至近干，如不需净化（净化步骤参考标准 HJ646-2013（8.3.3.2）部分），加入内标溶液，定容至1 mL，直接GC/MS分析。



ASE-GC-MS分析检测PM_{2.5}中的16种PAHs

16种多环芳烃加标回收率

序号	化合物	加标量5.0ng 回收率/%	加标量10.0ng 回收率/%	加标量50.0ng 回收率/%
1	萘	115.3	109.9	72.8
2	苊烯	87.8	77.7	70.6
3	苊	111.2	113.7	73.2
4	芴	108.2	101.3	73.4
5	菲	110.2	120.2	86.1
6	蒽	110.2	116.8	91.8
7	荧蒽	108.5	117.4	85.5
8	芘	110.0	116.1	84.9
9	苯并(a)蒽	119.8	82.3	90.2
10	屈	110.2	95.0	88.0
11	苯并(b)荧蒽	100.9	90.5	95.6
12	苯并(k)荧蒽	89.5	95.9	90.2
13	苯并(a)芘	104.6	100.0	91.3
14	茚并(1,2,3-cd)芘	118.5	98.1	87.1
15	二苯并(a,h)蒽	110.8	95.6	84.9
16	苯并(g,h,i)	111.3	99.2	86.4

ASE[®]在医药领域中的应用

1. ASE[®]提取人参、西洋参和三七中的皂苷

人参、西洋参和三七这三种药材均具有多方面的药理和生物活性，含有多种类型的化学成分。主要有效成分有皂苷类、多糖类、多肽类、脂肪酸、氨基酸等，其主要活性成分为中极性部分的皂苷类。传统的提取皂苷的过程为：萃取—净化—浓缩，采用在ASE[®]在线净化提取，可在20分钟内完成对多种参类样品目标分析物的自动快速提取，所得提取液也无需进行进一步的净化和浓缩，即可直接在液相色谱上进行分析，大大简化了样品的处理过程。

样品准备：分别将2 g人参、西洋参和三七样品磨成粉末状与硅藻土混合后装入5 mL的ASE[®]萃取池。在ASE[®]萃取池底部预先加入适量氧化铝，用来吸附色素、脂类等杂质使色谱的干扰峰减少。（注：此步骤需根据情况做条件优化实验，以免皂苷类目标分析物也被吸附）。

ASE[®]条件：140 °C温度；甲醇静态萃取5 min；循环2次。

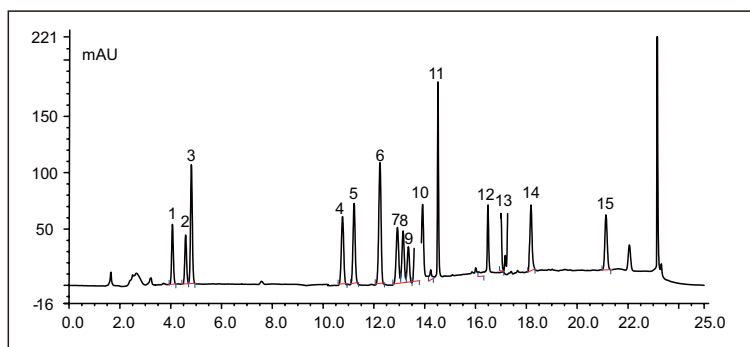
得到提取液25 mL左右，定容到40 mL，等待色谱分析。

液相色谱条件

赛默飞UltiMate 3000高效液相色谱系统：在线脱气机（SRD3400），高压四元梯度泵（HPG3400），自动进样器（WPS3000TSL），柱温箱（TCC3000）和紫外检测器（VWD3400）。色谱柱为Acclaim 120 C18色谱柱（4.6 × 250 mm，5 μm）

色谱条件：柱温50 °C；检测波长203 nm；乙腈水梯度洗脱。

利用ASE[®]和赛默飞的UltiMate 3000高效液相色谱仪，在反相C18色谱柱上仅用25分钟即分别完成三种不同药材（人参、西洋参和三七）中15种主要皂苷类物质的分离，大大缩短了分离时间，同时也显著降低了溶剂消耗。



25分钟梯度内对15种常见皂苷类标样的分离

上图为在前述色谱条件下25分钟梯度内对15种常见皂苷类标样的分离。

它们包括人参皂苷：Re（2）、Rg1（3）、Rf（4）、Rb1（5）、Rc（6）、Rg2（7）、Rb2（8）、Rb3（9）、Rh1（10）、Rd（11）、Rg3（12）和Rh2（14）；皂苷元：原人参二醇（15）、原人参三醇（13）；三七皂苷R1（1）。

ASE[®]提取人参皂甙与超声提取结果的对比

	Rg1	Re	Rb1	Rc	Rd	Total
ASE [®] (10 min)	0.99	1.01	1.2	1.13	1.39	5.72
Sonication (10 min)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	5.0

2. ASE[®]提取葡萄皮中的花青素

自然界有超过300种不同的花青素，大多来源于有色的水果和蔬菜如葡萄、接骨木红、黑加仑、紫胡萝卜和红甘蓝等，颜色从红到蓝。花青素是强抗氧化剂，具有极强的抗氧化剂活性，是一种很好的氧游离基清除剂和脂质过氧化抑制剂，有数据表明其抗自由基氧化能力是维生素C的20倍，是维生素E的50倍，花青素还能够增强血管弹性，改善循环系统和增进皮肤的光滑度，抑制炎症和过敏，改善关节的柔韧性。

样品准备：

1克葡萄皮样品干燥粉碎

ASE[®]萃取条件

溶剂：0.1% 三氟醋酸（TFA）70% 甲醇

萃取温度：60℃

压力：1500psi（10.34MPa）

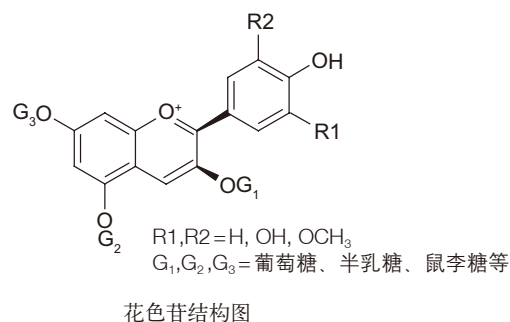
静态萃取：5 min（3次）

吹扫：90秒

总萃取时间：20 min

总溶剂量：12 mL

分析方法：HPLC



ASE[®]萃取结果与索氏提取的结果对比

	总酚 (mg/g)	总花青素 (mg/g)
ASE [®]	167.8	58.04
Soxhlet	154.1	54.22

3. ASE[®]提取植物中的芸香苷

芸香苷（rutoside）和槲皮素（Quercitrin）是广泛存在于食用水果和蔬菜中的类黄酮，在动物体内显示多种保护效应，用于降低异常毛细血管脆性，包括抑制化学致癌物的肿瘤诱导作用，它们的结构中只是功能基微小不同。

