

# 环境分析的样品前处理解决方案

# 经验和专业知识

安捷伦作为色谱领域的领导者拥有 40 多年的经验,并且采取多种措施以确保每次样品前处理结果均精确、可靠。



#### 多环芳烃的 Bond Elut Plexa 萃取方法

利用自动化 SPE 萃取和快速 HPLC-FLD/UV 分析对饮用水中的 24 种 PAH 进行 检测(出版号 5990-7686EN)

- 1.800 mL 水样 + 5% 异丙醇 + 内标 (苯并[a]芘-d<sup>12</sup>) 2. 用 4 mL 乙酸乙酯 + 4 mL 二氯甲烷 + 4 mL 甲醇 + 4 mL 水活化小柱
- 3. 上样 4. 干燥 30 min
- 5. 用 4 mL 乙酸乙酯和 4 mL 二氯甲烷洗脱
- 6. 用乙酸乙酯:二氯甲烷 (1:1) 加至 10 mL
- 7. 蒸发掉 4 mL
- 8. 加入 0.5 mL 乙腈

#### 苯酚的 Bond ElutPlexa 萃取方法

#### 利用 Bond ElutPlexa 高效萃取饮用水中的苯酚 (出版号 SI-1549)

- 1. 用 10 mL 乙酸乙酯/10 mL 甲醇/10 mL 水活化小柱
- 2. 样品流速为 10-20 mL/min 3. 用 10 mL 水冲洗
- 4. 在氮气保护或真空装置中干燥 30 min 或更长时间 5. 用 5 mL 乙酸乙酯洗脱
- 6. 用少量无水硫酸钠晶体干燥
- 7. 在氮气保护下将 4 mL 洗脱液浓缩至 0.8 mL 8. 加入 100 µL N,O-双(三甲基硅烷基)三氟乙酰胺, 静置一小时
- 9. 加入 20 µL 内标溶液 10. 用乙酸乙酯加至 1 mL
- 卤乙酸的 Bond Elut SAX 萃取方法

使用安捷伦 J&W DB-35ms 超高惰性色谱柱和 DB-XLB 色谱柱通过 GC/µECD 进行水中卤乙酸的测定(出版号 5990-8765EN)

- Bond Elut SAX SPE 方法
- 1. 向 50 mL 水样中加入 0.5 mL 氯化铵水溶液 2. 用硫酸调节样品的 pH 至 5 ± 0.5(必要时)
- 3. 加入替代标准品以及 QC 加标溶液(必要时) 4. 组装玻璃片歧管, 并连接 SPE 柱
- 5. 用 10 mL 甲醇,然后再用 10 mL 试剂水活化 Bond Elut SAX SPE 柱 6. 在真空下以 2 mL/min 的抽取速度向小柱中加入 50 mL 水样
- 7. 以 2 mL/min 的抽取速度向小柱中添加 10 mL 甲醇
- 8. 拆开真空装置并装入 15 mL 螺纹盖离心管 9. 向小柱中加入 3 mL 10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/甲醇溶液,洗脱速度为 1.5 mL/min

- 1. 向洗脱液中加入带内标的 2 mL 甲基叔丁基醚溶液,紧盖瓶盖并涡旋振荡 5 秒
- 2. 将加盖的离心管置于加热器中, 50°C 恒温 2 小时 3. 取下离心管,冷却
- 4. 加入 7 mL 150 g/L 的硫酸钠水溶液, 并涡旋振荡 30 秒
- 5. 分离相(约 5 min) 6. 用长巴氏吸管吸取下层的水层,弃去
- 7. 加入 1 mL 饱和碳酸氢钠水溶液,涡旋振荡数秒 8. 将乙醚层转移到气相色谱样品瓶中并进行分析

使用安捷伦 Bond ElutQuEChERS AOAC 试剂盒和 HPLC-FLD 分析土壤中的 PAH(出版号 5990-5452EN)

