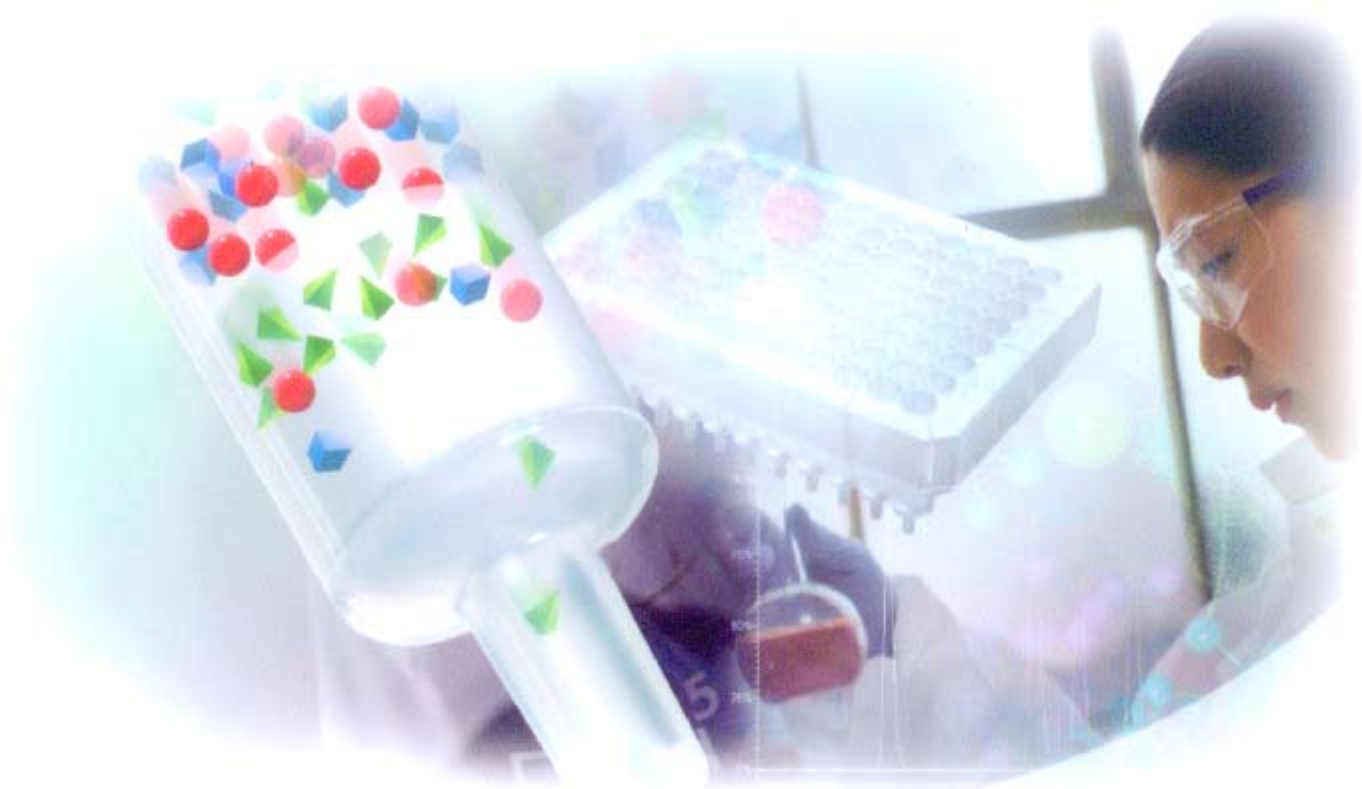


Solid Phase Extraction(SPE)

百灵威SPE方法集一



百灵威集团是以欧洲和中国为基地，集研发、生产、经营于一体的高科技公司。创建二十余年来，以专业的运作资格和良好国际商誉被众多跨国公司和科研机构认定为“指定供应商”、“国际化学项目合作协调中心”。