样品准备：

1-5 g植物（叶，浆果，花）样品粉碎后与硅藻土混合

ASE[®]条件：

溶剂：甲醇/水（80%）

温度：120℃

压力：1500psi（10.34MPa）

时间：6 min 加热，20 min静态萃取（3次循环），120 s吹扫

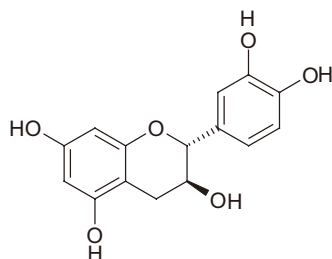
分析方法：HPLC

两种不同的萃取方法提取Rutin和Isoquercitrin回收率（%w/w）对比

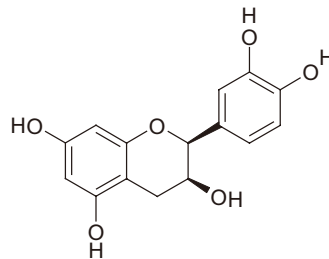
	花		浆果		叶子		时间	溶剂量
	芸香苷	槲皮素	芸香苷	槲皮素	芸香苷	槲皮素		
粉碎浸泡	2.0510	0.1140	0.1612	0.0186	0.1445	0.0032	81小时	450 ml
ASE [®]	2.8750	0.1140	0.1890	0.0346	0.2020	0.0051	60分钟	90 ml

4. ASE[®]提取植物中的儿茶素

儿茶素（Catechins）又称儿茶精、儿茶酸，是黄烷衍生物，广泛存在于植物中，儿茶素的顺式立体异构体表儿茶素（epicatechin）也广泛存在于植物中。儿茶素是茶多酚中最重要的一种，约占茶多酚含量的75%到80%。儿茶素具有防治心血管疾病、预防癌症等多种功能。



儿茶素结构图



表儿茶素结构图

样品准备：

0.5-1.0克样品植物样品粉碎后装入ASE®萃取池。

ASE®条件：

溶剂：甲醇

温度：100 °C

压力：1500psi (10.34 MPa)

时间：5min 加热，3min 静态萃取，60s 吹扫

分析方法：HPLC荧光检测

从结果中看出，与传统的方法相比ASE®的提取效率最好。

ASE®与其他萃取方法提取结果比较 (mg/g)

提取技术	葡萄籽		不发酵茶叶		中度发酵茶叶		中度发酵茶叶	
	儿茶酚	表儿茶酚	儿茶酚	表儿茶酚	儿茶酚	表儿茶酚	儿茶酚	表儿茶酚
ASE® (10分钟)	1.82	0.65	0.62	3.45	0.57	2.23	0.61	1.03
搅拌 (10分钟)	0.21	0.06	0.23	3.40	0.16	0.81	0.12	0.10
超声 (10分钟)	0.23	0.07	0.23	3.36	0.46	1.86	0.22	0.19
浸泡 (24小时)	0.27	0.08	0.30	3.16	0.47	1.97	0.36	0.33

5. ASE技术提取黄芪的黄芪甲苷

黄芪是常见的补益类中药，而其中的黄芪甲苷是黄芪中的主要活性成分，《中国药典（2010版）》一部中将其作为质量控制指标成分。黄芪甲苷可改善心肺功能，加强心脏收缩力，扩张血管，降低血压等功效。

前处理方法：样品从当地中药材店购得。将样品粉碎，过筛。取4g样品，与硅藻土混合均匀后放入10mL萃取池中（萃取池的底部放置一片纤维素滤膜），按表1ASE条件萃取。将ASE萃取液定容至50mL，过0.22 μm滤膜，即得。

ASE萃取条件	
条件	参数
溶剂	甲醇
温度	140 °C
加热时间	7min
静态萃取时间	10min
循环次数	3
吹扫体积	60%
吹扫时间	90s
总体积	30mL
总时间	40min

HPLC条件

仪器：

UltiMate 3000高效液相色谱仪，配带在线脱气单元的双三元梯度泵；带有一个六通阀的柱温箱；紫外检测器。

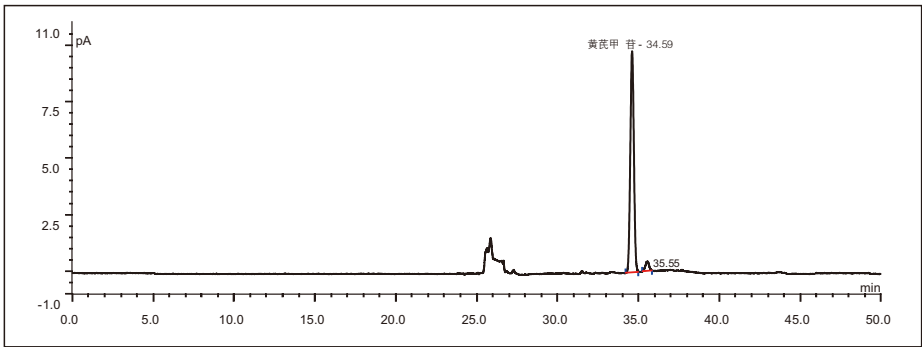
富集柱：Acclaim® PA II (3 μm, 4.6 mm × 50 mm)

分析柱：Acclaim® C18 (5 μm, 4.6 mm × 150 mm)

色谱条件：

流动相组：乙腈、水；梯度洗脱；流速：1.0mL/min；柱温：35 °C

ASE对黄芪中的黄芪甲苷的平均萃取率为0.069%，RSD为2.1%



黄芪饮片（蜜炙）色谱图

（n=5）。同时采用《中国药典（2010版）》萃取方法对同一样品进行萃取，索氏提取的平均提取率为0.063%，RSD为5.4%（n=5）。实验结果表明：ASE对黄芪中的黄芪甲苷的提取效率更高，精密度更好，且ASE能够大大节省萃取时间。