#### QuEChERS AOAC 样品前处理步骤

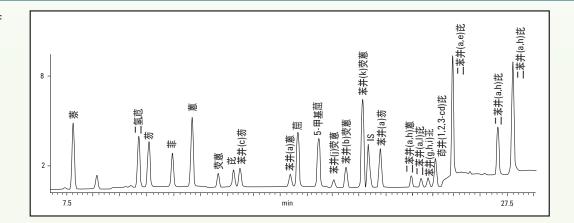
- 1. 称取 5 g 土壤匀浆样品,放入 50 mL 离心管中
- 2. 向样品中加入 2000 µL 加标溶液并用力振摇 1 min
- 3. 加入 5 mL 水, 用力振摇 1 min 4. 加入 10 mL 乙腈
- 5. 加入 Bond Elut QuEChERS AOAC 盐包,振摇 1 min,然后以 4000 rpm 离心
- 6. 移取 5 mL 等分萃取液加入 Bond Elut QuEChERS 15 mL 分散 SPE 管中,振
- 摇 1 min, 以 4000 rpm 离心 5 min
- 7. 用 0.45 μm PVDF 注射式过滤器过滤 8. 移取 1 mL 萃取液加入自动进样器样品瓶中
- 9. 采用 HPLC/FLD 进行分析

使用安捷伦仪器、

色谱柱和备件,

让您的实验室时刻

运行在巅峰状态



#### 图 1. 采用安捷伦 Pursuit 3 PAH 色谱柱,进样 5 µL 20 ppt PAH 标准溶液进行 HPLC/FLD 分析获得的色谱图

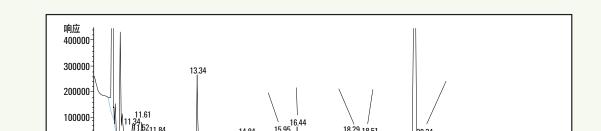
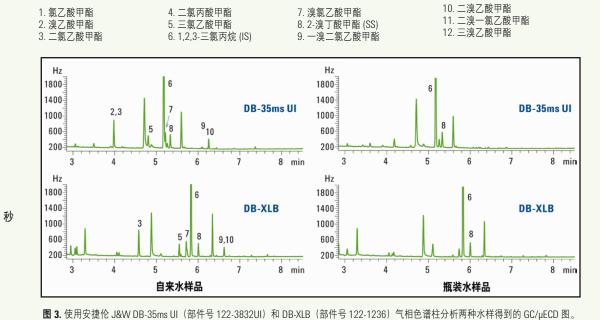


图 2. 采用安捷伦 Bond ElutPlexa 分析饮用水中提取的苯酚的气相色谱图 (苯酚浓度为 0.1 ppm)

