

www.anpel.com.cn

2010版

Solid Phase Extraction, SPE

# 固相萃取手册



# 目 录

一、CNW固相萃取小柱.....	3
吸附萃取小柱.....	3
(石墨化碳黑, Florisil弗罗里硅土, 氧化铝, 硅胶Si, 活性炭)	
反相萃取小柱.....	8
(HC-C18, LC-C18, C8, C4, 苯基等)	
正相萃取小柱.....	11
(氰基CN, 二醇基Diol等)	
离子交换萃取小柱.....	12
(氨基NH <sub>2</sub> , PSA, SAX, WCX, SCX, PRS, C8/SAX, C8/SCX)	
聚合物类型萃取小柱.....	16
(PSD, MAX混合型阴离子交换, MCX混合型阳离子交换)	
多层复合萃取小柱.....	18
(GCB/NH <sub>2</sub> (碳黑/氨基), GCB/PSA(碳黑/PSA), SAX/PSA, GCB/SAX, Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /Florisil, Celite545/Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 等)	
SPE空柱管和滤片.....	19
二、基质分散固相萃取管(dSPE).....	20
三、Anpelclean固相萃取小柱.....	21
Anpelclean MCT小柱 (三聚氰胺和三聚氰酸专用) .....	21
Anpelclean其他萃取小柱.....	22
(C18, C8, Si, CN, NH <sub>2</sub> , PSA, SAX, WCX, SCX, Florisil, 氧化铝, Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , MEP, MCX, MAX, Ag, H, Na, Ba离子小柱)	
四、液液萃取柱.....	24
(偶氮, 氯丙醇等前处理柱)	
五、固相萃取装置及配件 .....	25
(12, 16, 24管真空萃取装置)	
六、膜片式固相萃取装置和Disk膜片.....	26
七、固相萃取指南.....	27

固相萃取 (SPE) 被日趋认为是一种非常有效的样品处理技术。使用固相萃取法能避免液-液萃取所带来的许多问题, 比如, 不完全的相分离, 较低的定量分析回收率, 昂贵易碎的玻璃器皿和大量的有机废液。与液-液萃取相比, 固相萃取更有效, 容易达到定量萃取、快速和自动化, 同时也减少了溶剂用量和工作时间。

固相萃取 (SPE) 通常是用于液体样品的制备和不易或不挥发样品的萃取, 也可用于可预先提取至溶液里的固体样品。固相萃取产品适于对样品的萃取、浓缩和净化, 并有多种化学键合相、吸附剂类型及不同规格的产品可供选择。针对您的样品性质来选择最合适的SPE产品是非常必要的。

注: 本册中产品价格有效期至2010年12月31日。

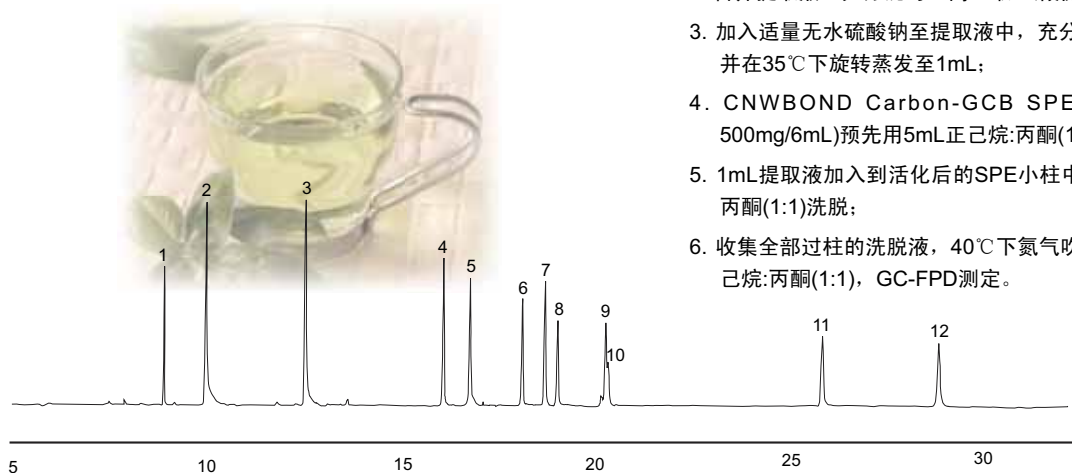
## CNWBOND Carbon-GCB(碳黑)

石墨化碳黑(CNWBOND Carbon-GCB)固相萃取小柱在萃取很多极性物质, 如氨基甲酸酯和硫脲等农药, 有着比C8或C18更高更稳定的回收率。有数据显示, 石墨化碳黑SPE同时提取食品中超过200多种农残有很好的效果, 如有机氯、有机磷、含氮以及氨基甲酸酯类农药等。

Carbon-GCB石墨化碳黑由于其非多孔性, 对样品的吸附不要求扩散至有孔区域, 所以萃取过程非常迅速。此外, 虽然其比表面积小于硅胶基质, 对化合物的吸附容量却比硅胶大一倍有余。

由于Carbon-GCB碳表面的正六元环结构, 使其对平面分子有极强的亲和力, 非常适用于很多有机物的萃取和净化, 尤其适于分离或去除各类基质如地表水和果蔬中的色素(如叶绿素和类胡萝卜素)、甾醇、苯酚、氯苯胺、有机氯农药、氨基甲酸酯、三嗪类除草剂等。

技术参数: 目数120-400目, 比表面积100 m<sup>2</sup>/g。



GC-FPD测定条件:

色谱柱: HP-5, 30m×0.25mm I.D., 0.25μm  
 升温程序: 50℃(1min), 15℃/min至200℃(2min),  
 5℃/min至260℃(8min)  
 进样口: 不分流, 250℃  
 检测器: FPD, 250℃  
 载气: N<sub>2</sub>, 1.0mL/min  
 进样量: 1.0μL

描述	订货号	价格
CNWBOND Carbon-GCB石墨化碳黑SPE小柱		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA1651	1966
250mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1663	1001
250mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1664	809
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1654	1129
2g/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA1658	2039
石墨化碳黑填料, 50g	SBEQ-CA1600	2790

### 典型应用一: 茶叶中有机磷农药的残留检测

样品前处理步骤:

1. 预先用水浸泡过夜的2g茶叶样品加入10mL正己烷:丙酮(1:1), 均质, 可重复提取2-3次;
2. 合并提取液, 充分混匀, 离心取上清液;
3. 加入适量无水硫酸钠至提取液中, 充分混和, 离心取上清液, 并在35℃下旋转蒸发至1mL;
4. CNWBOND Carbon-GCB SPE小柱(250mg/3mL或500mg/6mL)预先用5mL正己烷:丙酮(1:1)活化;
5. 1mL提取液加入到活化后的SPE小柱中, 接着用10mL正己烷:丙酮(1:1)洗脱;
6. 收集全部过柱的洗脱液, 40℃下氮气吹干, 并重新溶于1mL正己烷:丙酮(1:1), GC-FPD测定。

表1. Carbon-GCB提取有机磷农药残留的回收率

序号	分析物	回收率(%)
1	敌敌畏 (Dichlorvos)	61
2	甲胺磷 (Methamidophos)	52
3	乙酰甲胺磷 (Acephate)	52
4	异稻瘟净 (Iprobenfos)	95
5	乐果 (Dimethoate)	94
6	毒死蜱 (Chlorpyrifos)	81
7	马拉硫磷 (Malathion)	88
8	杀螟硫磷 (Fenitrothion)	80
9	水胺硫磷 (Isocarbophos)	94
10	喹硫磷 (Quinalphos)	95
11	三唑磷 (Triazophos)	84
12	苯硫磷 (EPN)	62

## 典型应用二：水样中非挥发性农药的检测

样品提取:	100mL-1L水样(若有明显颗粒物,可预先用0.45μm的滤膜过滤)作待净化液,农药浓度为10-50μg/L;
SPE活化:	CNWBOND Carbon-GCB SPE小柱(订货号:SBEQ-CA1663)预先用5mL二氯甲烷:甲醇(4:1),1mL甲醇,10mL 2%醋酸水溶液活化;
上样:	待净化液以5mL/min的流速过柱,待全部过柱后低真空抽干GCB小柱
淋洗:	1mL甲醇,2×3.5mL二氯甲烷:甲醇(4:1)洗脱农药,室温下微弱的氮气浓缩至0.4-0.5mL,最后用甲醇定容至1mL后UV-HPLC或HPLC-MS测定)

UV-HPLC测定条件:

色谱柱: Cnwsil C18, 25cm×4.6mm I.D., 5μm  
 流动相: A: 水:乙腈(90:10) B: 乙腈  
 梯度: 20%B(5min), 30min内至70%B  
 流速: 1.5mL/min  
 检测器: UV 220nm  
 进样量: 20μL