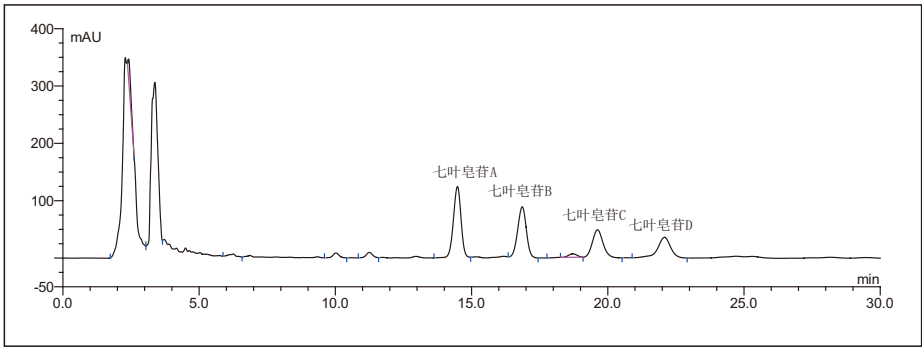
6. 加速溶剂萃取-顺序萃取法萃取中药娑罗子中的七叶皂苷

七叶皂苷是中药娑罗子成熟果实中提取出的三萜皂苷，具有清除机体内自由基的功效，同时具有抗炎、抗渗出，提高静脉张力，加快静脉血流，促进淋巴回流，改善血液循环和微循环，并有保护血管壁的作用，广泛用于脑外伤、脑血管疾病、中风、脑肿瘤、颅内感染等疾病的治疗。

前处理方法：

取娑罗子样品粉末1 g，精密称定，加入硅藻土（DE）适量，混合均匀，转至底层垫有纤维素膜的萃取池（10mL）中，加速溶剂萃取，弃去石油醚相，甲醇相定容，过0.45 μm滤膜，待HPLC分析。

ASE条件	Step1	Step2	HPLC条件
溶剂	石油醚	甲醇	仪器：UltiMate 3000 HPLC
温度	100℃	100℃	分析柱：Acclaim 120 C18, 5 μm, 250 × 4.6 mm
加热时间	5 min	5 min	流动相：乙腈-0.2%磷酸溶液（36：64）
静态萃取时间	5 min	5 min	柱温：30℃
循环次数	1	1-2	检测波长：220 nm
吹扫体积	60%	60%	进样量：10 μL
吹扫时间	200 s	90 s	
总体积	30-40 mL		
总时间	30-35 min		



样品色谱图

7. 加速溶剂萃取-顺序萃取法萃取陈皮中的橙皮苷

中药陈皮中的橙皮苷具有抗氧化性，防止自由基的形成，能够作为功能性因子加入到食品中。参照《中国药典（2010版）》，对橙皮苷的提取需先采用石油醚索氏提取陈皮中的挥发油类成分，然后再进行橙皮苷的提取，该前处理方法需要消耗大量的时间和溶剂。采用ASE提取，建立序列（sequence）的方式，分别用石油醚和甲醇顺序提取，能够在半个小时左右的时间内处理好样品，达到了除脂和萃取有效成分同步完成的目的，大大的节省了前处理时间及溶剂消耗。

前处理方法：

陈皮样品粉碎至30目左右，过30目筛。取陈皮2g，精密称定，加入石英砂适量，混合均匀，转至底层垫有纤维素膜的萃取池（10 mL）中，加速溶剂萃取，弃去石油醚提取液，甲醇提取液过0.45 μm滤膜，即得。

ASE条件	Step1	Step2
溶剂	石油醚	甲醇
温度	120℃	120℃
加热时间	6 min	6 min
静态萃取时间	3 min	5 min
循环次数	2	1
吹扫体积	60%	60%
吹扫时间	200 s	90 s
总体积	40 mL	
总时间	30 min	

HPLC条件

仪器：UltiMate 3000高效液相色谱仪，配四元梯度泵、自动进样器、柱温箱、紫外检测器。

分析柱：Acclaim C18，120 Å，4.6 mm，
250 mm × 5 μm（PN: 059149）

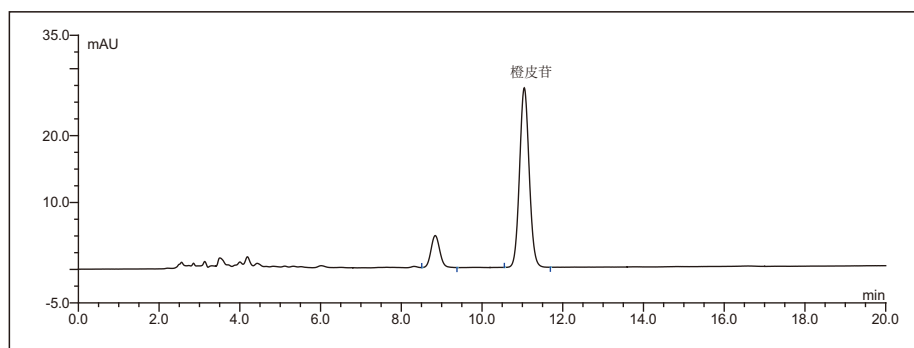
流动相：甲醇-醋酸-水（35:4:61）

流速：1.0 mL/min

柱温：30℃

检测器：UV@283 nm

进样量：10 μL



样品色谱图

8. 在线净化-快速溶剂萃取法（In-Cell cleanup - ASE）分析检测黄连上清丸中的小檗碱

复方中药黄连上清丸基体组成复杂，主要组成药物17种，《中国药典（2010版）》对黄连上清丸中的小檗碱提取采用水浴，超声提取，浓缩提取液后需要过层析柱去进一步除杂质，该方法操作复杂，耗时耗力。本方法采用in-cell cleanup ASE提取技术对复方中药黄连上清丸进行提取净化，取得了满意的效果。

前处理方法：

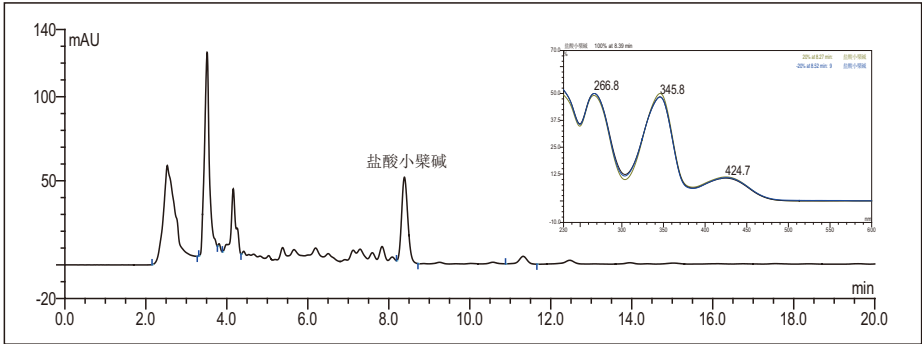
取黄连上清丸水丸1g，精密称定，加入硅藻土（DE）适量，研磨，混合均匀。在萃取池（22 mL）中垫入纤维素膜，加入5g碱性氧化铝，填平；将混合均与的样品加入萃取池中，快速溶剂萃取，萃取液定容，滤过，待HPLC分析。