百灵威核心竞争力

● **先进研发能力：**百灵威高素质的研发团队、大量的尖端技术、卓越的系统化管理，能够快速满足各行业对高纯化学品及技术的需求。

● **先进制造能力：**百灵威在欧亚拥有多条大规模柔性生产线，能够实现个性化、系列化、规模化制造，快速满足科学研究至工业化生产各阶段的需求。

● **特殊定制能力：**百灵威能够承担特殊要求的委托合成及战略性技术探索（实行保密操作）。还能够提供特殊规格的定制包装服务，有助于提高工效，降低废弃率。



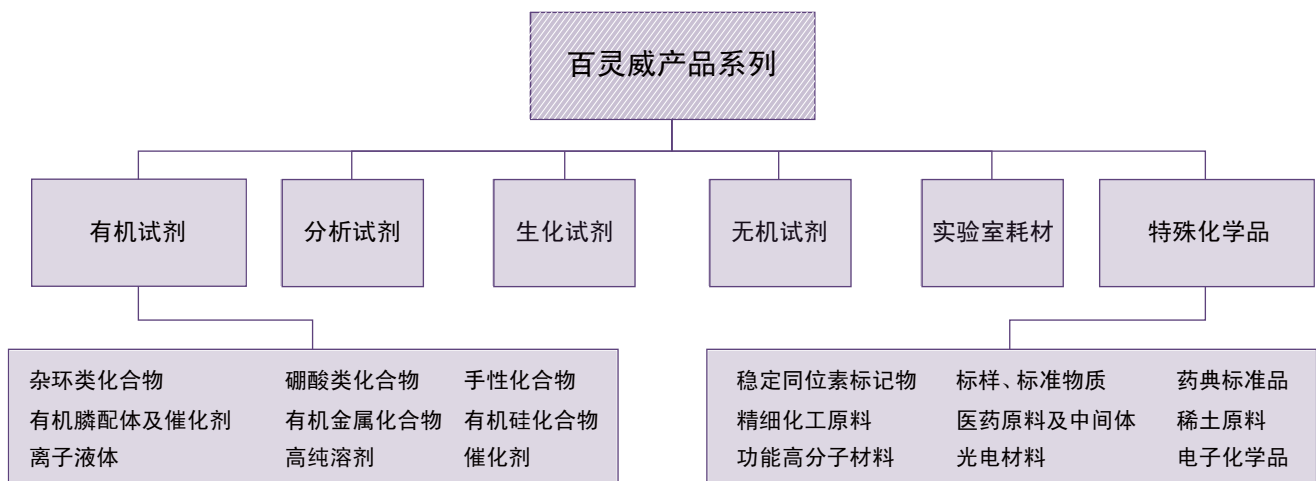
● **资源整合能力：**百灵威与世界各国的化学研究与生产单位建立良好的诚信合作关系。百灵威以其层出不穷的高技术产品、规模化的营销渠道、高效的国际专业联运系统、人性化的服务模式，以及欧美各国强大化学制造业伙伴的支持，使得这个诚信圈坚不可摧。百灵威已具有“全球化学资源基地”之专业资格，实现了资源共享，共同发展。

百灵威向您推荐Varian

Varian, Inc是科学仪器和基础应用消耗品领域的全球领军人物，产品广泛应用于工业、毒物学、化学品、石化以及痕量环境分析、食品安全分析等多个领域。

百灵威作为Varian的战略伙伴，为各行各业提供样品前处理产品，HPLC、GC色谱柱以及LC制备色谱柱，还有上千种实验装置进样针和样品瓶以及300,000种精细化学品，全方位满足科研需求。

百灵威始终秉承“资源共享，共同发展”之理念，一如既往地为中国化学行业广大科研和生产用户提供卓越的产品与服务！





谷物、豆类、坚果和种子中的农药多残留固相萃取方法

1. 样品前处理

- 称取10g样品，加入20mL水，放置15min；
- 加入50mL乙腈，进行匀浆，抽滤，用20mL乙腈淋洗滤纸上的残留物，合并滤液，最后用乙腈定容至100mL；
- 量取20mL滤液，加入10g NaCl和20mL 0.5mol/L的磷酸缓冲液(pH7.0)，充分振摇10min，静置使溶液分层，弃去水相层；