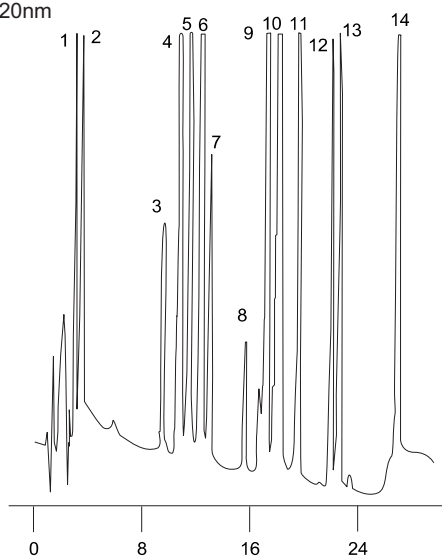


表1. 采用Carbon-GCB小柱提取非挥发性农药的回收率

序号	分析物	回收率(%)
1	杀线威(Oxamyl)	111
2	灭多威(Methomyl)	105
3	涕灭威(Aldicarb)	96
4	西玛津(Simazine)	86
5	灭草隆(Monuron)	99
6	氰草津(Cyanazine)	90
7	噻草酮(Metribuzin)	97
8	克百威(Carbofuran)	106
9	阿特拉津(Atrazine)	89
10	甲萘威(Carbaryl)	97
10	伏草隆(Fluometuron)	106
11	敌草隆(Diuron)	88
12	苯胺灵(Propham)	95
13	毒草胺(Propachlor)	96
14	利谷隆(Linuron)	88

## CNWBOND Si (硅胶)

CNWBOND Silica硅胶是极性最强的小柱, 填料为酸洗硅胶, 它通常从非极性溶剂中通过氢键相互作用提取极性化合物, 然后再通过提高溶剂的极性来洗脱物质。

技术参数: 粒径40-63μm, 平均孔径60Å, 未封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND Si 硅胶SPE小柱		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA1351	1092
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1353	796
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1354	741
1g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1355	926
2g/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA1358	741
5g/35mL, 20支/盒	SBEQ-CA1359	1129
10g/60mL, 16支/盒	SBEQ-CA1361	1247
Si 硅胶填料, 100g	SBEQ-CA1301	1085

## CNWBOND Coconut Charcoal (活性炭)

椰子壳活性炭专用于美国环保署EPA 521方法(饮用水中亚硝酸盐的检测)以及EPA 522方法(饮用水中1, 4-二噁烷的检测)。

技术参数: 目数80-120目。

描述	订货号	价格
CNWBOND Coconut Charcoal 活性炭SPE小柱		
2g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA4256	2650

典型应用:

- 动物源性食品中糖皮质激素类药物多残留检测 (农业部1031号公告-2-2008)
- 玩具及儿童用品 聚氯乙烯塑料中邻苯二甲酸酯增塑剂的测定 (GB/T 22048-2008)

## CNWBOND Florisil(佛罗里硅土)

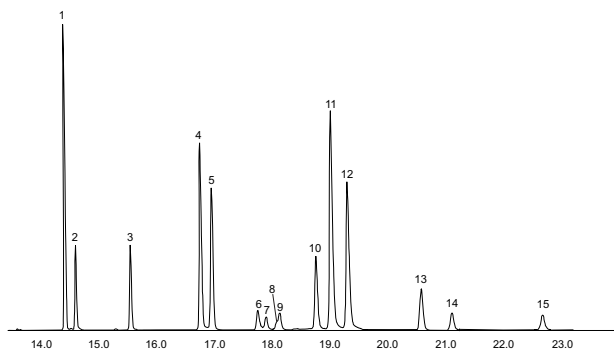
佛罗里硅土作为氧化镁复合的极性硅胶吸附剂（硅镁吸附剂），适合于从非极性基质中吸附极性化合物，如分离有机氯农残、胺类、多氯联苯(PCBs)、酮类以及有机酸等。

技术参数：目数100-200目，比表面积289 m<sup>2</sup>/g。

描述	订货号	价格
CNWBOND Florisil SPE小柱		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA1551	699
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1553	480
1g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1555	760
5g/35mL, 20支/盒	SBEQ-CA1559	1205
Florisil填料, 100g	SBEQ-CA1501	1085

### 典型应用: 茶叶中拟除虫菊酯类农药的残留检测

CNWBOND Carbon-GCB和Florisil SPE小柱串联使用，适合于食品中农药多残留的检测，尤其是在Florisil吸附剂上有较好保留的拟除虫菊酯类，两种填料各发挥其独特优势去除GC分析中关键性的干扰物，目前已被广泛采用。



GC-MSD测定条件:

色谱柱: DB-5, 30m×0.25mm I.D., 0.25μm

升温程序: 40℃(2min), 8℃/min至300℃(5min)

进样口: 不分流(4.5min), 300℃

检测器: MSD, 200℃

扫描范围: m/z 85-500

载气: He, 1.0mL/min

进样量: 1.0μL

## CNWBOND Florisil PR

农残级佛罗里硅土同样适合于分离有机氯农残、胺类、多氯联苯(PCBs)、酮类以及有机酸等，粒径更大，满足EPA 608方法。

技术参数：目数60-100目。

描述	订货号	价格
CNWBOND Florisil PR SPE小柱		
200mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA3752	435
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA3753	480
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA3754	410
1g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA3755	760
Florisil PR 填料, 100g	SBEQ-CA3701	1085

样品前处理步骤:

1. 茶叶样品的预处理和提取过程参见第3页（茶叶中有机磷农药的残留检测）；
2. CNWBOND Carbon-GCB SPE小柱的净化过程参见第3页，洗脱液于40℃下氮气浓缩至2mL左右，作下一步待净化液；
3. CNWBOND Florisil SPE小柱(1g/6mL)先用5mL正己烷活化；
4. 2mL待净化液(第2步)加入到活化后的Florisil小柱中，然后用8mL乙醚:丙酮:正己烷(2:2:1)洗脱；
5. 收集洗脱液，40℃下氮气吹干，并重新溶于1mL丙酮:正己烷(1:1)，GC-MSD测定。

表1. Florisil提取拟除虫菊酯类农药残留的回收率

序号	分析物	回收率(%)
1	联苯菊酯(氟氯菊酯, Bifenthrin)	105
2	甲氰菊酯(Fenpropathrin)	105
3	氟氯氰菊酯(Cyhalothrin)	108
4	顺-氯菊酯(cis-Permethrin)	142
5	反-氯菊酯(trans-Permethrin)	142
6	氟氯氰菊酯-1(Cyfluthrin-1)	168
7	氟氯氰菊酯-2(Cyfluthrin-2)	89
8	氟氯氰菊酯-3(Cyfluthrin-3)	89
9	氟氯氰菊酯-4(Cyfluthrin-4)	89
10	氯氰菊酯(Cypermethrin)	112
11	醚菊酯(Ethofenprox)	95
12	氟硅菊酯(Silafluofen)	153
13	氟戊菊酯(Fenvalerate)	115
14	高氟戊菊酯(Esfenvalerate)	115
15	溴氰菊酯(Deltamethrin)	110

## CNWBOND Alumina (氧化铝)

氧化铝是一类极性很强的吸附填料，性质接近硅胶，但是氧化铝在高pH值的条件下比硅胶更稳定。它通常用于去除芳香族和脂肪族的化合物。

技术参数：目数100-300目，中性氧化铝 pH ~7.0，酸性氧化铝 pH ~4.5，碱性氧化铝 pH ~9.5，活度Brockman Act. I。

描述	订货号	价格
<b>CNWBOND Alumina-N苏丹红专用SPE小柱</b>		
1g/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1808	797
<b>CNWBOND Alumina-N 中性氧化铝 SPE小柱</b>		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA1851	705
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1853	505
1g/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1849	797
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1854	760
1g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1855	820
2g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1856	884
中性氧化铝填料, 100g	SBEQ-CA1801	1378
<b>CNWBOND Alumina-A 酸性氧化铝 SPE小柱</b>		
50mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA1750	691
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1753	505
1g/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1749	797
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1754	760
1g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1755	820
2g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1756	884
酸性氧化铝填料, 100g	SBEQ-CA1701	1378
<b>CNWBOND Alumina-B 碱性氧化铝 SPE小柱</b>		
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1953	505
1g/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1949	797
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1954	760
2g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1956	884
1g/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA1957	850
碱性氧化铝填料, 100g	SBEQ-CA1901	1085

### 其他典型应用：

- 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定 (GB/T 20361-2006 操作步骤请见第15页)
- 进出口粮谷中多种氨基甲酸酯类农药残留量的检测方法 (SN/T 2085-2008)

### 应用一：辣椒酱中苏丹红 I、II、III、IV 染料的检测 (参考方法：GB/T 19681-2005)

样品提取：	5g辣椒酱加入10mL的正己烷:丙酮=3:1，混匀超声15min，离心后取正己烷层，残渣再用2次5mL正己烷超声提取。合并正己烷层，加入适量无水硫酸钠脱水，0.45μm滤膜过滤后氮气浓缩至5mL作待净化液：
SPE活化：	CNWBOND Alumina-N 苏丹红专用 SPE 小柱(订货号：SBEQ-CA1808)预先用5mL正己烷活化：
上样：	待净化液以1滴/秒的流速过柱，再用3×5mL正己烷淋洗后抽干小柱：
洗脱：	5mL含5%丙酮的正己烷溶液洗脱，氮气吹干后用甲醇定容至1mL，UV-HPLC测定。

#### UV-HPLC测定条件：

色谱柱： Cnwsil C18, 15cm×4.6mm I.D., 5μm  
 流动相： 乙腈:水 (95:5)  
 流速： 1.0mL/min  
 柱温： 35℃  
 检测器： UV-Vis 500nm  
 进样量： 20μL