ASE条件	参数
溶剂	甲醇
温度	140℃
加热时间	7 min
静态萃取时间	5 min
循环次数	2
吹扫体积	60%
吹扫时间	90s
总体积	40 mL
总时间	20 min

HPLC条件
仪器：UltiMate 3000 HPLC
分析柱: Acclaim 120Å C18，5 μm，250 × 4.6 mm
流动相：乙腈-33 mmol/L磷酸二氢钾溶液（35:65）
柱温：30 ℃
检测波长：270 nm
进样量：10 μL

In-cell cleanup净化过程

参考2010版药典，采用碱性氧化铝作为在线净化吸附剂。取1 g黄连上清丸样品，于萃取池底部添加5 g碱性氧化铝。实验结果表明：采用in cell cleanup技术对黄连上清丸样品有良好的净化效果。



添加5 g碱性氧化铝净化样品色谱图

9. 采用加速溶剂萃取（ASE）技术提取中药中的挥发油

中药挥发油(Volatile oils)又称精油(Essential oils)，是中草药中一类具有芳香气味的、在常温下能挥发的油状液体的总称。中药挥发油是一个非常复杂的体系，如何利用现代分析方法，确定并分离中药提取物中挥发油成分，并获取其定性信息，是现阶段中药挥发油研究的关键。

本文参考文献《加速溶剂萃取技术在中药有效成分分析中的应用（陈军辉等）》，以ASE提取木香中挥发油为例进行说明。

ASE条件

样品从当地中药材店购得。将样品粉碎，过筛。取3g样品，与石英砂混合均匀后放入34mL萃取池中（萃取池的底部放置一片纤维素滤膜），按下述ASE条件萃取（见下表）。

ASE萃取条件	
条件	参数
溶剂	水
温度	120℃
加热时间	5min
静态萃取时间	10min
循环次数	1
吹扫体积	60%
吹扫时间	60s

分析条件

GC/MS分析：TG-5MS色谱柱（30m×0.25mm×0.25 μm），载气为氦气，流速1mL/min；进样口温度为250℃，传输线温度为300℃。电子能量70eV，离子源温度230℃。升温程序为：初始温度80℃，以4℃/min的速率升到250℃。进样量1 μL，不分流进样，扫描方式为Scan方式。

结果

同时比较了4种提取方法所得挥发油的提取效率（结果见下表），可以看出加速溶剂萃取法的提取效率略高于超声法而低于索氏提取法，但索氏提取却需要较长的提取时间（约6h）；水蒸气蒸馏法耗时、提取效率低。ASE萃取时间短，萃取效率高，因此加速溶剂萃取法是中药材木香挥发油萃取的有效方法。

挥发油不同提取方法提取率的比较

方法	萃取时间	溶剂消耗/mL	萃取率/%
超声提取	40min	50	7.27
ASE	10min	54	7.54
索氏提取	6h	50	9.76
水蒸气蒸馏	5h	-	1.31

10. 中药中的农药残留分析

《中国药典（2010版）》中提供了有机氯、有机磷和拟除虫菊酯三类农药残留的检测方法。但药典中提供的方法前处理繁琐，三类农药残留分别采用了不同的前处理方式，不同的检测方法，且该方法非常耗时。本方法采用ASE提取中药中49种有机氯、有机磷及拟除虫菊酯类农药残留，分析结果良好。

样品：甘草、金银花、人参、黄芪等

仪器：

ASE350

10mL不锈钢萃取池

GC或GC/MS

样品制备

中药材样品采用粉碎机粉碎，过30目筛。精确称取样品2g，加入硅藻土适量，混合均匀，转至底层垫有纤维素膜的萃取池（10mL）中，按表5-16加速溶剂萃取条件萃取。萃取完成后萃取液氮吹浓缩至近干，加3 mL 乙腈/乙酸乙酯（3/1）复溶。采用Carb/NH₂ SPE小柱净化后，GC/MS分析。

ASE萃取条件

条件	参数
溶剂	丙酮：正己烷=1:1
温度	80℃
加热时间	5 min
静态萃取时间	5 min
循环次数	2
吹扫体积	60%
吹扫时间	60 s
总萃取时间	20 min
总萃取液体积	20 mL

分析结果

本实验对有机氯、有机磷及拟除虫菊酯三类农药共49种农药残留进行分析，实验结果表明ASE具有良好的加标回收率及RSD（见下表）。

49种农药加标回收率及RSD数据 (n=3)

序号	化合物	加标50 μ g/L 回收率/%	加标100 μ g/L 回收率/%	加标200 μ g/L 回收率/%	RSD /%
1	甲胺磷	43.9	52.4	53.6	8.1
2	敌敌畏	110.5	108.3	101.1	4.7
3	乙酰甲胺磷	63.7	61.5	69.1	7.3
4	氧乐果	50.6	59.8	65.7	7.7
5	久效磷	108.6	118.3	99.8	3.4
6	甲拌磷	94.0	98.9	89.3	3.8
7	α -六六六	74.5	78.8	80.1	1.4
8	六氯苯	83.2	85.7	86.4	3.8
9	乐果	115.3	104.5	97.5	4.6
10	β -六六六	103.0	99.4	83.1	3.2
11	五氯硝基苯	107.2	103.4	93.9	4.2
12	γ -六六六	70.7	77.8	80.5	1.2
13	二嗪磷	99.2	101.7	91.3	1.6
14	地虫硫磷	94.6	98.2	82.9	3.9
15	δ -六六六	104.3	82.6	91.4	4.3
16	五氯苯氨	98.2	103.1	91.1	4.1
17	磷胺	116.8	111.1	90.4	4.9
18	甲基毒死蜱	100.1	104.0	92.9	5.9
19	甲基对硫磷	101.8	108.9	103.4	5.6
20	七氯	87.0	82.3	85.1	4.6
21	甲基嘧啶磷	102.0	103.6	93.1	5.1
22	杀螟硫磷	71.2	91.6	95.2	5.6
23	五氯硫代苯甲醚	83.0	92.4	85.5	3.1
24	马拉硫磷	106.1	107.6	97.2	4.2
25	毒死蜱	86.4	113.0	84.5	4.1
26	倍硫磷	104.5	101.7	92.2	2.6
27	艾氏剂	94.1	96.7	84.2	0.7
28	对硫磷	98.1	103.1	105.5	4.5
29	水胺硫磷	118.2	112.8	106.5	4.0
30	毒虫威	110.0	118.0	105.2	1.4
31	啶硫磷	101.1	101.2	93.2	4.2
32	杀扑磷	79.6	86.0	82.1	4.5
33	氯丹	99.2	97.2	90.5	4.7
34	p,p'-DDE	76.6	73.0	76.7	5.2
35	狄氏剂	76.1	80.3	82.7	3.3
36	异狄氏剂	101.0	103.2	93.8	2.5
37	乙硫磷	108.4	111.6	101.7	3.8
38	p,p'-DDD	73.2	78.3	81.7	4.9
39	o,p'-DDT	78.1	72.3	80.3	5.1
40	三唑磷	114.0	104.2	82.1	2.1