#### 甲基化 HAA 加标样品质量控制



色谱条件列于出版号 5990-8765EN 的文档表 1 中

#### PAH 的 Bond Elut QuEChERS 方法 加标土壤提取物

Agilent J&W 超高惰性气相

Agilent J&W 超高惰性气相色谱柱提高了一致的色谱柱

惰性和超低柱流失的行业标准,对于难分析化合物可得到

更低的检测限和更准确的数据。此外, Agilent J&W 超

高惰性气相色谱柱使用业内要求最为苛刻的超高惰性测

试混标进行单独测试, 并且每根色谱柱均随附一张性

能汇总表。如需了解更多信息,请访问

www.agilent.com/chem/ultrainert

色谱柱

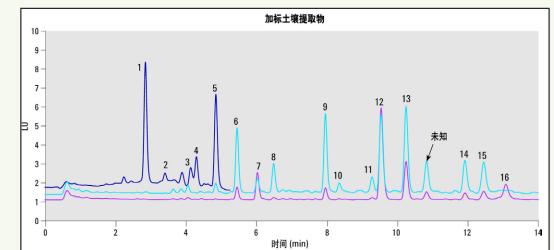


图 3. 加标土壤样品的HPLC/FLD 叠加色谱图包含: 1. 萘、2. 苊\*、3. 苊、4. 芴、5. 菲、6. 蒽、7. 荧蒽、8. 芘、9. 1,2苯并蒽、10. 䓛、 11. 苯并[e]芘、12. 苯并[e]苊、13. 苯并[k]荧蒽、14. 二苯并[a,h]蒽、15. 苯并[g,h,i]芘、16. 茚并[1,2,3-cd]芘。此样品加标水平为 1 级 (参见出版号为 5990-5452EN 的文档表 3)。 色谱图的蓝色部分采用下列激发/发射波长: 260 nm/352 nm;红色部分: 260 nm/420 nm; 浅蓝色部分: 260 nm/440 nm。然而,由于苊烯缺少荧光基团,因而在 230 nm 处进行紫外检测。色谱条件列于出版号为 5990-5452EN

#### Bond Elut SPE

经过 30 多年的发展, Bond Elut 已经成为固相萃取 (SPE) 中最值得信赖的品牌。

安捷伦 Bond Elut SPE 产品选择性地去除复杂基质中的干扰物,为当今的市场提供最多 的吸附剂类型选择。可提供30多种类型的40多种固定相。

#### Bond Elut 聚合物 SPE

- Bond Elut Plexa 家族是新一代聚合物 SPE 产品,该产品设计简单、能提高分析性
- Bond Elut Plexa 是一种非极性二乙烯基苯基质的中性聚合物吸附剂
- Bond Elut Plexa PCX 是一种带有混合模式吸附剂特征的阳离子交换剂
- Bond Elut Plexa PAX 是一种带有混合模式吸附剂特征的阴离子交换剂

#### 采用 Bond Elut Plexa 家族产品执行可靠 SPE 应用的通用方法

	酸性物质	中性	物质	碱性物质	
分析物	LogP > 1.0 pKa < 5	LogP > 1.5 pKa 3-5 pKa 6-10		LogP > 0.8 pKa 6-10	
	Plexa PAX	Plexa 酸性物质上样方法	Plexa 碱性物质上样方法	Plexa PCX	
样品预处理	2% NH₄OH	1% HCO₂H	2% NH₄OH	2% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	
吸附剂活化	100% 甲醇	100%	<b>┃</b> 6甲醇 <b>┃</b>	100% 甲醇	
平衡	100% H <sub>2</sub> 0	100% H <sub>2</sub> 0		100% H <sub>2</sub> 0	
上样		使用预外			
淋洗	100% H <sub>2</sub> 0	5% 甲醇水溶液		2% HCO <sub>2</sub> H 水溶液	
洗脱 1/淋洗 2	100% 甲醇,中性	100% 甲醇,中性		1:1 甲醇/乙腈 酸性,中性	
洗脱 2	5% HCO <sub>2</sub> H 的 甲醇溶液, <b>酸性</b>			5% NH <sub>3</sub> 的 1:1 甲醇/ 乙腈溶液,碱性	
	1	<b>*</b>		<b>+</b>	
分析		制备萃取样。	品用于仪器分析		

# Chem Elut SLE

Chem Elut 是高纯度、吸附剂支持的液相萃取 (SLE) 小柱, 有带缓冲装置和不带缓冲装置的不同型式。

- · Chem Elut 简化了所有类型样品的方法,并可消除相 分离和乳化问题
- 比手动液液萃取方法更易实现自动化, 并能减少有机 溶剂(通常为含氯溶剂)的使用量
- 碱处理柱可以从不同基质中去除酸性残留物

# 向干燥的小柱中添加水样。

水溶液样品的萃取步骤

Chem Elut 柱填充了经过特别净化、 大小各异的硅藻土。

# 第2步 等待 3-5 min。

水样吸附并分散到固体载体的薄膜上

Bond Elut QuEChERS

的 QuEChERS 样品前处理方法的优势。

安捷伦推荐使用标准 Bond Elut QuEChERS 操作方法

仅需 3 个简单步骤,您就可以将样品准备好,用于多种类和多残留化合物分析。

15 g 样品

含脂肪/蜡类/脂质的

水果或蔬菜

2 mL 和 15 mL 试剂盒

高色素水果或蔬菜

2 mL 和 15 mL 试剂盒

粉碎的样品: 10 g 或 15 g

选择萃取试剂盒

样品量: 1 mL, 6 mL 或 8 mL<sup>4</sup>

选择分散 SPE 试剂盒

\* 样品量由方法规定,而试剂盒根据这些要求的量进行配置。对于带酸性基团苯氧醇酸类的农药或其它化合物,直接以

LC/MS/MS 进行分析(可跳过分散 SPE 步骤)。这些酸性基团与 PSA 作用(分散 SPE 步骤的一部分)