表1. 苏丹红专用SPE提取辣椒酱中苏丹红的回收率

序号	分析物	回收率(%)
1	苏丹红 I (Sudan I)	86
2	苏丹红 II (Sudan II)	88
3	苏丹红 III (Sudan III)	82
4	苏丹红 IV (Sudan IV)	82

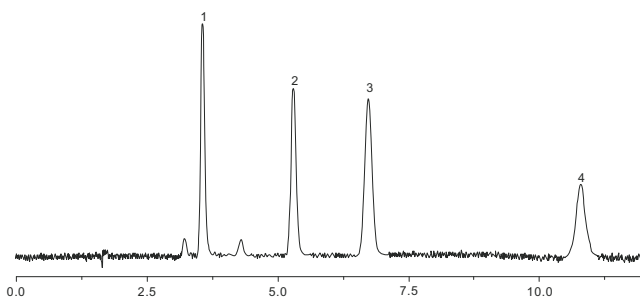


图1. 辣椒酱中添加苏丹红 I、II、III、IV 染料的图谱

## 应用二：柑橘和果汁中柑桔红2号染料的检测

样品提取:	5g果汁加入10mL的正己烷:丙酮=3:1 (5g桔皮加入10mL正己烷), 混匀超声15min, 离心后取正己烷层, 残渣再用2次5mL正己烷超声提取。合并正己烷层, 加入适量无水硫酸钠脱水, 0.45μm滤膜过滤后氮气浓缩至5mL作待净化液;
SPE活化:	CNWBOND Alumina-N 苏丹红专用 SPE 小柱(订货号: SBEQ-CA1808)预先用5mL正己烷活化;
上样:	待净化液以1滴/秒的流速过柱, 再用5mL正己烷淋洗后抽干小柱;
洗脱:	3×2.5mL正己烷:丙酮(4:1)溶液洗脱, 氮气吹干后用甲醇定容至1mL, UV-HPLC测定。

UV-HPLC测定条件:

色谱柱: Cnwsil C18, 15cm×4.6mm I.D., 5μm  
 流动相: 乙腈:水 (80:20)  
 流速: 1.0mL/min  
 柱温: 35℃  
 检测器: UV-Vis 500nm  
 进样量: 20μL

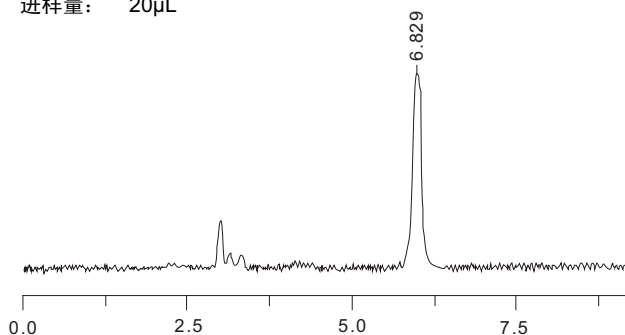


图2: 添加1ppm柑桔红2号的桔皮, 回收率99.97%

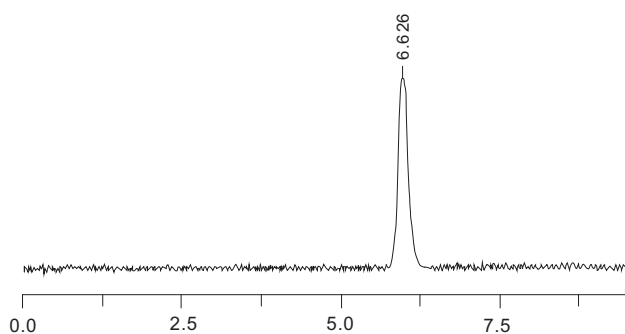


图3: 添加1ppm柑桔红2号的果汁, 回收率98.75%

## 应用三：饲料中磺胺类药物的测定

(参考方法: GB/T 19542-2007)

样品提取:	2g饲料中加入35mL乙腈旋涡震荡提取30分钟, 离心后取上清液, 残渣再用10mL乙腈分3次洗涤, 合并上清液, 乙腈定容到50mL做待净化液;
SPE活化:	CNWBOND Alumina-B碱性氧化铝SPE 小柱(订货号: SBEQ-CA1949)预先用5mL乙腈活化;
上样:	准确吸取4mL待净化液以1滴/秒的流速过柱, 低真空抽干小柱;
洗脱:	2×2mL液相色谱流动相(见测定条件)洗脱, 定容至4mL后UV-HPLC测定。

UV-HPLC测定条件:

色谱柱: Cnwsil C18, 15cm×4.6mm I.D., 5μm  
 流动相: 750mL去离子水中加入3mL冰醋酸, 再加入250mL乙腈  
 流速: 1.0mL/min  
 柱温: 25℃  
 检测器: UV 270nm  
 进样量: 20μL

表1. 碱性氧化铝SPE提取饲料中磺胺类药物的回收率

序号	分析物	回收率(%)
1	磺胺嘧啶(Sulfadiazine)	96
2	磺胺二甲基嘧啶(Sulfamethazine)	97
3	磺胺间甲氧嘧啶(Sulfamonomethoxine)	97
4	磺胺甲恶唑(Sulfamethoxazole)	96
5	磺胺喹恶啉(Sulfachinoxalin)	89

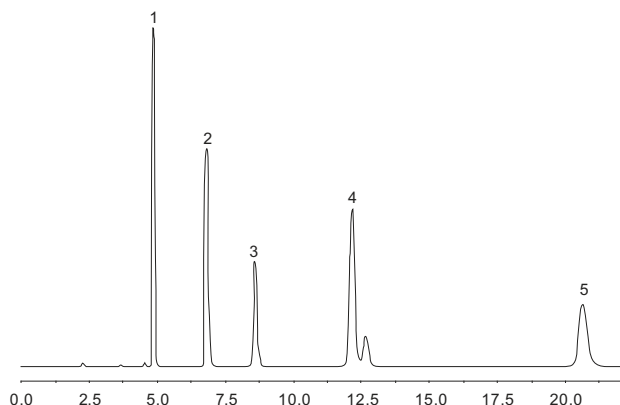
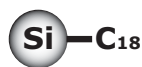


图4. 饲料中添加磺胺类药物的图谱

## CNWBOND HC-C18



CNWBOND HC-C18属于最常用的硅胶基质反相SPE小柱，通过疏水性作用萃取非极性化合物，其选择性很广。由于其从水溶液体系中能保留大多数有机物，所以对有机物的结构要求并不苛刻。此外，C18也可以在离子交换之前使水溶液脱盐。CNWBOND HC-C18具有较高的含碳量和高疏水性，可以大大增加载样量和回收率，17%的含碳量同时也可以耐受极端的pH值。

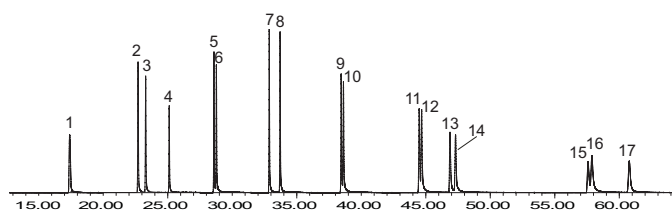
C18常用于净化、提取、浓缩环境水样中的污染物如多环芳烃、食品饮料中的农药残留以及生物流体中的药物和代谢物等。

技术参数：粒径40-63 $\mu$ m，平均孔径 60Å，含碳量17%，封尾。

## 典型应用：饮用水中多环芳烃的检测

样品前处理步骤：

1. 250mL~1L水样室温下用6N HCl调节至pH<2，加入2mL甲醇充分混匀，作为待净化液；
2. CNWBOND HC-C18 SPE小柱(1g/6mL或2g/6mL)预先用6mL二氯甲烷，6mL甲醇和6mL去离子水活化；
3. 缓慢加入待净化液至活化后的SPE小柱中，流速约为5mL/min，再用6mL去离子水淋洗小柱，低真空下抽干，最后用3 $\times$ 1mL二氯甲烷洗脱；
4. 收集全部过柱的洗脱液，常温下用微弱的氮气浓缩至0.5mL左右，加入0.5mL与被测物浓度相当的内标物十二氘代萘(萘-d12)，GC-MSD测定(内标法定量)。



GC-MSD测定条件：

色谱柱：DB-5MS, 60m $\times$ 0.25mm I.D., 0.25 $\mu$ m

升温程序：100 $^{\circ}$ C(1min), 6 $^{\circ}$ C/min至300 $^{\circ}$ C(30min),

进样口：不分流(10min), 280 $^{\circ}$ C

检测器：MSD, 280 $^{\circ}$ C

扫描范围：m/z 50-450

载气：He, 1.0mL/min

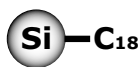
进样量：1.0 $\mu$ L

描述	订货号	价格
CNWBOND HC-C18 SPE小柱		
50mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA0850	815
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA0851	1217
200mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0852	580
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0853	630
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA0854	783
1g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA0855	1078
2g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA0856	1939
2g/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA0858	1179
5g/35mL, 20支/盒	SBEQ-CA0859	2258
10g/60mL, 16支/盒	SBEQ-CA0861	2982
HC-C18 填料, 100g	SBEQ-CA0801	3500