41	三硫磷	88.8	108.0	92.3	5.3
42	p,p' -DDT	71.2	74.1	79.6	5.6
43	溴螨酯	73.8	77.1	80.5	2.8
44	伏杀磷	108.0	108.6	102.8	5.4
45	谷硫磷	116.4	109.3	103.1	0.4
46	氯菊酯	97.0	107.7	107.3	2.7
47	氯氰菊酯	79.5	82.0	87.4	6.3
48	氰戊菊酯	102.7	89.4	95.1	2.7
49	溴氰菊酯	83.1	79.5	85.7	1.9

11. 采用加速溶剂萃取（ASE）技术萃取发酵菌丝中的青霉素和头孢菌素C

随着人们环保意识的提高,如何处理处置制药行业产生的废菌渣,实现废菌渣的无害化、资源化成为亟待解决的难题。对青霉素、头孢菌素菌渣中含有大量的菌体蛋白,丰富的维生素、生长因子及培养基残留物等营养物质,可用于肥料及饲料生产。但需要对青霉素及头孢菌素含量进行检测以便生产利用。

仪器

ASE 350 加速溶剂萃取仪

UltiMate3000 HPLC

ASE萃取条件

溶剂：水

池温：室温

静态时间：5 min

循环次数：2次

冲洗体积：60 %

吹扫时间：120秒

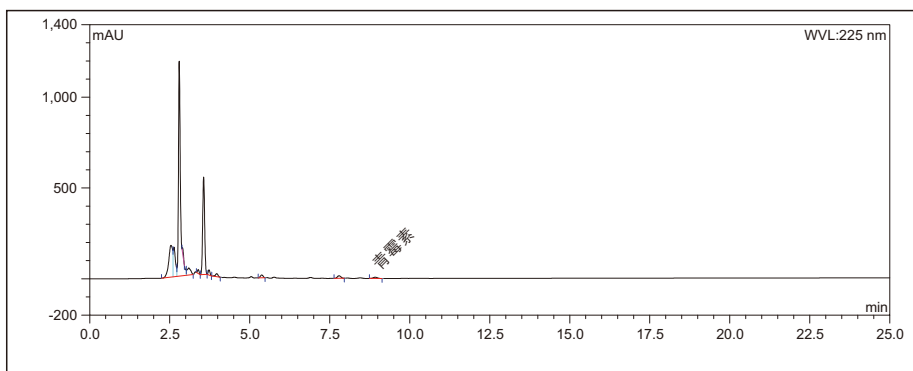
萃取池：10mL SST

总萃取时间：15min

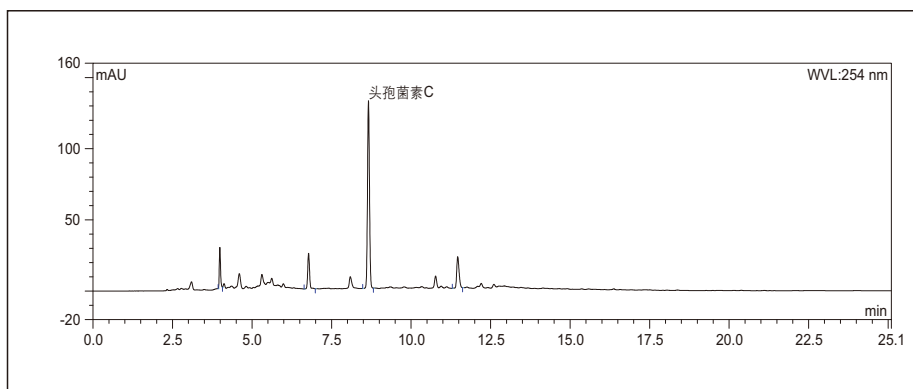
总萃取体积：15mL

实验结果

采用本方法对青霉素菌丝及头孢菌素菌丝中的青霉素及头孢菌素C进行提取，实验结果见下图和表。



青霉素菌丝样品色谱图



头孢菌素C菌丝样品色谱图

菌丝中青霉素和头孢菌素C的含量及RSD (n=3)

样品	萃取次数	萃取率/ $\mu\text{g/g}$	平均萃取率/ $\mu\text{g/g}$	RSD/%
青霉素样品	1	174.0	182.4	4.3
	2	189.8		
	3	183.4		
头孢菌素样品	1	2346.8	2298.1	2.2
	2	2302.8		
	3	2244.7		

ASE[®]在聚合物领域的应用

作为快速有效的萃取技术，ASE[®]被广泛地用于聚合物中添加剂的提取。

1. 提取聚合材料中的卤素阻燃剂^[16]

多溴联苯（PBB）和多溴联苯醚（PBDE），早在20世纪70年代被开发，是为起阻燃作用在生产电子设备时添加到聚合物中的，随着电子产品和日用品的废弃进入我们的环境，已经有明确证据表明会危及内分泌和肝功能，欧盟发出禁止生产和限制使用的禁令RoHS指令《关于限制在电子和电器设备生产过程中添加使用某些危险的物质的规定》，该指令已于2006年7月1日在整个欧共体市场强制执行，ASE[®]可以从聚合物中快速萃取多种溴化阻燃剂（BFRs）并有非常好的回收率，已被证明是所有需要达到欧盟标准的生产厂家的首选。