2. C18 SPE净化

- 活化：Bond Elut C18(1g)柱，用10mL的乙腈淋洗，进行活化；
- 上样：加入20mL萃取液。收集流出溶液；
- 洗脱：用2mL乙腈洗脱，接收洗脱液，合并所有流出溶液；
- 脱水：将收集的溶液过装有无水硫酸钠的漏斗，并用适量乙腈淋洗漏斗，收集全部滤液；
- 浓缩：低于40℃温度条件下，浓缩近干，用2mL的乙腈/甲苯(3:1)重新溶解，待进一步净化。

3. Carbon/NH₂ SPE净化

- 活化：Bond Elut Carbon/NH₂(500mg/500mg)柱，用10mL乙腈/甲苯(3:1)淋洗，进行活化；
- 上样：将上步中2mL经过初步净化的样品溶液，加入到Carbon/NH₂ SPE柱中；
- 洗脱：用20mL的乙腈/甲苯(3:1)淋洗SPE柱，收集所有上样流出液和洗脱液；
- 浓缩：低于40℃温度条件下，浓缩近干，再加入5mL丙酮重新溶解后并浓缩近干，用丙酮/正己烷(1:1)溶解，定容至1mL。

4. GC-MS或GC-MS/MS 检测

5. 样品成分

数百种杀虫剂、杀菌剂、除草剂、饲料添加剂、兽药等。

本方法中使用的SPE柱：

Bond Elut C18(1g, 6mL, PN.12256001)

Bond Elut Carbon/NH₂(500mg/500mg, 6mL, PN.12252202)，详细介绍请参见本手册第65和89页。

Tips:

本方法满足日本农药残留法规中杀虫剂、杀菌剂、除草剂、饲料添加剂、兽药等数百种食品中残留污染物的同时检测要求。

SPE应用实例—食品安全领域

水果、蔬菜、芳草、茶叶和蛇麻草中的农药多残留固相萃取方法

1. 样品前处理

- 水果、蔬菜、芳草称取10g样品，茶叶和蛇麻草称取5g样品并加入20mL水，静置15min；
- 加入50mL乙腈，进行匀浆，抽滤，用20mL乙腈淋洗滤纸上的残留物，合并滤液，最后用乙腈定容至100mL；
- 量取20mL滤液，加入10g NaCl和20mL 0.5 mol/L的磷酸缓冲液(pH7.0)，充分振摇 10min，静置使溶液分层，弃去水相层；
- 脱水: 将乙腈层溶液过装有无水硫酸钠的漏斗，并用适量乙腈淋洗漏斗，收集全部滤液；
- 浓缩: 低于40℃温度条件下，浓缩近干，用2 mL的乙腈/甲苯(3:1)重新溶解，待净化。

2. Carbon/NH₂ SPE净化

- 活化: 用10mL的乙腈/甲苯(3:1)淋洗，进行活化；
- 上样: 将上述的2 mL样品溶液，加入到Carbon/NH₂ SPE柱中；
- 洗脱: 用20 mL的乙腈/甲苯(3:1)淋洗SPE柱，收集所有上样流出液和洗脱液；
- 浓缩: 低于40℃温度条件下，浓缩近干，再加入5mL丙酮重新溶解后并浓缩近干，用丙酮/正己烷(1:1)溶解定容至1mL。

3. GC-MS或GC-MS/MS 检测

4. 样品成分

数百种杀虫剂、杀菌剂、除草剂、饲料添加剂、兽药等。

本方法中使用的SPE柱:

Bond Elut Carbon/NH₂(500mg/500mg, 6mL, PN.12252202), 详细产品介绍请参见本手册第89页。

Tips:

本方法满足日本农药残留法规中杀虫剂、杀菌剂、除草剂、饲料添加剂、兽药等数百种食品中残留污染物的同时检测需求。



食品中的残留氨基甲酸酯类农药快速分析方法

1. 萃取(采用CDFA液/液萃取方法)

- a. 称取50g样品，加入100mL乙腈，在匀浆机中搅拌2min；
- b. 过滤，滤液流入到圆底烧瓶中，加入10g氯化钠，振摇5min钟，静置分层(蔬菜样品)。谷物样品因为几乎不含水分，因此无须进行此步操作。