表1. HC-C18提取饮用水中多环芳烃的回收率

序号	分析物	回收率(%)
1	萘 (Naphthalene)	83
2	萘烯 (Acenaphthylene)	88
3	萘 (Acenaphthene)	85
4	芴 (Fluorene)	91
5	菲 (Phenanthrene)	95
6	蒽 (Anthracene)	95
7	荧蒽 (Fluoranthene)	98
8	芘 (Pyrene)	98
9	苯并[a]蒽 (Benzo[a]anthracene)	100
10	屈 (Chrysene)	99
11	苯并[b]荧蒽 (Benzo[b]fluoranthene)	98
12	苯并[k]荧蒽 (Benzo[k]fluoranthene)	98
13	苯并[a]芘 (Benzo[a]pyrene)	96
15	茚并[1,2,3-cd]芘 (Indeno[1,2,3-cd]pyrene)	100
16	二苯并[a,h]蒽 (Dibenzo[a,h]anthracene)	102
17	苯并[g,h,i]芘 (Benzo[g,h,i]perylene)	101

## CNWBOND LC-C18



CNWBOND LC-C18含碳量比HC-C18低，所以具有其独特的选择性，它更适合于极性化合物或者由于非极性过大而在HC-C18保留太强的物质。

技术参数：粒径40-63 $\mu$ m，平均孔径 60Å，含碳量11%，封尾。

**典型应用：**进出口动物源食品中克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林残留量的检测 (SN/T 1924-2007)

样品提取：	10g样品加入20mL乙酸铵缓冲液(pH5.2)，充分混匀后加入50 $\mu$ L $\beta$ -盐酸葡萄糖醛酰酶-芳基硫酸酯酶，加盖超声15min，37 $^{\circ}$ C酶解16h，离心取5mL上清液作待净化液。
SPE活化：	CNWBOND LC-C18小柱(500mg/3mL，上层)和CNWBOND SCX小柱(500mg/3mL，下层)用小柱接头装好，依次用5mL甲醇，5mL去离子水，5mL 0.03N HCl活化。
上样：	5mL待净化液以1滴/秒的流速过柱。
淋洗：	5mL去离子水，5mL甲醇，低真空抽干，弃去LC-C18小柱
洗脱：	12mL 3%氨水乙酸乙酯溶液洗脱SCX小柱(40 $^{\circ}$ C下氮气吹干后用乙腈:水(1:9)定容至1mL后LC-MS测定)

**典型应用：**地下水中三嗪类除草剂(西玛津、阿特拉津、扑灭津)残留量的测定

样品提取：	20mL地下水样先用0.45 $\mu$ m的滤膜过滤，以除去颗粒杂质。
SPE活化：	CNWBOND LC-C18小柱(500mg/3mL)先用2mL甲醇和2mL去离子水活化。
上样：	20mL地下水样最好以1滴/秒的流速过柱。
淋洗：	1mL去离子水:乙腈:甲醇(4:3:1)
洗脱：	1mL甲醇(最后用去离子水定容至2mL后HPLC-UV测定)

描述	订货号	价格
CNWBOND LC-C18 SPE小柱		
50mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA0950	815
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA0951	1217
200mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0952	580
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0953	630
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA0954	783
1g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA0955	1078
2g/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA0958	1179
5g/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA0947	2200
5g/35mL, 20支/盒	SBEQ-CA0959	2258
10g/60mL, 16支/盒	SBEQ-CA0961	2982
LC-C18 填料, 100g	SBEQ-CA0901	3500

**典型应用：**肉与肉制品 氯霉素含量的测定 (GB/T 9695.32-2009)

样品提取：	10g样品加入无水硫酸钠和30mL乙酸乙酯均质，离心取乙酸乙酯层，旋蒸后溶于1mL甲醇-氯化钠溶液和4mL正己烷，充分混匀，离心后吸去正己烷，加入4mL乙酸乙酯，再混匀离心取乙酸乙酯层，吹干重新溶于5mL去离子水作待净化液。
SPE活化：	CNWBOND LC-C18小柱(200mg/3mL)先用5mL甲醇和5mL去离子水活化。
上样：	5mL待净化液以1滴/秒的流速过柱。
淋洗：	5mL去离子水:甲醇(8:2)
洗脱：	25mL甲醇(最后于50 $^{\circ}$ C下氮气吹干衍生化后GC-MS测定)

**其他应用：**

- 进出口植物性产品中氟草津、氟草隆、莠去津、敌稗、利谷隆残留量检验方法 (SN/T 1605-2005)
- 皮革中六价格的测定 (DIN EN ISO 17075:2008-02)

## 典型应用：水产品中氯霉素残留量的测定 (参考方法：SC/T 3018-2004)

样品前处理步骤：

1. 5g样品加入20mL乙酸乙酯，均质，离心取上层，再用10mL乙酸乙酯重复提取一次，合并提取液，旋转蒸发至干；
2. 加入1mL甲醇溶解残留物，再加入15mL正己烷和25mL4%氯化钠溶液，充分混匀后离心弃去正己烷层；
3. 水相溶液中加入15mL乙酸乙酯，混匀离心后取上清液，下层再用5mL乙酸乙酯提取一次，合并两次提取液，过适量无水硫酸钠脱水后于40℃旋转蒸发至干，再用5mL 5%乙腈水溶液溶解残留物作为待净化液；
4. CNWBOND LC-C18 SPE小柱(500mg/3mL或200mg/3mL)先用5mL甲醇，5mL去离子水活化；
5. 5mL待净化液以1滴/秒的流速过小柱后，用5mL去离子水淋洗，低真空抽干后用2×3mL乙腈洗脱；
6. 收集洗脱液，50℃下氮气吹干，加入适量BSTFA:TMCS(99:1)衍生化后GC-ECD测定。

GC-ECD测定条件：

- 色谱柱： CD-5, 30m×0.25mm I.D., 0.25μm  
 升温程序： 150℃(1min), 15℃/min至260℃(10min),  
 30℃/min至280℃(5min)  
 进样口： 不分流, 260℃  
 检测器： ECD, 300℃  
 载气： N2, 1.0mL/min  
 进样量： 2.0μL

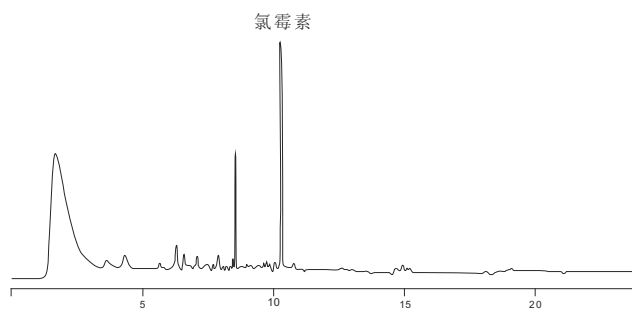


图1：添加45ppb氯霉素的水产品，回收率98.7%

## CNWBOND C8



C8属于中等疏水性，它非常适合于分离在C18上保留过强的化合物。C8常用于提取血清中脂溶性和水溶性的维生素以及废弃物中的农药等。

技术参数：粒径40-63μm，平均孔径 60Å，含碳量12%，封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND C8 SPE小柱		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA0551	1217
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0553	1045
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA0554	783
1g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA0555	1078
2g/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA0558	2303
10g/60mL, 16支/盒	SBEQ-CA0561	3450
C8 填料, 100g	SBEQ-CA0501	3500

## CNWBOND C4

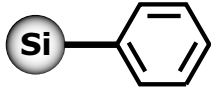


C4通常用于提取水溶液中的大分子蛋白质和肽这类在3D结构中包埋有极大的亲水性或疏水性基团的物质。

技术参数：粒径40-63μm，平均孔径 60Å，含碳量8%，封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND C4 SPE小柱		
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0353	1830

## CNWBOND PHE (苯基)



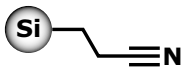
苯基小柱属于中等极性，它的保留能力类似于C8，但是选择性不同，尤其是对于含有芳香环和脂肪酸的平面分子和共轭分子。

技术参数：粒径40-63 $\mu$ m，平均孔径 60Å，含碳量9%，封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND PHE 苯基SPE小柱		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA1251	1217
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1253	1045



## CNWBOND CN (氰基)



CN氰丙基小柱可被用于正相或反相两种分离模式，它比硅胶的极性更弱，比C18或C8的极性更强，通常被用于提取水溶液中的酸性、中性和碱性化合物。

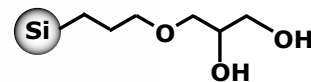
技术参数：粒径40-63 $\mu$ m，平均孔径 60Å，含碳量7%，封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND CN 氰基SPE小柱		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA1451	1638
200mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1452	876
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1453	1381
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA1454	1162
5g/35mL, 20支/盒	SBEQ-CA1459	2545
10g/60mL, 16支/盒	SBEQ-CA1461	3780

CNWBOND系列的反相SPE小柱还包括：

描述	订货号	价格
CNWBOND C1 SPE小柱 (含碳量5%，封尾)		
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0153	1829
CNWBOND C2-ne SPE小柱 (含碳量6%，未封尾)		
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0253	1829
CNWBOND C4-ne SPE小柱 (含碳量8%，未封尾)		
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0453	1829
CNWBOND C8-ne SPE小柱 (含碳量12%，未封尾)		
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0653	1829
CNWBOND C12 SPE小柱 (含碳量16%，封尾)		
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA0753	6631
CNWBOND C18-ne SPE小柱 (含碳量17%，未封尾)		
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1053	1829
CNWBOND CYH 环己烷SPE小柱 (含碳量10%，封尾)		
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA1153	2745

