

环境分析的样品前处理解决方案

Bond Elut SPE、Bond Elut QuEChERS 和 Chem Elut 部件号



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[a]芘-d¹²)
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

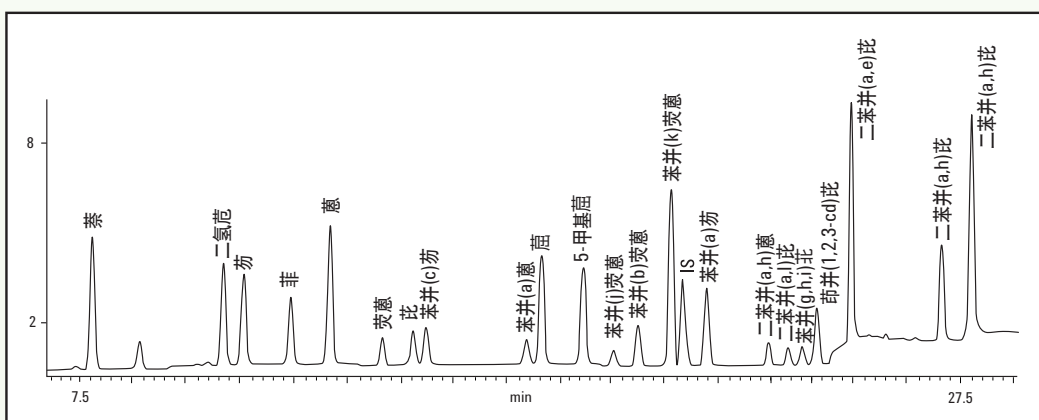


图 1. 采用安捷伦 Pursuit 3 PAH 色谱柱, 进样 5 µL 20 ppt PAH 标准溶液进行 HPLC/FLD 分析获得的色谱图

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. 用少量无水硫酸钠固体干燥
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(三甲基硅基)三氯乙烷, 静置一小时
9. 加入 20 µL 内标溶液
10. 用乙酸乙酯加至 1 mL

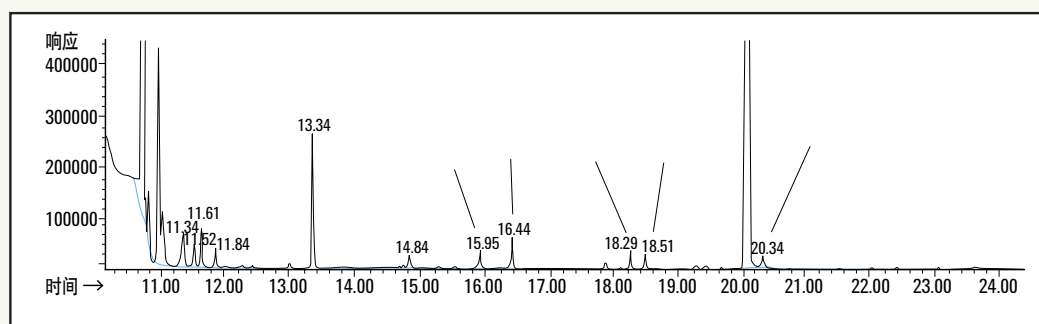


图 2. 采用安捷伦 Bond ElutPlexa 分析饮用水中苯酚的相对保留图 (标准浓度为 0.1 ppm)

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 氯化钠水溶液
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 OC 加标溶液 (必要时)
4. 组装玻璃片接管, 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 螺旋盖离心管
9. 向小柱中加入 3 mL 10% H₂SO₄/甲醇溶液, 洗脱速度为 1.5 mL/min

活化过程

1. 向洗脱液中加入带内标的 2 mL 甲基叔丁基醇溶液, 紧密瓶盖并涡旋振荡 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有机相, 弃去
7. 加入 1 mL 饱和硫酸氢钠水溶液, 涡旋振荡 30 秒
8. 将乙腈层转移到气相色谱样品瓶中并进行分析