2. SPE净化

- a. 上样: 量取有机层提取液10mL，加入2.5mL水，载入SPE柱中；
- b. 洗脱: 以5mL 80:20乙腈:水洗脱，将洗脱液共17.5mL收集于试管中；
- c. 蒸发: 40℃蒸发至干或者近干；
- d. 定容: 用含有0.1%甲酸的乙腈:水(10:90)溶液重新溶解定容至4mL，再用0.1%的甲酸水溶液定容至5mL，以0.45μm PTFE针头式过滤膜过滤。

3. Varian 320 LC-MS-MS检测

4. 样品成分

涕灭威亚砷
杀线威
涕灭威砷
灭多威
3-羟基克百威
涕灭威
残杀威
克百威
甲耐威
灭虫威

本方法中使用的SPE柱:

Bond Elut Plexa(200mg, 6mL, PN.12109206), 详细产品介绍请参见本手册第61页。

SPE应用实例—食品安全领域

QuEChERS-多残留农药同时检测方法

1. 样品前处理 (谷物和干性动物饲料)

- a. 将**5g**粉碎的样品，放入**50mL**的聚丙烯管中，加入**10mL**水，**50 μ L**磷酸三苯酯(TTP)内标(浓度**150 μ g/mL**)，再加入**15mL**乙腈，在漩涡混合器上混合**5 min**；
- b. 加入**0.5g**磷酸氢二钠，**1g**二水合柠檬酸三钠，**4g**无水硫酸镁，**1g**氯化钠，手摇**1min**；
- c. **2500转/min**离心**5min**；
- d. 随后取**7.5mL**的上清液，加入**0.75g**无水硫酸镁、**0.5g** C18吸附剂和 **0.125g** PSA吸附剂，**2500r/min**离心**5 min**；
- e. 将**3mL**上清液转入一预先加入了**50 μ L**5%的甲酸:乙腈(V/V)溶液的玻璃试管中，进行萃取；取萃取液**3 mL**，氮气吹扫浓缩近干，然后用**1.5mL**的甲苯重新定容，待测。

2. GC-MS/MS检测

分析条件

三级四极杆：Varian 1200；PEI检测

碰撞气：氩气 @ ~1.5mTorr

碰撞能量：根据每种化合物分别进行优化

GC：Varian 3800

进样口：程序升温80 → 280 $^{\circ}$ C

色谱柱：VF-5ms 30 m x 0.32 mm x 0.25 μ m

柱温：75 $^{\circ}$ C保留2min，20 $^{\circ}$ C/min升至 150 $^{\circ}$ C；3 $^{\circ}$ C/min升至225 $^{\circ}$ C；15 $^{\circ}$ C/min 升至300 $^{\circ}$ C

载气：氦气1mL/min.