## CNWBOND Diol (二醇基)



Diol二醇基作为极性填料用于正相色谱分离，它的分离性质类似于硅胶，但是在溶剂配比不同的情况下与硅胶有不同的选择性，通常被用于分离生物流体中的药物和代谢物。

技术参数：粒径40-63 $\mu$ m，平均孔径60Å，含碳量7%，未封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND Diol 二醇基SPE小柱		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA2051	1638
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA2053	1381

## CNWBOND NH<sub>2</sub> (氨基)



NH<sub>2</sub>氨基性质偏极性，其官能团作用主要是氢键和离子交换。CNWBOND NH<sub>2</sub>的pKa为9.8，属于弱阴离子交换剂，当pH ≤ 7.8时，氨基官能团带上正电荷，适合分离在强阴离子交换剂如SAX上保留过强的阴离子如磷酸等。典型应用包括生物流体中肽类、药物和代谢物的分离以及糖类、固醇和甘油三酸酯的提取。

技术参数：粒径40-63μm，平均孔径 60Å，  
离子交换容量1.6 meq/g，封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND NH <sub>2</sub> 氨基SPE小柱 (正相和弱阴离子交换)		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA2151	1638
200mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA2152	640
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA2153	824
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA2154	1317
1g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA2155	1700
2g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA2156	2500
NH <sub>2</sub> 氨基填料, 100g	SBEQ-CA2101	3900

### 典型应用:

- 动物源性食品中玉米赤霉醇类药物残留检测 (农业部1025号公告-19-2008)
- 果蔬中有机磷农药残留量的测定

表1. 氨基SPE提取甜椒中氨基甲酸酯类农药的回收率

序号	分析物	回收率(%)
1	涕灭威亚砷(Aldicarb-sulfoxide)	96
2	涕灭威砷(Aldicarb-sulfone)	98
3	灭多威(Methomyl)	100
4	3-羟基克百威(Carbofuran-3-hydroxy)	99
5	涕灭威(Aldicarb)	99
6	克百威(Carbofuran)	97
7	甲萘威(Carbaryl)	98

典型应用：蔬菜和水果中氨基甲酸酯类农药测定 (参考方法：NY/T 761-2008)

样品提取:	25g试样中加入50mL乙腈，匀浆，离心后取上清液，加入5g-7g氯化钠，充分混匀后离心。吸取10mL乙腈层常温下微弱的氮气吹至近干，再加入2mL甲醇:二氯甲烷(1:99)溶解残留物后做待净化液；
SPE活化:	CNWBOND NH <sub>2</sub> 氨基SPE 小柱(订货号：SBEQ-CA2154)预先用4 mL甲醇:二氯甲烷(1:99)活化；
上样:	2mL待净化液以1滴/秒的流速过柱；
洗脱:	收集过柱溶液，再用4mL甲醇:二氯甲烷(1:99)洗脱，常温下微弱的氮气吹至近干后用甲醇定容至2.5mL，FLD-HPLC测定。

FLD-HPLC测定条件:

色谱柱: Cnwsil C18, 25cm×4.6mm I.D., 5μm

时间 (min)	水 (%)	甲醇 (%)	流速 (mL/min)
0	85	15	0.5
2	75	25	0.5
8	75	25	0.5
9	60	40	0.8
10	55	45	0.8
19	20	80	0.8
25	20	80	0.8
26	85	15	0.5

柱温: 42℃

检测器: 荧光检测器, λ<sub>ex</sub>330nm, λ<sub>em</sub>465nm

柱后衍生: 0.05mol/L NaOH溶液和OPA试剂, 流速0.3 mL/min; 水解温度 100℃, 衍生温度室温。

进样量: 20μL

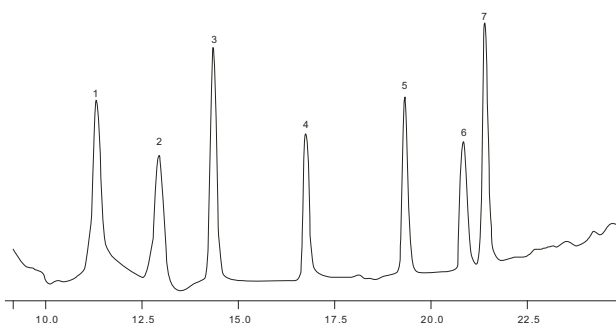
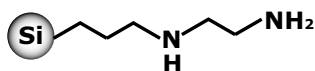


图1. 甜椒中添加七种氨基甲酸酯类农药的图谱

## CNWBOND PSA (乙二胺-N-丙基)



乙二胺基-N-丙基 (CNWBOND PSA) 的选择性与氨基类似, 同时可作为正相或反相小柱, 极性比C18更强而比硅胶更弱, 所以, 对中等极性或极性范围较广的多种化合物处于不同体系中均具有良好的选择性。它也可作为弱阴离子交换小柱, CNWBOND PSA含有的两个氨基官能团提供了更高的离子交换容量以及表现出两个pKa值, pKa 10.1和pKa 10.9。因此, CNWBOND PSA可有效去除食品中影响农残检测的脂肪酸 (包括油酸、棕榈酸、亚油酸等)、有机酸、一些极性色素以及糖类干扰物, 同时, 它也是很有用的螯合剂。

技术参数: 粒径40-63 $\mu$ m, 平均孔径 60 $\text{\AA}$ ,  
离子交换容量1.4 meq/g, 封尾。

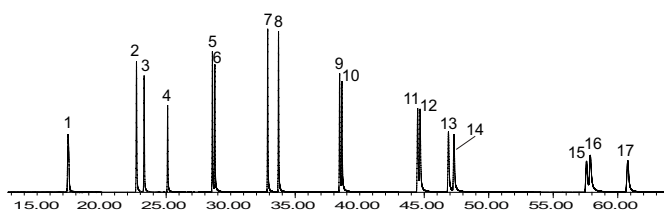
## 典型应用: 染料和油墨中多环芳烃的检测

此SPE过柱方法同样适用于土壤、塑料原料、脱模剂、矿物油、橡胶及其制品中多环芳烃的检测, 其回收率和稳定性远远大于传统的硅胶小柱, 同时极大地去除了GC-MS检测中的干扰杂质, 使定量更精准, 效率更高。

表1. CNWBOND PSA提取多环芳烃的回收率

序号	分析物	回收率(%)
1	萘 (Naphthalene)	76
2	茈萘 (Acenaphthylene)	91
3	茈 (Acenaphthene)	85
4	芴 (Fluorene)	88
5	菲 (Phenanthrene)	95
6	蒽 (Anthracene)	95
7	荧蒽 (Fluoranthene)	98
8	芘 (Pyrene)	98
9	苯并[a]蒽 (Benzo[a]anthracene)	100
10	屈 (Chrysene)	99
11	苯并[b]荧蒽 (Benzo[b]fluoranthene)	98
12	苯并[k]荧蒽 (Benzo[k]fluoranthene)	96
13	苯并[a]芘 (Benzo[a]pyrene)	98
15	茚并[1,2,3-cd]芘 (Indeno[1,2,3-cd]pyrene)	98
16	二苯并[a,h]蒽 (Dibenzo[a,h]anthracene)	99
17	苯并[g,h,i]芘 (Benzo[g,h,i]perylene)	95

描述	订货号	价格
CNWBOND PSA 乙二胺基-N-丙基SPE小柱 (弱阴离子交换)		
50mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA2450	978
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA2451	1279
200mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA2452	1550
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA2453	1850
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA2454	1411
1g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA2455	2081
2g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA2456	3890
PSA 填料, 100g	SBEQ-CA2401	3639



GC-MSD测定条件:

色谱柱: DB-5MS, 60m $\times$ 0.25mm I.D., 0.25 $\mu$ m升温程序: 100 $^{\circ}$ C (1min), 6 $^{\circ}$ C/min至300 $^{\circ}$ C (30min),进样口: 不分流(10min), 280 $^{\circ}$ C检测器: MSD, 280 $^{\circ}$ C

扫描范围: m/z 50-450

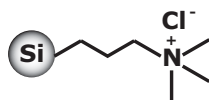
载气: He, 1.0mL/min

进样量: 1.0 $\mu$ L

样品前处理步骤:

- 2g样品加入5mL二氯甲烷, 充分混匀, 离心取二氯甲烷层, 可重复提取2-3次;
- 合并二氯甲烷提取液, 常温下用微弱的氮气吹至近干, 加入1mL正己烷溶解作为待净化液;
- CNWBOND PSA SPE小柱预先用5mL正己烷活化;
- 1mL待净化液加入到活化后的SPE小柱中, 再各用1 mL正己烷两次洗涤样品容器后淋洗小柱, 最后用5mL正己烷:二氯甲烷(3:2)洗脱;
- 收集全部过柱的洗脱液, 常温下用微弱的氮气浓缩至0.5mL左右, 加入0.5mL与被测物浓度相当的内标物十二氘代芘(芘-d12), GC-MSD测定(内标法定量)。

## CNWBOND SAX (季胺)

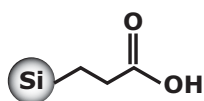


CNWBOND SAX强阴离子交换小柱的官能团是季胺基团，它几乎在任何条件下都带正电荷，所以非常适合吸附弱阴离子如羧酸等。CNWBOND SAX的反离子是Cl<sup>-</sup>，在活化时采用合适的缓冲液更能激活离子交换作用。