甲基化 HAA 加标样品质量控制

- | | | | |
|-----------|-------------------|---------------|--------------|
| 1. 氯乙酸甲酯 | 4. 二氯丙酸甲酯 | 7. 溴乙酸甲酯 | 10. 二溴乙酸甲酯 |
| 2. 溴乙酸甲酯 | 5. 三氯乙酸甲酯 | 8. 二溴丁酸甲酯 (S) | 11. 二氯二溴乙酸甲酯 |
| 3. 三氯乙酸甲酯 | 6. 1,2,3-三氯丙烷 (S) | 9. 一溴二氯乙酸甲酯 | 12. 三氯乙酸甲酯 |

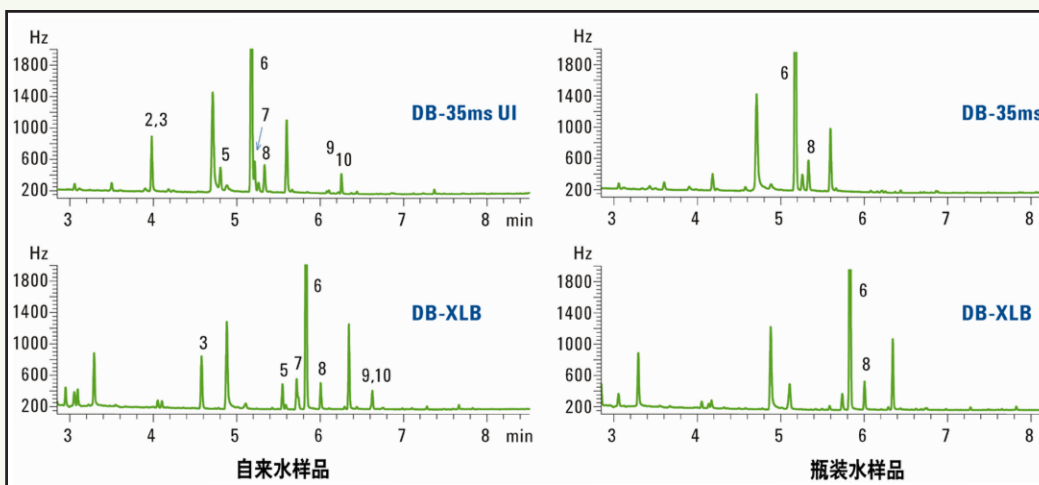


图 3. 使用安捷伦 J&W DB-35ms UI (部件号 122-3822UI) 和 DB-XLB (部件号 122-1228) 气相色谱柱分析两种水样得到的 GC/µECD 图, 色谱条件列于出版号 5990-8765EN 的文档表 1 中

PAH 的 Bond Elut QuEChERS 方法



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

QuEChERS ADAC 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 加标溶液并用力振荡 1 min
3. 加入 5 mL 水, 用力振荡 1 min
4. 加入 10 mL 乙腈
5. 加入 Bond Elut QuEChERS ADAC 盐包, 振荡 1 min, 然后以 4000 rpm 离心 5 min
6. 移取 5 mL 等分萃取液加入 Bond Elut QuEChERS 15 mL 分散 SPE 管中, 振荡 1 min, 以 4000 rpm 离心 5 min
7. 用 0.45 µm PVDF 注射过滤器过滤
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