3. 样品成分

122种有机磷、有机氯、氨基甲酸酯、拟除虫菊酯农药，以及除草剂、杀菌剂等有机残留污染物

本方法中使用的SPE吸附剂：

Bondesil PSA(100g, 12213024)和Bondesil C18(100g, PN.12213012)，详细介绍请参见本手册第90页。

注:本方法详细介绍见Journal of Chromatography A, 1165 (2007) 200~212。



蔬菜、水果中有机氯类、菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留固相萃取净化方法

1. 提取

匀浆：准确称取25.0g试料放入匀浆机中，加入50.0mL乙腈，在匀浆机中高速匀浆2min；

过滤：用滤纸过滤，收集滤液40~50mL，放入装有5~7g氯化钠的100mL具塞量筒中；盖上塞子，剧烈震荡1min，在室温下静止10min，使乙腈相和水相分层。

吸取10.0mL乙腈溶液，氮吹，蒸发近干，加入2.0mL正己烷，重新溶解。

2. SPE净化

(1) Bond Elut Florisil 净化—有机氯、拟除虫菊酯类农药

a. 活化：依次用5.0mL丙酮:正己烷(10:90,V/V)，5.0mL正己烷预淋活化；

b. 上样：当活化时溶剂液面到达柱吸附层表面时，立即加入样品溶液，并收集流出溶液；

c. 洗脱：用15mL刻度离心管接收洗脱液，用5mL丙酮:正己烷(10:90,V/V)涮洗烧杯后，将涮洗液加入SPE柱，并重复一次，合并滤液；

d. 蒸发浓缩：将洗脱液氮吹干燥，蒸发近干，用正己烷准确定容至5.0mL，在旋涡混合器上混匀待测。

样品成分

α -666, 氯硝胺, β -666, 林丹, δ -666, 五氯硝基苯, 百菌清, 乙烯菌核利, 毒死蜱, 三氯杀螨醇, 三唑酮, o,p'-DDE, p,p'-DDE, o,p'-DDD, p,p'-DDD, o,p'-DDT, p,p'-DDT, 异菌脲, 甲氰菊酯, 三氟氯氰菊酯, 氯菊酯, 氰戊菊酯, 溴氰菊酯

(2) Bond Elut NH₂净化—氨基甲酸酯类农药

a. 活化：将NH₂柱用4.0mL甲醇:二氯甲烷(1/99, V/V)淋洗活化；

b. 上样：当溶剂液面到达柱吸附剂层表面时，立即加入样品溶液，并收集流出溶液；

c. 洗脱：用2mL甲醇:二氯甲烷(1:99,V/V)洗烧杯后过柱，并重复一次，合并滤液；

d. 蒸发浓缩：将洗脱液氮吹干燥，蒸发近干，用甲醇准确定容至2.5mL。在混合器上混匀后，用0.2 μ m滤膜过滤，待测。

样品成分

涕灭威亚砷, 涕灭威砷, 灭多威, 3-羟基呋喃丹, 涕灭威, 克百威, 甲萘威, 异丙威

3. GC-MS/MS或者GC检测

本方法中使用的SPE柱：

Bond Elut Florisil (1g, 6mL, PN.12256014) 和Bond Elut NH₂ (500mg, 3mL, PN.12102041)，详细产品介绍请参见本手册第72页。

Tips:

本净化方法满足中华人民共和国农业部行业标准方法(NY/T 761.1-2004)!

SPE应用实例—食品安全领域

高糖食品中的农药残留固相萃取净化方法

高糖食品

玉米糖浆，枫蜜，蜂蜜，葡萄果冻等

1. 样品前处理

10g样品放入150mL烧杯中，用去离子水稀释至100mL。

2. SPE净化

- 上样：将样品加入 Nexus SPE柱中；
- 淋洗：用40mL去离子水淋洗，洗去干扰物，氮吹使柱管干燥，在SPE管上部加入1g无水硫酸钠；
- 洗脱：用10mL乙腈：甲苯(3:1 V/V)和10mL 丙酮洗脱淋洗柱床，收集洗脱液；
- 将洗脱液蒸发，最后转化成丙酮相，定容至20mL。

3. GC-MS检测

4. 样品成分

甲基谷硫磷，亚胺硫磷，Methadithion，杀虫畏，乐果，二嗪农，对硫磷，二丙烯草胺，林丹，五氯硝基苯，硫丹II，硫丹硫酸盐，氯苯密醇

	回收率 (%)			
	玉米糖浆	枫蜜	果汁	蜂蜜
甲基谷硫磷	111	103	90	111
亚胺硫磷	106	96	93	103
methadithion	83	91	110	93
杀虫畏	92	87	105	91
乐果	104	85	89	79
二嗪农	77	73	77	80
对硫磷	71	79	93	78
二丙烯草胺	71	103	126	75
林丹	88	94	47	104
五氯硝基苯	30	48	20	52
硫丹II	56	92	42	65
硫丹硫酸盐	111	128	95	86
氯苯密醇	122	93	95	103

本方法中使用的SPE柱：

Bond Elut Nexus(500mg/12mL, PN.12253102)，详细介绍请参见本手册第63页。

Tips:

你知道吗？本方法中使用的无水硫酸钠可以用Varian的成品无水硫酸钠干燥柱—Bond Elut LRC Sodium Sulfate(1g, 10mL, PN.12131033)替代，大大节约样品处理时间！