技术参数：粒径40-63μm，平均孔径 60Å，  
离子交换容量1.1 meq/g，未封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND SAX SPE小柱 (强阴离子交换, 季胺官能团)		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA2551	1638
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA2553	1279

## CNWBOND WCX (羧酸)



CNWBOND WCX填料键和了中等极性的羧酸基团，它的pKa为4.5，所以作为弱阳离子交换小柱，不需要碱性很强的条件来洗脱分析物。WCX尤其适合于吸附强阳离子，这类强阳离子与SCX吸附后很难洗脱下来。

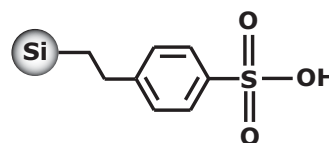
技术参数：粒径40-63μm，平均孔径 60Å，  
离子交换容量1.4 meq/g，封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND WCX SPE小柱 (弱阳离子交换, 羧酸官能团)		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA2651	1519
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA2653	1279
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA2654	1489

### 典型应用:

- 可食动物肌肉中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定 (GB/T 20764-2006)
- 蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定方法 (GB/T 18932.4-2002和GB/T 18932.23-2003)

## CNWBOND SCX (苯磺酸)



CNWBOND SCX 作为最强的阳离子交换小柱，其官能团为苯磺酸。此外，由于苯环的非极性，提取水溶液中的样品时显示出阳离子交换和非极性吸附的双重性质。

技术参数：粒径40-63μm，平均孔径 60Å，  
离子交换容量0.8 meq/g，封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND SCX SPE小柱 (强阳离子交换, 苯磺酸官能团)		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA2851	1638
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA2853	1279
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA2854	1139
SCX 填料, 100g	SBEQ-CA2801	3900

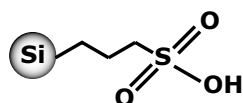
典型应用：植物性产品中三嗪类除草剂(西玛津、阿特拉津、扑灭津)残留量的测定

样品提取:	5g样品加入4g无水硫酸钠和20mL二氯甲烷:丙酮(4:1)，混匀后离心取2mL上清液作待净化液。
SPE活化:	CNWBOND SCX 小柱(500mg/3mL)预先用1mL二氯甲烷活化。
上样:	2mL待净化液以1滴/秒的流速过柱。
淋洗:	2×2mL乙腈，低真空抽干，2×2mL去离子水
洗脱:	1.5mL甲醇 (最后用去离子水定容至2mL后HPLC-UV测定)

### 其他应用:

- 进出口动物源食品中克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、特布他林残留量的检测 (SN/T 1924-2007 操作步骤请见第9页)

## CNWBOND PRS (丙磺酸)



CNWBOND PRS是强阳离子交换小柱，但酸性比SCX要弱，它适用于弱阳离子如吡啶类化合物，典型应用包括水样或生物样品中的孔雀石绿和结晶紫以及其他碱性物质。

技术参数：粒径40-63 $\mu$ m，平均孔径 60Å，  
离子交换容量1.0 meq/g，封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND PRS SPE小柱 (强阳离子交换, 丙磺酸官能团)		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA2751	1706
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA2753	1837
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA2754	1816
PRS 填料, 100g	SBEQ-CA2701	3980

典型应用：水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定  
(GB/T 20361-2006)

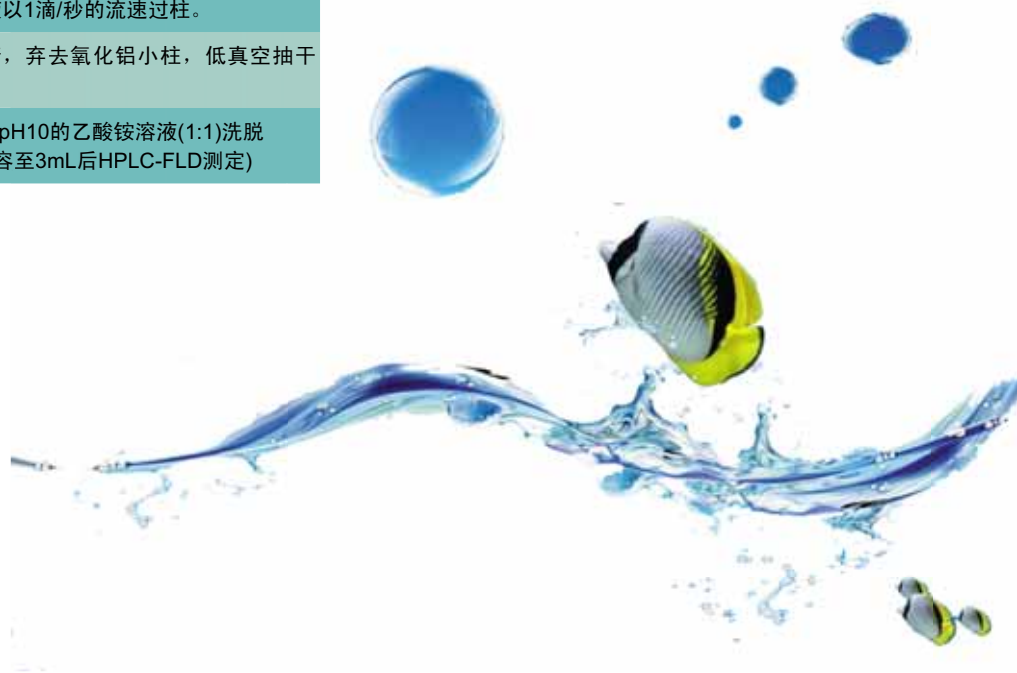
样品提取:	5g样品中残留的孔雀石绿或结晶紫用硼氢化钾还原为相应代谢产物隐色孔雀石绿或隐色结晶紫，乙腈-乙酸铵混合液提取，二氯甲烷液液萃取，用2.5mL乙腈溶解浓缩后的残渣作待净化液。
SPE活化:	CNWBOND中性氧化铝小柱(500mg/3mL, 上层)和CNWBOND PRS小柱(500mg/3mL, 下层)用小柱连接头装好，用5mL乙腈活化。
上样:	2.5mL待净化液以1滴/秒的流速过柱。
淋洗:	2 $\times$ 2.5mL乙腈，弃去氧化铝小柱，低真空抽干PRS小柱
洗脱:	3mL乙腈:0.1N pH10的乙酸铵溶液(1:1)洗脱(最后用乙腈定容至3mL后HPLC-FLD测定)

CNWBOND C8/SCX  
CNWBOND C8/SAX

C8/SCX和C8/SAX小柱填料键和了C8和SCX或SAX的混合相，显示出在吸附中性、酸性、碱性和两性离子化合物的双重性质，这类混合型离子交换小柱非常适合于净化水溶液中带电荷的或中性化合物，如生物流体中的药物和代谢物等。

技术参数：粒径40-63 $\mu$ m，平均孔径 60Å，封尾。

描述	订货号	价格
CNWBOND C8/SCX SPE小柱		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA2951	1656
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA2953	1525
CNWBOND C8/SAX SPE小柱		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA3051	1166
500mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA3053	1525



## Poly-Sery PSD (苯乙烯/二乙烯苯共聚物)

Poly-Sery PSD 作为一种高交联度、中性的、特殊洁净的苯乙烯/二乙烯苯共聚物，通常用于反相条件下保留含有亲水基团的疏水性化合物。PSD聚合物可耐受极端pH环境，它的典型应用是从水溶液中提取芳香族化合物和苯酚（苯酚由于其水溶性太强而很难在反相条件下保留在C18小柱上）。

技术参数：粒径80-160 $\mu\text{m}$ ，孔径110-175 $\text{\AA}$ ，  
比表面积900 $\text{m}^2/\text{g}$ 。

描述	订货号	价格
Poly-Sery PSD 聚苯乙烯/二乙烯苯SPE小柱		
100mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA3551	2426
250mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA3563	1445
250mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA3564	1247
500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA3554	1491
PSD填料, 50g	SBEQ-CA3500	4869

### 典型应用：水样中苯酚类物质的检测

样品提取：	100mL水样，调节至pH5.0左右（若有明显颗粒物，可预先用0.45 $\mu\text{m}$ 的滤膜过滤）作待净化液
SPE活化：	Poly-Sery PSD 小柱(250mg/6mL)预先用6mL乙酸乙酯，6mL甲醇，6mL去离子水活化
上样：	100mL待净化液以不超过5mL/min的流速过柱，待全部过柱后低真空抽干PSD小柱
洗脱：	2 $\times$ 2.5mL乙酸乙酯洗脱苯酚类物质（最后用乙酸乙酯定容至5mL后GC-FID测定）

GC-MSD测定条件：

色谱柱： CD-5, 15m $\times$ 0.53mm I.D., 0.5 $\mu\text{m}$

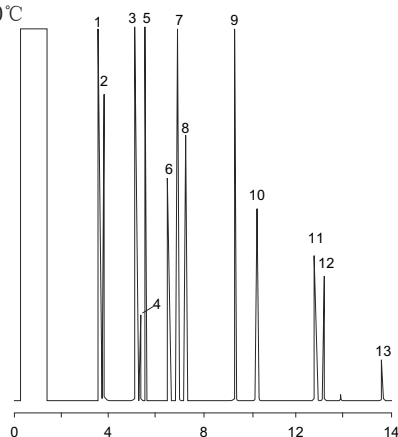
升温程序： 65 $^{\circ}\text{C}$ 至185 $^{\circ}\text{C}$ (10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，保持1min)，20 $^{\circ}\text{C}/\text{Min}$ 至275 $^{\circ}\text{C}$ (5min)