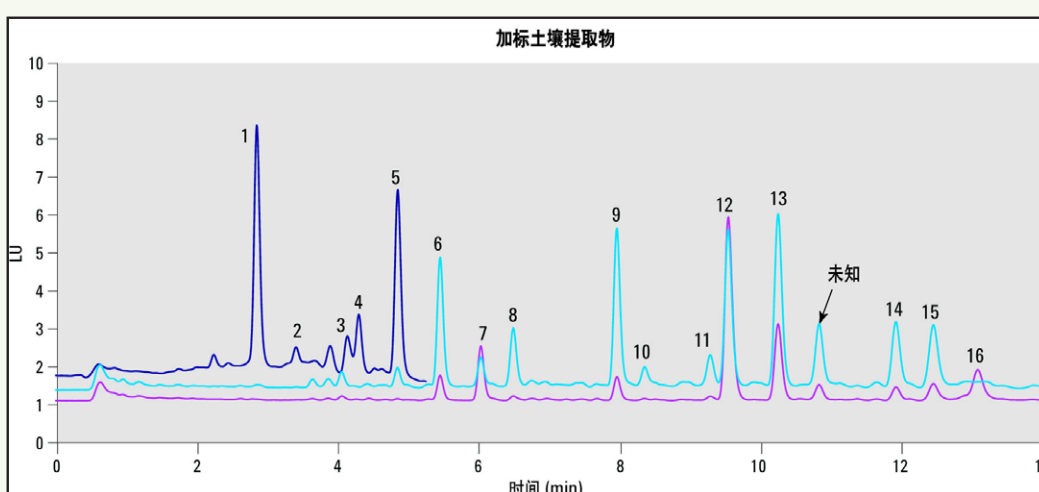


图 3. 加标土壤样品的 HPLC/FLD 叠加色谱图包含: 1. 苯, 2. 萘, 3. 苊, 4. 芘, 5. 苯[a]芘, 6. 苝, 7. 苯[a]芘, 8. 芘, 9. 1,2-苯并[a]芘, 10. 芘, 11. 苯[a]芘, 12. 苯[a]芘, 13. 苯[a]芘, 14. 二苯[a]芘, 15. 二苯[a]芘, 16. 苯[a]芘, 17. 2,3-二苯并[a]芘, 18. 二苯[a]芘, 19. 二苯[a]芘, 20. 二苯[a]芘, 21. 二苯[a]芘, 22. 二苯[a]芘, 23. 二苯[a]芘, 24. 二苯[a]芘, 25. 二苯[a]芘, 26. 二苯[a]芘, 27. 二苯[a]芘, 28. 二苯[a]芘, 29. 二苯[a]芘, 30. 二苯[a]芘

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、能提高分析性能并易于使用
- 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 LogP > 1.0 pKa < 5	中性物质 LogP > 1.5 pKa 3-5 pKa 6-10	碱性物质 LogP > 0.8 pKa 6-10
分析物	Plexa PAX 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% NH ₄ OH	1% HCO ₂ H	2% NH ₄ OH 2% H ₃ PO ₄
吸附剂活化	100% 甲醇	100% 甲醇	100% 甲醇
平衡	100% H ₂ O	100% H ₂ O	100% H ₂ O
上样	使用预处理的样品		
淋洗	100% H ₂ O	5% 甲醇水溶液	2% HCO ₂ H 水溶液
洗脱 1/淋洗 2	100% 甲醇, 中性	100% 甲醇, 中性	1:1 甲醇/乙腈溶液, 中性
洗脱 2	5% HCO ₂ H 的甲醇溶液, 酸性		5% NH ₃ 的 1:1 甲醇/乙腈溶液, 碱性
分析	制备萃取样品用于仪器分析		

Chem Elut SLE

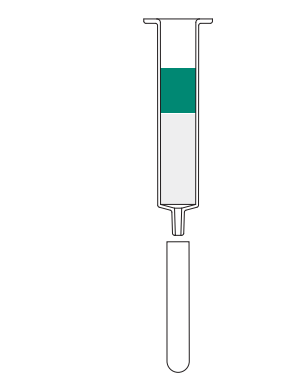
Chem Elut 是高纯度、吸附剂支持的液相萃取 (SLE) 小柱, 有带缓冲装置和不带缓冲装置的不同型式。