水产品中孔雀石绿固相萃取净化方法

1. 样品前处理

称取5.00g切碎的样品，依次加入1mL盐酸羟胺(0.25g/mL)溶液、2mL对-甲苯磺酸(1.0mol/L)溶液、2mL乙酸铵缓冲溶液(0.1mol/L)和40mL乙腈，匀浆2min(10000r/min)，离心3min(3000r/min)，将上清液转移到250mL分液漏斗中，用20mL乙腈重复提取残渣一次，合并上清液。于分液漏斗中加入30mL二氯甲烷、35mL水，振摇2min，静置分层，收集下层有机层，再用20mL二氯甲烷萃取一次，合并二氯甲烷萃取液，45℃旋转蒸发近干。

2. SPE净化

- 活化：PRS柱，依次用3mL乙腈、3mL甲酸溶液活化；
中性氧化铝柱，用5mL乙腈活化；
- 上样：将中性氧化铝柱AL-N串接在PRS柱上方。用6mL乙腈分三次(每次2mL)用旋涡震荡器涡旋溶解上述提取物，并依次过柱，控制柱流速不超过0.6mL/min；
- 淋洗：再用2mL乙腈淋洗中性氧化铝柱后，弃去中性氧化铝柱。依次用3mL 2%(v/v)甲酸溶液、3mL乙腈淋洗PRS柱，弃去流出液；
- 洗脱：用4mL 5%(v/v)乙酸铵甲醇溶液洗脱，洗脱流速为1mL/min，用10mL刻度试管收集洗脱液，用水定容至10.0mL，样液经0.2μm滤膜过滤，待测。

3. HPLC-MS/MS检测

液相色谱-串联质谱条件

- 色谱柱：Pursuit C18柱，50mm×2.1mm×3μm；
- 流动相：乙腈：5mmol/L乙酸铵(75:25, v/v)；
- 流速：0.2mL/min；
- 柱温：35℃；
- 进样量：10μL；
- 离子源：ESI，正离子；
- 扫描方式：多反应监测MRM。

4. 样品组分

孔雀石绿、氘代孔雀石绿、结晶紫、氘代隐色孔雀石绿、隐色孔雀石绿和隐色结晶紫

本方法中使用的SPE柱：

Bond Elut PRS(500mg, 3mL, PN.12102039)和Bond Elut AL-N(1g, 6mL, PN. 12256086)，详细产品介绍请参见本手册第78页和第75页。

本方法满足国家标准关于水产品中孔雀石绿检测的要求！

SPE应用实例—食品安全领域

猪肉和牛肉组织中头孢菌素类抗生素的固相萃取净化方法

1. 萃取

- a. 10g肌肉样品中加入40mL醋酸铵缓冲液(pH5.0, 0.05mol/L), 匀浆;
- b. 加入10mL异辛烷, 用漩涡混合器混合均匀;
- c. 2400r/min离心10min;
- d. 将上清液转移到玻璃试管中。

2. SPE净化

- a. 活化: 分别用5mL甲醇, 5mL超纯水以及5mL醋酸铵缓冲液(pH5.0, 0.05mol/L)分别淋洗C18吸附剂柱床;
- b. 上样: 将玻璃试管中萃取后的上清液倾倒入SPE中;
- c. 淋洗: 用2mL的醋酸铵缓冲液(pH5.0, 0.05mol/L), 1mL的超纯水和1mL的去离子水/乙腈(90:10, V/V) 分别淋洗柱床, 去除干扰杂质;
- d. 干燥: 柱管通空气, 抽气5min;
- e. 洗脱: 加2mL去离子水/乙腈(90:10, V/V)洗脱液, 进行洗脱, 流速控制在3mL/min, 收集洗脱液;
- f. 氮吹干燥: 50℃ 条件下, 氮气吹扫, 蒸发至大约4 μ L左右;
- g. 定容: 用醋酸铵缓冲液(pH7.0, 0.025mol/L)和0.1M的NaOH调节到pH7.0, 并定容至1.6mL。

3. LC-UV检测

4. 样品成分

头孢喹诺

头孢氨苄

头孢匹林及其代谢物Desacetylcephapirin

头孢噻唑及其代谢物Desfuroylceftiofur

本方法中使用的SPE柱:

Bond Elut C18 (500mg, 6mL, PN.12102052), 详细介绍请参见本手册第65页。



动物肝脏中的磺胺类药物的固相萃取净化方法

1. 萃取

- 称取5g的样品，和10g的无水硫酸钠加入到离心管中；
- 加入20mL乙酸乙酯，搅拌10min，离心5min，将上清液缓慢倾倒入圆底烧瓶中；
- 35℃旋转蒸发至干，用5mL 50%的乙酸乙酯/正己烷重新溶解。

2. SPE净化

- 活化：用5mL正己烷预淋洗活化；
- 上样：将上述乙酸乙酯/正己烷样品溶液，加入到已经活化的SPE柱中；
- 淋洗：用3mL正己烷淋洗，并抽气干燥3min；
- 洗脱：用5mL 20%的乙腈/0.05mol/L甲酸铵溶液洗脱，收集洗脱液。

3. LC-MS/MS 检测

4. 样品成分

磺胺甲恶唑(SMX)

磺胺嘧啶(SDZ)

磺胺甲基嘧啶(SMR)

磺胺异恶唑(SIX)

磺胺二甲基嘧啶(SDD)

磺胺多辛(SDMX)

磺胺甲氧嘧啶(SMPD)

磺胺喹恶啉(SQ)

磺胺间甲氧嘧啶(SMMX)

磺胺二甲异恶唑(SIZ)

本方法中使用的SPE柱：

Bond Elut PSA(500mg, 3mL, PN.12102042)，详细介绍请参见本手册第80页。

注：本方法详细介绍详见Journal of Chromatography A, 898 (2000) 95~102。

SPE应用实例—食品安全领域

蜂蜜中农药多残留Chem Elut SLE净化方法

1. Chem Elut 液/液萃取净化

- a. 1g蜂蜜中加入1.25mL水和2.5mL丙酮，混合均匀；
- b. 加入1.25mL NaCl溶液(20g NaCl/100 mL水)；
- c. 依靠重力自流作用，将样品载入Chem Elut 柱；
- d. 保持15min，保证完全吸附；
- e. 用10mL乙酸乙酯分两次淋洗；
- f. 30℃蒸发至干；
- g. 用200μL乙腈/水(10:90, V/V)重新溶解。

2. 20μL进样， LC-MS/MS分析

3. 样品成分

a. 杀虫剂：

克百威，灭虫威，抗蚜威，乐果，氟虫氰，吡虫啉

b. 除草剂

酰嘧磺隆,玉嘧磺隆,莠去津,西玛津,枯草隆,利谷隆,异恶唑草酮,磺草唑胺

c. 杀菌剂

乙霉威

d. 农药代谢产物：

甲硫威亚砷，2-羟基-四丁基二氮陆圜(2-hydroxytetrabutylazine)

本方法中使用的SPE 柱：

Chem Elut柱(5mL, 5.3g, PN.12198006)，详细产品介绍请参见本手册第93页。

注：本方法详细介绍见Varian应用数据库 Application Note SI-01002。



食品中的丙烯酰胺固相萃取净化方法

1. 低脂肪基质样品

- a. 乙腈/水(85/15, V/V)萃取, 过滤, 离心;
- b. 取一定量的上清液, 载入Chem Elut柱中,
- c. 保留5min左右;
- d. 用乙酸乙酯洗脱, 收集洗脱液;
- e. 浓缩, 待检测。

2. 高脂肪基质样品

- a. 乙腈/水(85/15, V/V)萃取, 加入正己烷, 液液萃取, 分层后取下层水相, 过滤, 离心;
- b. 取一定量的上清液, 载入Chem Elut柱中;
- c. 保留5min左右;
- d. 用乙酸乙酯洗脱, 收集洗脱液;
- e. 浓缩, 待检测。

3. 咖啡和咖啡类食品基质样品

- a. 样品匀浆后用水萃取;
- b. 离心, 上清液加入卡瑞(Carrez) I 和卡瑞(Carrez) II 溶液, 过滤
- c. 取一定量的上清液, 载入Chem Elut柱中;
- d. 保留5min左右;
- e. 用乙酸乙酯洗脱, 收集洗脱液;
- f. 浓缩, 待检测。

4. GC-MS 检测

5. 样品成分

丙烯酰胺

D3-丙烯酰胺(内标)

本方法中使用的SLE 柱:

Chem Elut柱(10mL, 10.7g, PN.12198007)和Chem Elut柱(20mL, 20g, PN.12198008), 详细产品介绍请参见本手册第93页。

注: 详细方法描述见Varian应用数据库Application note 2437。

SPE应用实例—食品安全领域

谷物和谷物制品中的多种镰刀霉菌毒物固相萃取净化方法

1. 样品前处理

- a. 称取25g已经磨碎的样品，加入100mL乙腈/水(80/20, V/V)，高速搅拌混合3min;
- b. 过滤;
- c. 量取4mL滤液加入到Bond Elut Mycotoxin柱中，收集流出液
- d. 将2mL洗脱液在50℃以下氮吹干燥
- e. 用0.5mL的乙腈/水(20/80, V/V)重新将干燥后的残留物溶解。

2. 10 μ L进样，进行LC-MS/MS分析

3. 样品成分

DON (脱氧雪腐镰刀菌烯醇)

NIV(雪腐镰刀菌烯醇)

3ADON

15 ADON

FUS

T-2

HT-2

NEO

DAS

MAS

T-2 triol

T-2 Tetraol

ZEA (赤霉酮)

ZAN (内标)

本方法中使用的SPE柱:

Bond Elut Mycotoxin (PN. 12165001B), 详细介绍请参见本手册第88页。

注: 详细方法描述见Varian应用数据库Application note 000295。

Tips:

此方法可以分析包含12种单端孢霉烯族毒素 (A型和B型) 在内的多种毒枝菌素, 也可以对玉米烯酮进行萃取。此产品可以同时完成多个化合物的萃取工作, 与传统方法单种毒素分别萃取相比, 此方法过程简单, 节约时间, 最低检测限是0.3-5ng/g(每种毒素), 在7种谷物类基质中回收率可以高达65%~104%。



地表水和土壤中有机氯杀虫剂和氯代芳烃固相萃取净化方法

1. 样品制备

用正己烷萃取，浓缩至3~5mL，冷却后用正己烷定容至10mL；

2. SPE净化

- a. 活化：5mL正己烷/丙酮(90:10)；
- b. 上样：加入10mL的萃取溶液加于SPE柱管中；
- c. 洗脱：用9mL正己烷/丙酮(90:10)进行洗脱，收集洗脱液；
- d. 氮气吹扫，浓缩至干；
- e. 定容，用1mL环己烷溶解残余物；

3. GC-ECD检测

4. 样品成分

有机氯杀虫剂，多氯联苯，氯代苯

本方法中使用的SPE柱：

Bond Elut Florisil(1g, 6mL, PN. 12256014或1g, 20mL, PN. 12256047)，详细产品介绍请参见本手册第72页。

注：本方法详细介绍参见Varian应用数据库 Application Note M1993。

SPE应用实例—环境监测领域

水中的多环芳烃固相萃取净化方法

1. 样品制备

1L水中加入20mL10%的硝酸;

2. SPE 净化

- a. 活化: 5mL异丙醇和5mL水分别淋洗C18柱管;
- b. 上样: 真空抽吸, 将样品以一定流速通过SPE柱;
- c. 淋洗: 用5mL淋洗液(300mL水+700mL甲醇+2.1 g Na_2HPO_4 +2.04 g KH_2PO_4)淋洗;
- d. 抽真空干燥柱管30min;
- e. 洗脱: 用4mL洗脱液(90mL异丙醇+10mL冰醋酸+200mL甲苯, 加入到1L石油醚中), 混合均匀洗脱, 收集洗脱液;
- f. 浓缩, 定容。

3. HPLC-FLD检测

4. 样品成分

萘, 芘, 芘烯, 芴, 菲, 蒽, 荧蒽, 芘, 屈, 苯并(a)蒽, 苯并(k)荧蒽, 苯并(a,h)荧蒽, 苯并(a)芘, 苯并(g,h,i)芘, 茚并(1,2,3-cd)芘

本方法中使用的SPE柱:

Bond Elut C18(1g, 6mL, PN. 12256014或1g, 20mL, PN. 12256047), 详细产品介绍请参见本手册第65页。

注: 本方法详细介绍参见Varian应用数据库 Application Note M1821。