进样口： 不分流(45s), 200 $^{\circ}\text{C}$

检测器： FID, 330 $^{\circ}\text{C}$

载气： N<sub>2</sub>, 1.0mL/min

进样量： 1.0 $\mu\text{L}$



## Poly-Sery MAX(混合型强阴离子)

Poly-Sery MAX SPE是混合型强阴离子交换小柱，它对酸性和中性化合物有很好的选择性。与传统的硅胶基质的小柱不同，MAX是改性的苯乙烯-二乙烯苯共聚物，其聚合物表面有亲水性和疏水性基团，在pH0-14的范围内都非常稳定，并具有良好的水浸润性。因此，它显示出对多种不同分析物独特的选择性，Poly-Sery MAX 广泛应用于净化不同基质如血清、尿液、塑料制品或者食品中的酸性和中性化合物，如奶粉及奶制品中三聚氰胺的检测。

技术参数：平均粒径40 $\mu\text{m}$ 或100 $\mu\text{m}$ ，平均孔径100 $\text{\AA}$ ，  
比表面积600 $\text{m}^2/\text{g}$ ，离子交换容量0.3 meq/g。

描述	订货号	价格
Poly-Sery MAX SPE小柱 (混合型强阴离子交换)		
40 $\mu\text{m}$ , 30mg/1mL, 100支/盒	SBEQ-CA3378	1380
40 $\mu\text{m}$ , 60mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA3379	1200
40 $\mu\text{m}$ , 150mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA3381	1150
100 $\mu\text{m}$ , 500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA3354	1980

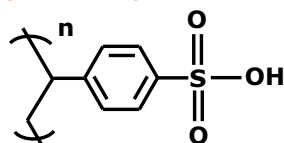
### 典型应用：

- 动物源性食品中玉米赤霉醇类药物残留检测  
(农业部1025号公告-19-2008)
- 婴儿配方奶粉中三聚氰胺和三聚氰酸残留量的检测  
(FDA LIB No. 4421)

表1. 采用Poly-Sery PSD小柱提取苯酚的回收率

序号	分析物	回收率(%)
1	苯酚(Phenol)	102
2	2-氯苯酚(2-Chlorophenol)	105
3	2-甲苯酚(2-Methylphenol)	107
4	邻溴苯酚(o-Bromophenol)	115
5	3-甲酚(3-Methylphenol)	105
6	2-硝基苯酚(2-Nitrophenol)	96
7	2,4-二甲基苯酚(2,4-Dimethylphenol)	105
8	2,4-二氯苯酚(2,4-Dichlorophenol)	106
9	4-氯-3-甲酚 (4-Chloro-3-methylphenol)	105
10	2,4,6-三氯苯酚(2,4,6-Trichlorophenol)	104
11	4-硝基苯酚(4-Nitrophenol)	100
12	2,3,4,6-四氯酚 (2,3,4,6-Tetrachlorophenol)	105
13	五氯苯酚(Pentachlorophenol)	98

## Poly-Sery MCX(混合型强阳离子)



Poly-Sery MCX SPE是混合型强阳离子交换小柱，它对碱性和中性化合物有很好的选择性。与传统的硅胶基质的小柱不同，MCX小柱的基质是改性的苯乙烯-二乙烯苯共聚物，其聚合物表面有亲水性和疏水性基团，在pH0—14的范围内都非常稳定，并具有良好的水浸润性。因此，它显示出对多种不同分析物独特的选择性，同时使样品前处理的方法开发更简单有效，并享有高回收率和重现性。Poly-Sery MCX 广泛应用于净化不同基质如血清、尿液、塑料制品或者食品中的碱性和中性化合物，如奶粉及奶制品中三聚氰胺的检测。

技术参数：平均粒径40μm或100μm，平均孔径100Å，  
比表面积600m<sup>2</sup>/g，离子交换容量0.8 meq/g。

### 典型应用：原料乳及乳制品中三聚氰胺的检测方法 (GB/T 22388-2008)

样品前处理步骤：

1. 2g奶粉(或液态奶、冰淇淋、奶糖等)样品中加入15mL 1%三氯乙酸溶液和5mL乙腈，超声振荡提取后离心；
2. 上清液经三氯乙酸溶液润湿的滤纸过滤后，用三氯乙酸溶液定容至25mL，吸取5mL滤液，加5mL去离子水混匀后作为待净化液；
3. Poly-Sery MCX SPE小柱(60mg/3mL)预先用3mL甲醇和3mL去离子水活化；
4. 10mL待净化液加入到活化后的SPE小柱中，然后用3mL去离子水和3mL甲醇淋洗，最后用2×3mL 5%氨水甲醇洗脱；
5. 收集洗脱液，40℃下氮气吹干，并重新定容于1mL液相色谱流动相，UV-HPLC测定。

UV-HPLC测定条件：

色谱柱：Cnwsil C18, 150mm×4.6mm I.D., 5μm

流动相：离子对试剂缓冲液:乙腈 (90:10),

离子对试剂缓冲液：称取2.02g己烷磺酸钠(或庚烷磺酸钠)和2.10g柠檬酸于1L容量瓶中，用水溶解后定容。

流速： 1.0mL/min

柱温： 40℃

检测器： UV 240nm

进样量： 20μL

描述	订货号	价格
Poly-Sery MCX SPE小柱 (混合型强阳离子交换)		
40μm,30mg/1mL,100支/盒	SBEQ-CA3278	1380
40μm,60mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA3279	1200
40μm,150mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA3281	1150
100μm,500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA3254	1980

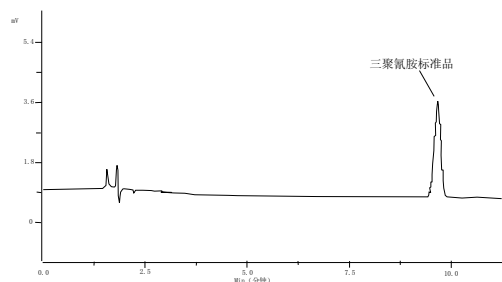


图1: 1ppm三聚氰胺标准品，回收率100.46%

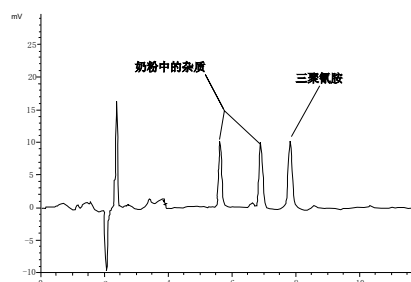


图2: 添加5ppm三聚氰胺的奶粉(品牌一)，回收率99.84%

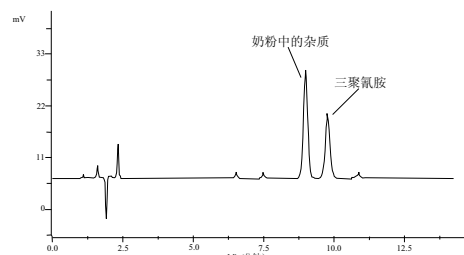


图3: 添加5ppm三聚氰胺的奶粉(品牌二)，回收率99.89%

## CNWBOND GCB/PSA (碳黑/PSA)

CNWBOND GCB/PSA(石墨化碳黑/乙二胺基-N-丙基)双层SPE小柱尤其适合于食品中农药多残留的检测,包括水果、蔬菜、肉类、水产品、谷物以及奶制品等,两种填料各发挥其独特优势去除GC分析中关键性的干扰物。

描述	订货号	价格
CNWBOND GCB/PSA SPE小柱		
200mg/200mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA5166	2293
200mg/200mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA5167	1506
500mg/500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA5169	2021

### 典型应用: 果蔬中有机磷农药的残留检测

Carbon-GCB石墨化碳黑尤其适于去除果蔬食品中的色素(如叶绿素和类胡萝卜素)和甾醇等。

PSA和NH<sub>2</sub>都可有效去除食品中影响农残检测的脂肪酸(包括油酸、棕榈酸、亚油酸等)、有机酸、一些极性色素以及糖类干扰物,其中PSA去除脂肪酸的效果可高达99%以上,极大降低了GC分析中由基质体系导致的信号干扰。

表1. 双层SPE提取果蔬中有机磷农药残留的回收率(%)

RT(min)	分析物	GCB/PSA	GCB/NH <sub>2</sub>
4.214	敌百虫(Dipterex)	56	135
8.943	敌敌畏(Dichlorvos)	109	83
10.004	甲胺磷(Methamidophos)	88	113
12.529	乙酰甲胺磷(Acephate)	55	134
13.639	甲拌磷(Phorate)	100	109
14.726	氧化乐果(Omethoate)	132	166
16.348	久效磷(Monocrotophos)	164	189
16.76	乐果(Dimethoate)	129	148
17.443	甲基对硫磷(Methyl Parathion)	121	135
18.119	毒死蜱(Chlorpyrifos)	106	119
18.354	甲基嘧啶磷(Pirimiphos-methyl)	108	123
18.726	马拉硫磷(Malathion)	112	125
19.031	杀螟硫磷(Fenitrothion)	109	124
19.682	对硫磷(Parathion)	110	125
20.278	水胺硫磷(Isocarbophos)	146	175
20.338	喹硫磷(Quinalphos)	114	130
25.849	三唑磷(Triazophos)	142	174