A0AC 2007.1 方法

增加了产物回收率

原始方法

10 g 样品

常规水果或蔬菜

2 mL 和 15 mL 试剂盒

含色素的水果或蔬菜

2 mL 和 15 mL 试剂盒

AOAC 方法

安捷伦 Bond Elut QuEChERS 试剂盒三步实现样品前处理。 预装的试剂盒充分发挥了省时

• QuEChERS 试剂盒经预测试,并采用无水盐包包装,确保您在农药分析过程中实现高回

陶瓷均质子套装将振荡时间缩短到数秒,大大节省了样品前处理时间,样品萃取均一,

添加乙腈

带缓冲盐

含脂肪/蜡类/脂质的

含有脂肪和色素的

水果或蔬菜

振荡并离心

EN 15662 方法

测量 pH 并调整到 5-5.5

选择标准

• QuEChERS 方法

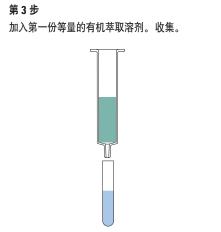
• 用于筛选的化合物

• 需要分析的食品类型

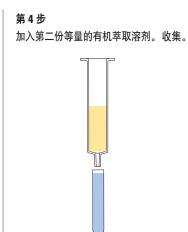
如果含有对碱敏感的农药

则使用带缓冲盐的试剂盒。

• 通用分散试剂盒对土壤和其它非食品基质都可实现出色的回收率和重现性



溶剂通过小柱后,分析物便从水层萃取出来, 回收率与液液萃取相当。重力流动过程避免形高萃取效率和回收率。收集到的洗脱液能够 成乳浊液。典型的可选溶剂有异丙醇、乙酸乙直接分析或干燥和复溶。 酯、甲基叔丁基醚 (MTBE)、乙酸丁酯和甲基 乙基酮 (MEK)。



采用两次等量洗脱液洗脱(而非一次)能提

安捷伦液相柱和液质联用柱

有了安捷伦 ZORBAX 和 Poroshell 120 液相色谱柱, 您 可以在较宽范围的应用和条件下获得可重现的结果。这些 精心设计的色谱柱可提供出色的分析性能,并能提高您的 分析效率。 获得快速液相色谱的选择: 超高压快速高通量 (RRHT) 色谱柱、Eclipse Plus 色谱柱和 Poroshell 120 色 谱柱,可在高达 600 bar 的压力下保持稳定,超快分离的高 玉快速高分离度 (RRHD) 色谱柱,可在高达 1200 bar 的压 力下保持稳定。 如需了解更多信息,请访问

www.agilent.com/chem/lccolumns



#### 安捷伦气相色谱、气质联用、 液相色谱和液质联用仪器

安捷伦气质联用仪器的灵敏度、可靠性更高,正常工作时间更 长,并且仅需执行较少的维护。更胜一筹的安捷伦气质联用系列 产品包括 GC/MSD、离子阱气质联用、三重四极杆气质联用系 统和 Q-TOF 气质联用系统。无限卓越的安捷伦液相色谱和液质 联用产品组合包括 1200 Infinity 系列和 6000 系列。探索更多 解决 GPC/SEC 分离挑战的可能性 – 从纳流到高通量, 从氨基酸 到 GPC/SEC 分析。如需了解更多信息,请访问 www.agilent.com/chem/cn