聚合物样品

样品准备：聚合物小球用冷冻研磨机研成粉末，在11ml萃取池中加入赛璐珞套管，将约0.5克聚合物粉末称重后加入到萃取池中的套管中

ASE[®]条件：

溶剂：异丙醇（100%）

温度：80℃

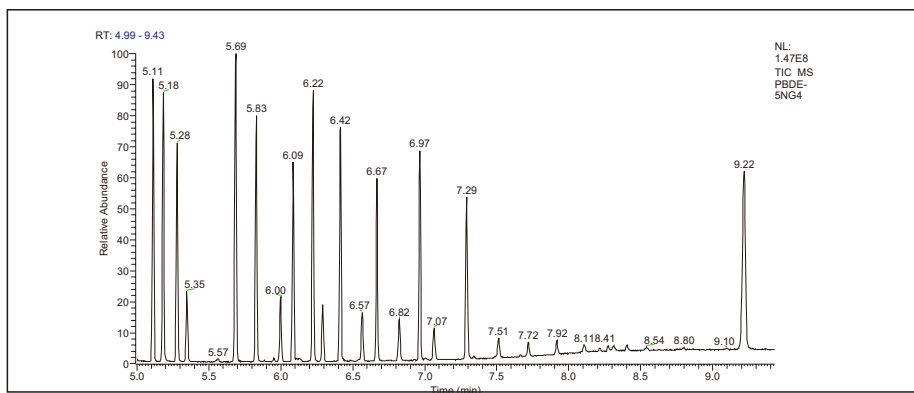
压力：2000 psi

时间：10分钟静态萃取2次，70%体积淋洗，150 psi 氮气吹扫120秒

萃取液用GC/MS/MS分析。

聚合物中溴化阻燃剂回收率ASE[®]与索氏提取方法的对比

样品基质	成分	加速溶剂萃取回收率(% of Soxhlet)
Acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS)	多溴联苯醚	81.3
丁二烯-苯乙烯 (SB)	多溴联苯醚	76.3
丁二烯-苯乙烯 (SB)	多溴联苯	76.2



ISQ-GC-MS分析常见的几种溴化阻燃剂

环氧树脂样品

样品准备：环氧树脂样品用冷冻研磨机研磨至粉末，在11 ml萃取池中加入赛璐珞套管，将0.10克样品称重后加入到萃取池中的套管中

ASE®条件:

溶剂: 甲苯 (100%)

温度: 120℃

时间: 5分钟静态萃取2次, 100%淋洗, 150 psi氮气吹扫60秒

萃取液用 GC/MS分析。

从环氧树脂中萃取溴化阻燃剂 ASE®与索氏提取结果对比

	BDE 100	BDE 99	BDE 85
	Soxhlet		
Avg. (Wt%)	0.21	0.87	0.04
RSD (%)	7.58	4.74	7.75
	ASE®		
Avg. (Wt%)	0.20	0.94	0.05
RSD (%)	2.76	6.73	3.04
% Soxhlet	95.2	108	125

2. ASE技术提取聚合物材料中的添加剂

样品制备:

将聚合物样品研磨, 大小为10目。称取约1g研磨过的样品, 与沙子充分混合填满套管。定量转移装有聚合物/沙子混合物的套管, 放进萃取池中, 在池子末端的进口处用盖子盖严, 放在上面的传送盘上, 并在下面的传送盘上放置合适数量的采集瓶。

萃取条件:

系统压力: 10.34 MPa (1500 psi)

温度: 140℃

加热时间: 6 min

静态时间: 3 min

溶剂: 环己烷

冲洗体积: 100% (萃取池体积)

吹扫时间: 60秒

静态循环次数: 3次 (使浓度梯度达到最大限度)

总体积: 30 mL

总萃取时间: 20 min

HPLC分析条件:

柱: Nova-Pak C18, 3.9 × 150 mm

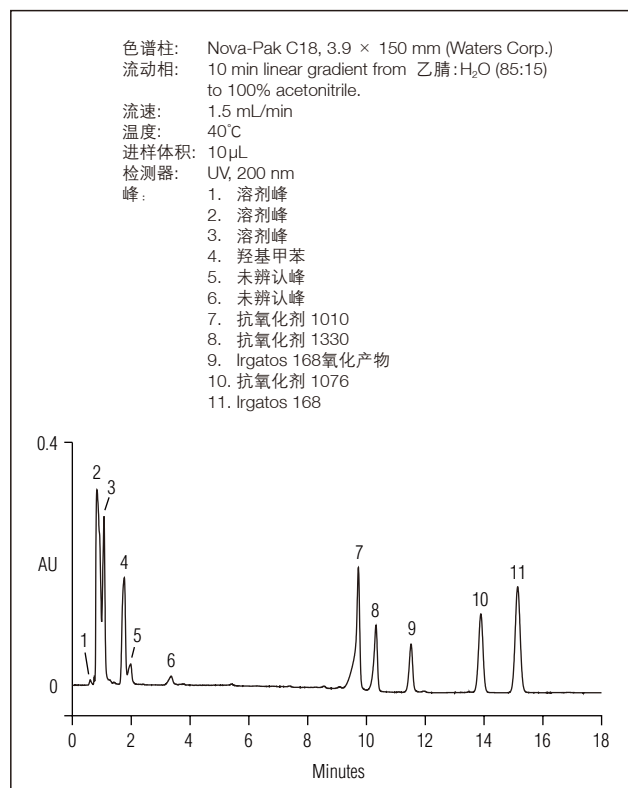
流动相: 乙腈/水 (85: 15) ~ 乙腈 (100%),
10 min (线性梯度) 保持8min或直到
其它添加剂组分洗脱完全

流速: 1.5 mL/min

温度: 40℃

进样体积: 10 µL

检测器: UV, 200 nm



3. ASE技术提取聚氯乙烯聚合物中的增塑剂

聚氯乙烯（PVC）作为一种通用的材料，广泛应用于水管、玩具、卷帘等许多产品中。PVC一般由树脂、稳定剂、色素、增塑剂组成。增塑剂在生产过程中可软化聚合物，并形成具有不同形状和性能的材料。增塑剂的用量一般占聚氯乙烯的30-35%，萃取并测定PVC中增塑剂的含量是评价聚合物用途的关键步骤。