- 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

水溶液样品的萃取步骤

第 1 步

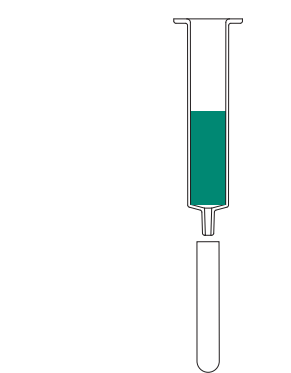
向干燥的小柱中添加水样。



Chem Elut 柱填充了经过特别净化、大小各异的硅藻土。

第 2 步

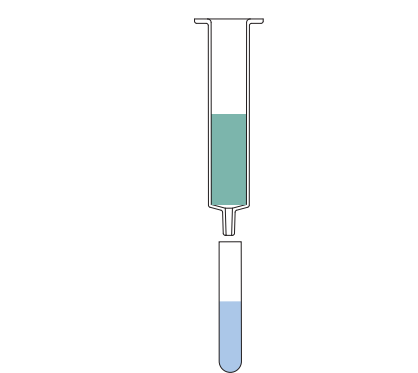
等待 3-5 min。



水样吸附并分散到固体载体的薄层上。

第 3 步

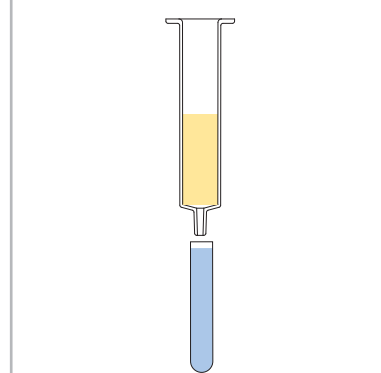
加入第一份等量的有机萃取溶剂, 收集。



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成乳液。典型的可选溶剂有异丙醇、乙酸乙酯、甲基叔丁基醚 (MTBE)、乙腈和二甲苯 (MEK)。