#### 确保最佳性能和分析效率

安捷伦为气相色谱、液相色谱、质谱以及原子和分子光谱 提供各种备件。安捷伦 CrossLab 是一系列气相色谱备 件,可兼容所有主要品牌分析仪器。质谱分析的样品瓶套 装、超高惰性进样口衬管和其它新型备件,可最大程度提 高实验室仪器的分析效率和性能。 如需了解更多信息,请 访问 www.agilent.com/chem/supplies

## Bond Elut SPE, Bond Elut QuEChERS 和 Chem Elut 部件号

单位 部件号

100/包 12109301

50/包 12109303

100/包 12109601 50/包 12109603

50/包 12109610

30/包 12109206

30/包 12259506

50/包 12169610B

20/包 327832

50/包 167822G

单位 部件号

50/包

Bond Elut Plexa Prospekt 柱, 1 mm 96/包 12221305

Bond Elut Plexa PCX (聚合物 SPE)



## Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒

			部件号	部件号 <i>(仅限试剂包)</i>	
方法	带缓冲盐	组成	带试管	50/包	200/包
AOAC 2007.01	是	6 g MgSO <sub>4</sub> ,1.5 g 醋酸钠	5982-5755	5982-6755	5982-7755
原始方法 (10 g 样品)	否	4 g MgSO <sub>4</sub> , 1 g NaCl	5982-5550	5982-6550	5982-7550
原始方法 (15 g 样品)	否	6 g MgSO <sub>4</sub> , 1.5 g NaCl	5982-5555	5982-6555	5982-7555
EN 15662	是	4 g MgSO <sub>4</sub> ,1 g NaCl,1 g 柠檬酸钠,0.5 g 柠檬酸二钠 盐 1.5 水合物	5982-5650	5982-6650	5982-7650
	_		E000 E0E0		

Katerina Mastovaka 和 Steven J. Lehotay 已将 QuEChERS 的应用范围扩展到了水果和蔬菜之外<sup>2</sup>,用其提取了薯 : "Rapid Sample Preparation Method for LC/MS/MS or GC/MS Analysis of Acrylamides in Various FoodMatrices" J. Agric. Food Chem. 2006, 54, 7001-7008.

Bond Elut QuEchERS 陶瓷均质子				
说明	单位	部件号		
适用于 50 mL 萃取管的陶瓷均质子	100/包	5982-9313		
适用于 15 mL 萃取管的陶瓷均质子	100/包	5982-9312		
适用于 2 mL 萃取管的陶瓷均质子	200/包	5982-9311		

5982-5122CH

5982-5222CH

5982-5258CH

50 mg GCB

50 mg C18E0

5982-5421CH 400 mg PSA 400 mg GCB

1200 mg MgS0 400 mg C18EC

5982-5456

5982-5456CH

25 mg C18

5982-4921CH

150 mg C18

5982-4956CH

50 mg C18 7.5 mg GCB

5982-0028CH 400 mg PSA

400 mg C18 45 mg GCB

1200 MaS0 5982-0029

单位 部件号

30/包 12272005

30/包 12272004

5982-0029CH

150 mg MgSO<sub>2</sub>

AOAC 2007.01 方法 欧盟方法 EN 15662

25 mg PSA

25 mg C18EC 150 mg MgSO<sub>4</sub>

5982-5121CH

25 mg PSA

2.5 mg GCB

150 mg MgSO<sub>4</sub>

5982-5221CH

#### Bond Elut QuEChERS 分散试剂盒

**脂肪/蜡类/脂质的水果** 2 mL

素;不能用于平面结构

素和叶绿素,不能用于平

其他食品方法:去除生物 2 mL

包括极性有机酸、脂类、

糖类、蛋白质、类胡萝卜

EnvirElut(硅胶基 SPE)

1 g, 6 mL (PAH)

Chem Elut

ng, 1 mL	100/包	12108301	
ng, 1 mL	100/包	12108601	<b>试剂盒</b>
ng, 3 mL	50/包	12108303	含脂肪/蜡类/脂质的水果
ng, 3 mL	50/包	12108603	或蔬菜:
mg, 6 mL	30/包	12108206	去除极性有机酸、某些糖
mg, 6 mL	30/包	12258506	类、多数脂类和固醇类
类型			
d Elut Plexa PCX Prospekt 柱, n	96/包	12221306	
IFI (DI DAY / EV A L	h ops\		
nd ElutPlexa PAX(聚合物 SPE)			<b>含色素水果或蔬菜</b> :去除