样品制备

采用SPEX CertiPrep 6750 液氮冷却型研磨机将聚合物研磨成10目大小的颗粒。在纤维萃取套管中准确称取约0.5~1.0g研磨过的PVC样品，再将套管放入萃取池中。在萃取池的出口盖上池盖后并用手拧紧。称取各收集瓶空瓶重量，萃取完成后，N₂吹扫将溶剂蒸干，重新称取各收集瓶重量以测定萃取的回收率。分别将萃取池和收集瓶对号放置在ASE200的上盘和下盘中。

萃取条件

在ASE 200输入以下萃取参数后开始萃取。

温度：100℃

系统压力：10MPa（1500psi）

溶剂：石油醚

加热时间：5 min

静态时间：1 min

冲洗体积：100%（萃取池体积）

静态循环次数：3次

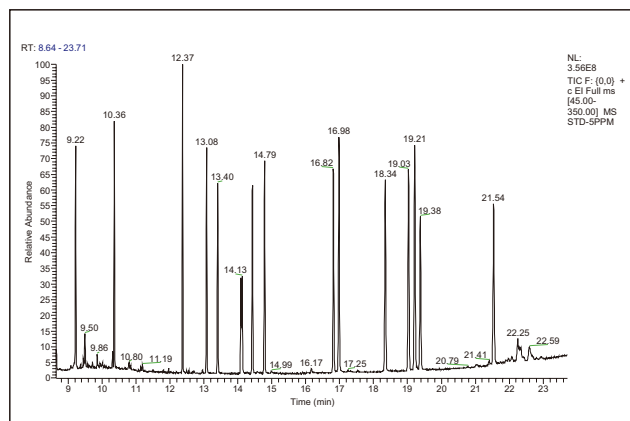
吹扫时间：120秒

总萃取时间：12 min

溶剂总量：20 mL

萃取完成后，将萃取液转入旋转蒸发仪中，在50℃真空蒸发至恒重，萃取物用10 mL二氯甲烷重溶解后以待色谱分析。

各种增塑剂依上述方法从PVC中萃取出来后，用气相色谱法进行鉴定。



ISQ-GC-MS分析塑料中的16种增塑剂

附录

附录1 参考文献

- 1、J.L. Ezzell, B. E. Richter, E. Francis. Selective Extraction of Polychlorinated Biphenyls from Fish Tissue Using Accelerated Solvent Extraction. American Environmental Laboratory. 1996. 12:12-13. (赛默飞国际论文目录: 30)
- 2、E. Bjorklund, A. Muller, C. von Holst. Comparison of Fat Retainers in Accelerated Solvent Extraction for the Selective Extraction of PCBs from Fat-Containing Samples. Anal Chem. 2001. 73: 4050-4053. (赛默飞国际论文目录: 175)
- 3、S. Sporning, E. Bjorklund. Selective Pressurized Liquid Extraction of Polychlorinated Biphenyls from Fat-Containing Food and Feed Samples Influence of Cell Dimensions, Solvent Type, Temperature and Flush Volume. Journal of Chromatography A. 2004. 1040: 155-161. (赛默飞国际论文目录: 333)
- 4、赛默飞技术注解 T210
- 5、R. Draisci, C. Marchiafava, L. Palleschi, P. Cammarata, S. Cavalli. Accelerated Solvent Extraction and Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry Quantitation of Corticosteroid Residues in Bovine Liver. Journal of Chromatography B. 2001. 753:217-223. (赛默飞国际论文目录: 167)
- 6、赛默飞应用注解 AN 353
- 7、Extraction and Clean Up of Acrylamide in Complex Matrices Using ASE Followed by Liquid Chromatography, Tandem Mass Spec (LC,MS/MS).(赛默飞应用技术注解AN358)
- 8、粮谷中405种农药多残留测定方法 国家标准GB/T19649-2005
- 9、赛默飞应用注解 AN 350
- 10、赛默飞应用注解 AN 323
- 11、赛默飞应用注解 AN 316
- 12、赛默飞应用注解 AN 313
- 13、赛默飞应用注解 AN 3318
- 14、赛默飞应用注解 AN 324
- 15、赛默飞应用注解 AN 338
- 16、Riess, M., Ernst, T., Biermann, G., van Eldik, R. “Extraction of Flame Retarded Thermoplastic Polymers by ASE” . GIT Labor. 1998. 1008-1009

附录2 快速溶剂萃取ASE®技术应用文献目录

技术注解 (TN)

- TN206 加速溶剂萃取 (ASE®) 过程中热降问题的研究
- TN207 对使用ASE®200是否产生交叉污染问题的研究
- TN208 加速溶剂萃取 (ASE®) 方法的优化
- TN210 加速溶剂萃取 (ASE®) 在线除去干扰物的技术

应用注解 (AN)

环境样品

- AN313 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取环境样品的多环芳烃 (PAHs)
- AN316 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取环境样品中的多氯联苯 (PCBs)
- AN317 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取碱性、中性和酸性物质 (BNA)
- AN318 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取含氯杀虫剂
- AN319 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取有机磷农药
- AN320 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取有机氯农药
- AN322 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术选择性提取鱼肉中的多氯联苯 (PCBs)
- AN323 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取环境样品中的多氯二苯并对二噁英和多氯二苯并呋喃
- AN324 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取土壤中的烃类污染物 (BTEX, Diesel 和TPH)
- AN328 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取土壤中的炸药
- AN338 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取土壤中石油总烃污染物 (柴油和废油)
- AN339 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术测定沉积物中的有机化合物
- AN341 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术从大体积样品中提取碱、中性物质和酸 (BNA)
- AN342 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术对大体积的鱼肉样品进行PCBs的测定
- AN351 用加速溶剂萃取 (ASE®) 快速确定固体生物样品和废弃物中的多溴联苯醚 (PBDEs)
- AN352 用加速溶剂萃取 (ASE®) 快速确定持久性污染物 (POPs)
- AN355 用加速溶剂萃取 (ASE®) 快速提取和确定鱼肉组织和植物中的砷化物
- AN_C_ASE-10 加速溶剂萃取-气质联用法测定PM2.5中的多环芳烃