第 4 步

加入第二份等量的有机萃取溶剂, 收集。



采用两次等量洗涤液洗涤 (高非一次) 能提高萃取效率和回收率。收集到的洗涤液能够直接用于干燥和净化。

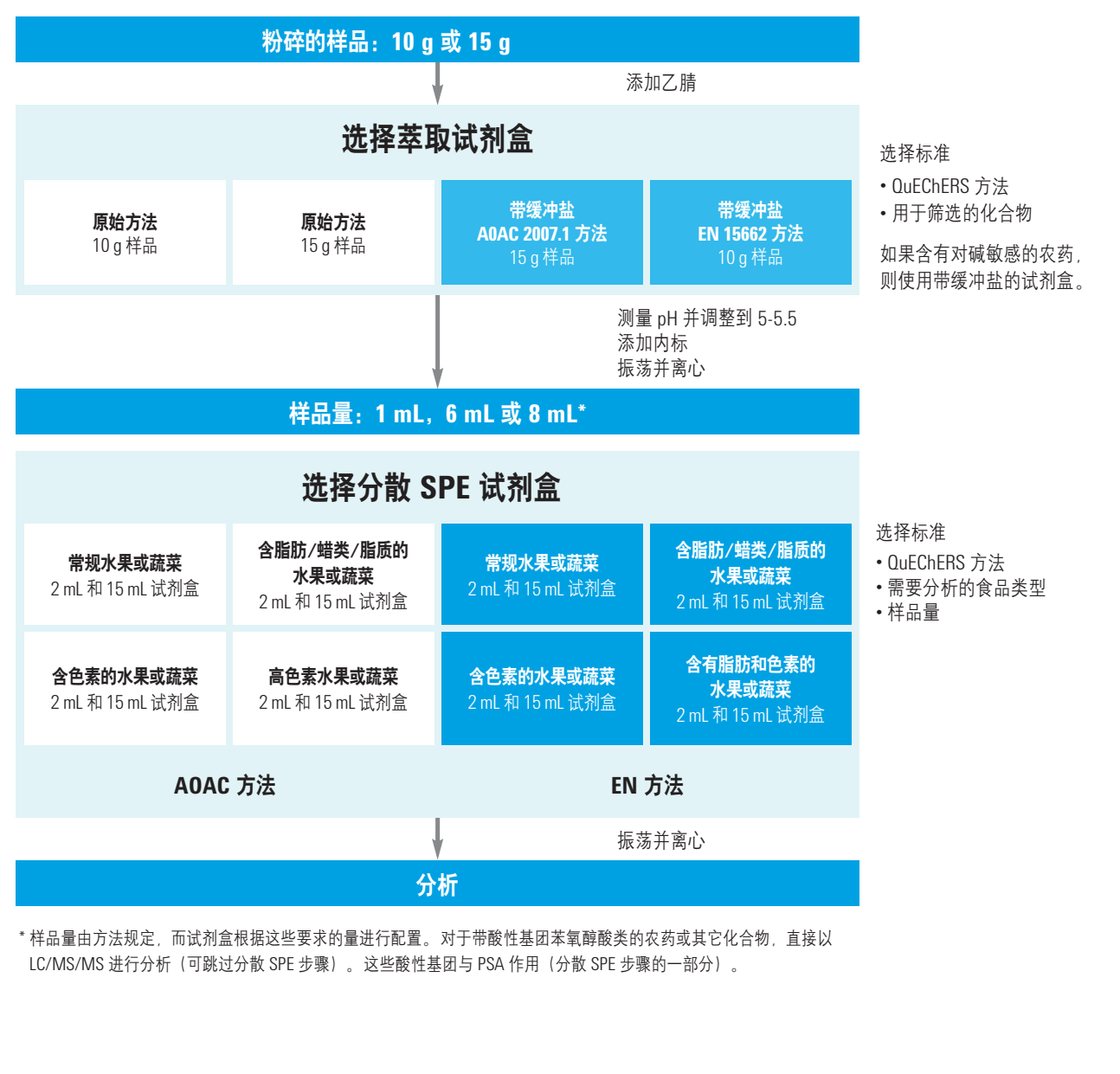
Bond Elut QuEChERS

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的 QuEChERS 样品前处理方法的优点。

- 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收率
- 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, 增加了产物回收率
- 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

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。



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

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



Agilent J&W 超高惰性气相色谱柱

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压流失的行业标准。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液进行单独测试, 并且每根色谱柱均附赠一张性能汇总表。如需了解更多信息, 请访问 www.agilent.com/chem/ultrairet



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; 超快分离的高压快速高通量 (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/lcolumns



安捷伦气相色谱、气质联用、液相色谱和液质联用仪器

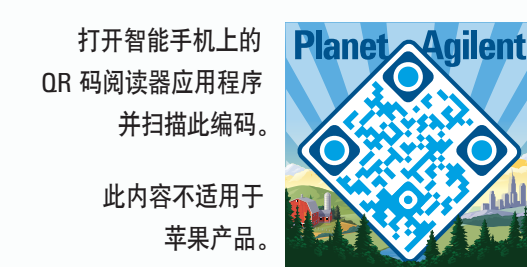
安捷伦气质联用仪器的灵敏度、可靠性更高, 正常工作时间更长, 并且需执行较少的维护。更胜一筹的安捷伦气质联用系列产品包括 GC/MSD、离子阱气质联用、三重四级杆气质联用系统和 Q-TOF 气质联用系统。无论卓越的安捷伦液相色谱和液质联用产品组合包括 1200 Infinity 系列和 6000 系列。探索更多解决 GPC/SEC 分离挑战的可能性 - 从纳流到高通量, 从氨基酸到 GPC/SEC 分析。如需了解更多信息, 请访问 www.agilent.com/chem/cn



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

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



打开智能手机上的 QR 码阅读器应用程序并扫描此代码。

此内容不适用于苹果产品。

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