Bond ElutPlexa PAX	(聚合物 SPE)	
说明	单位	部件号
直管型柱		
30 mg, 1 mL	100/包	1210730
60 mg, 1 mL	100/包	1210760
30 mg, 3 mL	50/包	1210730
60 mg, 3 mL	50/包	1210760
200 mg, 6 mL	30/包	1210720
500 mg, 6 mL	30/包	1225750

Bond Elut Plexa(聚合物 SPE)

30 mg, 1 mL

30 mg, 3 mL 60 mg, 1 mL

60 mg, 3 mL 200 mg, 3 mL

200 mg, 6 mL

500 mg, 6 mL

Bond Elut Jr

Mega Bond Elut Plexa

500 mg, 12 mL

200 mg

其它型号

Bond Elut ENV(聚合物 S	PE)	
说明	单位	部件号
直管型柱		
50 mg, 1 mL	100/包	12105012
100 mg, 1 mL	100/包	12105013
100 mg, 3 mL	50/包	12105014
200 mg, 3 mL	50/包	12105015
200 mg, 6 mL	30/包	12255014
500 mg, 3 mL	50/包	12105016
500 mg, 6 mL	30/包	12255011
1g, 6mL	30/包	12255012

Bond Elut PPL(聚合物 SPE)	
说明 单位 部	8件号
直管型柱	
50 mg, 1 mL 100/包 1	2105002
100 mg, 1 mL 100/包 1	2105003
100 mg, 3 mL 50/包 1	2105004
200 mg, 3 mL 50/包 1	2105005
500 mg, 3 mL 50/包 1	2105006
500 mg, 6 mL 30/包 1	2255001
1 g, 3 mL 50/包 1	2102148
1 g, 6 mL 30/包 1	2255002

<b>Bond Elut SA</b>	X(硅胶基	SPE)	
说明	单位	粒径为 40 μm 的部件号	粒径为 120 μm 的部件号
LRC 柱			
100 mg, 10 mL	50/包	12113017	14113017
500 mg, 10 mL	50/包	12113043	14113043
直管型柱			
50 mg, 1 mL	100/包	12102079	14102079
100 mg, 1 mL	100/包	12102017	14102017
100 mg, 3 mL	50/包	12102125	
500 mg, 3 mL	50/包	12102044	14102044
500 mg, 6 mL	30/包	12102144	
1 g, 3 mL	50/包	12102087	
1 g, 6 mL	30/包	12256013	14256013
2 g, 6 mL	30/包	12256051	
2 g, 12 mL	20/包	12256021	14256021
5 g, 20 mL	20/包	12256029	14256029
10 g, 60 mL	16/包	12256037	14256037

100/包 12162044B

100/包 12166013B

Prospekt 柱, 800 96/包 12281022

т.0	U	1007	12100
9.0	3	100/包	12198
无缓冲盐	0.3	100/包	12198
	1	100/包	12198
	3	100/包	12198
	5	100/包	12198
	10	100/包	12198
	20	100/包	12198
	50	50/包	12198
	100	25/包	12198
	300	15/包	12198

部件号后标有 "CH"表明萃取管配有陶瓷均质子。



### 欲了解有关安捷伦样品前处理解决方案的更多信息 请访问 www.agilent.com/chem/sampleprep

散装 Hydromatrix, 1 kg

散装 Hydromatrix, 4 kg

QR 码阅读器应用程序 并扫描此编码。 此内容不适用于

Bond Elut Jr

500 mg



欲了解有关安捷伦环境解决方案、应用 网络讨论和最新的 SPE 以及 QuEChERS 视频 的更多信息,请访问

www.agilent.com/chem/PlanetAgilent



**Agilent Technologies** 2013年2月23日

The Mea sure of Confidence

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2013