农产品及食品样品

- AN321 用加速溶剂萃取 (ASE®) 测定各种食品中游离脂肪
- AN325 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取含油种子中的油
- AN326 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术对动物饲料进行提取
- AN329 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术测定婴儿奶粉中的总脂肪
- AN332 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取食物中农药和除草剂的残留
- AN334 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术测定快速测定肉中的脂肪
- AN337 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术一次提取鱼肉组织中的油脂和PCBs
- AN340 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术测定干的奶制品中的脂肪
- AN343 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术测定大体积食品样品中的杀虫剂
- AN344 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取巧克力中的脂肪
- AN345 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取乳制品 (奶酪、黄油和鲜奶) 中的脂肪
- AN349 用加速溶剂萃取 (ASE®) 快速确定动物饲料中的有机氯农药
- AN350 用加速溶剂萃取 (ASE®) 从小麦和谷物中提取玉米烯酮
- AN353 用加速溶剂萃取 (ASE®) 快速确定动物组织以及含有动物产品的婴儿食品中的磺胺类药物残留
- AN356 用加速溶剂萃取 (ASE®) 提取、离子色谱检测蔬菜样品中的高氯酸盐

AN358 用加速溶剂萃取 (ASE®) 提取并在线净化分析复杂样品基质中的丙烯酰胺

AN409 用加速溶剂萃取 (ASE®) 与带有紫外或质谱检测器的离子色谱快速提取和确定食品样品中的丙烯酰胺

医药卫生样品

AN327 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取膏药中的硝酸甘油

AN335 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取天然产物中的活性成分

AN346 加速溶剂萃取 (ASE®) 与Gilson ASPEC联机全自动进行St.John植物中番泻苷的提取和净化

AN348 用加速溶剂萃取 (ASE®) 提取兽药中的驱虫药 (伊维菌素)

AN354 用加速溶剂萃取 (ASE®) 提取用于输送药物的精密装置的聚合物

AN_C_ASE-1 采用加速溶剂萃取 (ASE) 技术提取黄芪的黄芪甲苷

AN_C_ASE-2 加速溶剂萃取-顺序萃取法萃取中药娑罗子中的七叶皂苷

AN_C_ASE-3 加速溶剂萃取-顺序萃取法萃取陈皮中的橙皮苷

AN_C_ASE-5 在线净化-快速溶剂萃取法 (In-Cell cleanup - ASE) 分析检测黄连上清丸中的小檗碱

AN_C_ASE-7 加速溶剂萃取-固相萃取-气质联用法 (ASE-SPE-GC-MS) 分析中药中的农药多残留

AN_C_ASE-8 ASE-GC-ECD法分析中药中17种有机氯农药残留

聚合物及工业样品

AN330 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术测定粒状和液体清洁剂中的有机成分

AN331 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取聚合材料中的添加剂

AN333 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取聚氨基甲酸酯泡沫吸附盒上的PCBs

AN336 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术提取聚乙烯基氯聚合物中的增塑剂

AN347 用加速溶剂萃取 (ASE®) 技术对XAD树脂进行净化和洗提

以上赛默飞应用注解可根据AN号码向赛默飞各办事机构索取。

附录3 环境样品分析中常见分析物的化学式、分子式

名称	化学式
偏硅酸	H ₂ SiO ₃
硝酸根	NO ₃ ⁻
亚硝酸根	NO ₂ ⁻
铵根离子	NH ₄ ⁺
硫酸根	SO ₄ ²⁻
碳酸根	CO ₃ ²⁻
重碳酸根	HCO ₃ ⁻
氯离子	Cl ⁻
氟离子	F ⁻
碘离子	I ⁻
钠离子	Na ⁺
钾离子	K ⁺
钙离子	Ca ²⁺
镁	Mg
铁	Fe
锰	Mn
铅	Pb
锌	Zn
铜	Cu
六价铬	Cr ⁶⁺
汞	Hg
硒	Se
铝	Al

名称	化学式
三氯甲烷	CHCl ₃
四氯化碳	CCl ₄
1,1,1-三氯乙烷	CCl ₃ CH ₃
三氯乙烯	CHCl=CCl ₂
四氯乙烯	$\begin{array}{c} \text{Cl} \quad \text{Cl} \\ \quad \\ \text{C}=\text{C} \\ \quad \\ \text{Cl} \quad \text{Cl} \end{array}$
二氯甲烷	CH ₂ Cl ₂
1,2-二氯乙烷	CH ₂ ClCH ₂ Cl
1,1,2-三氯乙烷	CHCl ₂ CH ₂ Cl
1,2-二氯丙烷	$\begin{array}{c} \text{Cl} \quad \text{Cl} \\ \quad \\ \text{H}_3\text{C}-\text{C}-\text{CH}_2 \\ \\ \text{H} \end{array}$
溴二氯甲烷	CHCl ₂ Br
一氯二溴甲烷	CHBr ₂ Cl
溴仿	CHBr ₃
氯乙烯	$\begin{array}{c} \text{H}_2\text{C}-\text{C}-\text{Cl} \\ \\ \text{H} \end{array}$
1,1二氯乙烯	CCl ₂ =CH ₂
1,2-二氯乙烯	CHCl=CHCl



更安全

ThermoFisher
SCIENTIFIC

更清洁

更健康

赛默飞致力于帮助您使世界变得

关于赛默飞世尔科技

赛默飞世尔科技（纽约证交所代码：TMO）是科学服务领域的世界领导者。公司年销售额170亿美元，在50个国家拥有员工约50,000人。我们的使命是帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。我们的产品和服务帮助客户加速生命科学领域的研究、解决在分析领域所遇到的复杂问题与挑战，促进医疗诊断发展、提高实验室生产力。借助于Thermo Scientific、Life Technologies、Fisher Scientific和 Unity™ Lab Services四个首要品牌，我们将创新技术、便捷采购方案和实验室运营管理的整体解决方案相结合，为客户、股东和员工创造价值。

欲了解更多信息，请浏览公司网站：www.thermofisher.com

赛默飞世尔科技中国

赛默飞世尔科技进入中国已超过30年，在中国的总部设于上海，并在北京、广州、香港、台湾、成都、沈阳、西安、南京、武汉等地设立了分公司，员工人数超过3800名。为了满足中国市场的需求，现有8家工厂分别在上海、北京和苏州运营。我们在全中国共设立了7个应用开发中心，将世界级的前沿技术和产品带给国内客户，并提供应用开发与培训等多项服务；位于上海的中国创新中心结合国内市场需求和国外先进技术，研发适合中国的技术和产品；我们拥有遍布全国的维修服务网点和特别成立的中国技术培训团队，在全国有超过2000 名工程师提供售后服务。我们致力于帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。

欲了解更多信息，请登录 www.thermofisher.cn

赛默飞世尔科技(中国)有限公司

免费服务热线：800 810 5118
400 650 5118 (支持手机用户)

ThermoFisher
SCIENTIFIC