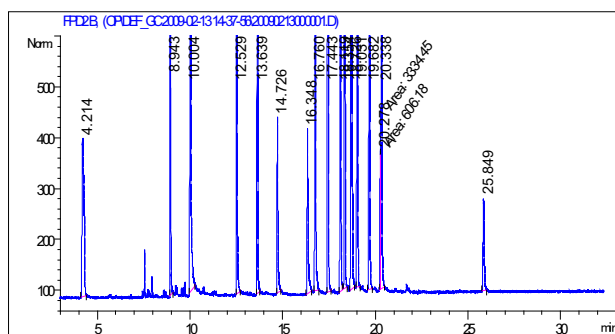
## CNWBOND GCB/NH<sub>2</sub> (碳黑/氨基)

CNWBOND GCB/NH<sub>2</sub>(石墨化碳黑/氨基)双层SPE小柱与GCB/PSA类似,适合于食品中农药多残留的检测。

描述	订货号	价格
CNWBOND GCB/NH <sub>2</sub> SPE小柱		
200mg/200mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA5066	2293
200mg/200mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA5067	1820
500mg/500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA5069	1980

样品前处理步骤:

1. 10g果蔬样品加入20mL乙腈,均质;
2. 加入2-4g NaCl,充分混匀,离心取上层乙腈液;
3. 加入适量无水硫酸钠至乙腈提取液中,充分混和,离心取上清液,并在35℃下旋转蒸发至1mL;
4. CNWBOND GCB/PSA或CNWBOND GCB/NH<sub>2</sub> SPE小柱预先用5mL乙腈:甲苯(3:1)活化;
5. 1mL乙腈提取液加入到活化后的SPE小柱中,然后用10-15mL乙腈:甲苯(3:1)洗脱;
6. 收集洗脱液,40℃下氮气吹干,并重新溶于1mL丙酮:正己烷(1:1),GC-FPD测定。



GC-FPD测定条件:

- 色谱柱: HP-5, 30m×0.25mm I.D., 0.25μm  
 升温程序: 50℃(1min), 15℃/min至200℃(2min),  
 5℃/min至260℃(8min)  
 进样口: 不分流, 250℃  
 检测器: FPD, 250℃  
 载气: N<sub>2</sub>, 1.0mL/min  
 进样量: 1.0μL

## CNWBOND Celite545 (硅藻土)

CNWBOND Celite545是一种助滤剂，通常是碳酸钠处理过的硅藻土，用于色谱分析及其他实验应用，如酒中氨基甲酸乙酯的净化。

技术参数：粒径≤125μm，pH>8.5。

描述	订货号	价格
<b>CNWBOND Celite545 SPE小柱</b>		
4g/12mL, 20支/盒	SBEQ-CA4099	650
Celite545填料, 100g	SBEQ-CA4001	580
<b>CNWBOND Celite545/Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> SPE小柱</b>		
4g/2g/12mL, 30支/盒	SBEQ-CA5489	895

## CNWBOND Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/Florisil

CNWBOND Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/Florisil双层SPE小柱的上层Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>有效去除样品中的水份残留，以使下层的Florisil更有效地发挥净化作用，它非常适合于GC-FID检测水质烃油指数（如地表水、废水和处理的污水）。

描述	订货号	价格
<b>CNWBOND Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/Florisil SPE小柱</b>		
2g/2g/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA5595	1388

## CNWBOND GCB/SAX/PSA CNWBOND GCB/NH<sub>2</sub>/Si

CNWBOND GCB/SAX/PSA 和CNWBOND GCB/NH<sub>2</sub>/Si两种三层小柱各自综合了三种不同填料的优势，广泛应用于肉类、水果、蔬菜等食品中多农药残留的检测。

描述	订货号	价格
<b>CNWBOND GCB/SAX/PSA SPE小柱</b>		
500mg/500mg/500mg/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA6090	2295
500mg/400mg/600mg/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA6091	2295
<b>CNWBOND GCB/NH<sub>2</sub>/Si SPE小柱</b>		
500mg/500mg/500mg/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA6190	2295
500mg/400mg/600mg/10mL, 20支/盒	SBEQ-CA6191	2290

## CNWBOND SAX/PSA

CNWBOND SAX/PSA双层小柱含有上层的SAX和下层的PSA两种填料，综合了SAX和PSA的优势，SAX可吸附基质中几乎所有的酸性杂质，PSA可有效去除食品中的脂肪酸，有机酸、极性色素和糖类。因此，SAX/PSA小柱极大地去除了体系中的杂质并提高了分析物的检测限，广泛应用于食品中多农药残留的检测。

描述	订货号	价格
<b>CNWBOND SAX/PSA SPE小柱</b>		
200mg/200mg/3mL, 50支/盒	SBEQ-CA5266	1538
200mg/200mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA5267	2127
300mg/600mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA5268	2127
500mg/500mg/6mL, 30支/盒	SBEQ-CA5269	2127

## CNWBOND GCB/SAX

CNWBOND GCB/SAX双层小柱可有效去除体系中的高含量色素和酸性杂质，广泛应用于食品中多农药残留的检测。

描述	订货号	价格
<b>CNWBOND GCB/SAX SPE小柱</b>		
250mg/500mg/6mL, 50支/盒	SBEQ-CA5388	2942

## SPE空柱管和滤片

描述	订货号	价格
1mL空柱管 (PP材质), 100个/包	SBEQ-CR0001	408
3mL空柱管 (PP材质), 100个/包	SBEQ-CR0003	550
6mL空柱管 (PP材质), 100个/包	SBEQ-CR0006	650
10mL空柱管 (PP材质), 100个/包	SBEQ-CR0010	918
35mL空柱管 (PP材质), 100个/包	SBEQ-CR0035	2750
60mL空柱管 (PP材质), 100个/包	SBEQ-CR0060	2980
1mL小柱滤片 (PE材质), 100个/包	SBEQ-CR01PE	160
3mL小柱滤片 (PE材质), 100个/包	SBEQ-CR03PE	170
6mL小柱滤片 (PE材质), 100个/包	SBEQ-CR06PE	180
10mL小柱滤片 (PE材质), 100个/包	SBEQ-CR10PE	340
35mL小柱滤片 (PE材质), 100个/包	SBEQ-CR35PE	720
60mL小柱滤片 (PE材质), 100个/包	SBEQ-CR60PE	980

## 基质分散固相萃取 (Dispersive SPE, dSPE)

基质分散固相萃取(dSPE), 通常又称为QuEChERS方法, 意为快速(Quick)、简单(Easy)、实惠(Cheap)、有效(Effective)、好用(Rugged)、安全(Safe)的样品前处理方法。此方法越来越广泛地用于食品及农产品中的多农药残留的检测。

dSPE方法过程:

样品首先用水溶性溶剂(如乙腈)加入到高含量的盐溶液(如NaCl或MgSO<sub>4</sub>)或者缓冲盐溶液(如柠檬酸盐)促使两相分离和提高农药的稳定性, 通过振荡和离心, 部分有机相提取液用于进一步SPE的纯化。与传统的SPE纯化方法不同, dSPE是把SPE的填料(如PSA, Carbon-GCB, C18等)和提取液混合, 达到净化效果, 然后再通过离心取上清液直接进色谱分析或者进行更进一步的处理。

### 典型应用: 果蔬中多农药残留检测

样品前处理步骤 (AOAC 2007.01方法):

1. 50mL 硫酸镁萃取管 (货号SBEQ-CA8114, 6g无水硫酸镁, 1.5g乙酸钠), 加入15mL 1% 醋酸乙腈溶液;
2. 振荡混匀, 添加内标;
3. 加入15g含水样品至硫酸镁萃取管, 充分振荡1min, 3700 rpm下离心1min;
4. 吸取一定量的上清液至dSPE纯化管 (如PSA纯化管、PSA/GCB纯化管、PSA/C18纯化管以及PSA/GCB/C18纯化管), 充分振荡1min, 3700 rpm下离心1min;
5. 直接吸取上清液进色谱分析。



描述	订货号	价格
<b>Dispersive SPE硫酸镁萃取管</b>		
6g无水硫酸镁, 1.5g乙酸钠, 15mL, 50支/盒	SBEQ-CA8113	1700
6g无水硫酸镁, 1.5g乙酸钠, 50mL, 50支/盒	SBEQ-CA8114	1700
4g无水硫酸镁, 0.5g氯化钠, 50mL, 50支/盒	SBEQ-CA8215	1600
<b>Dispersive SPE柠檬酸盐萃取管</b>		
4g无水硫酸镁, 1g NaCl, 0.5g 柠檬酸氢二钠, 1g柠檬酸钠, 15mL, 50支/盒	SBEQ-CA8010	1800
4g无水硫酸镁, 1g NaCl, 0.5g 柠檬酸氢二钠, 1g柠檬酸钠, 50mL, 50支/盒	SBEQ-CA8011	1800
<b>Dispersive SPE PSA 纯化管</b>		
150mg无水硫酸镁, 25mg PSA, 2mL, 100支/盒	SBEQ-CA8318	1200
150mg无水硫酸镁, 50mg PSA, 2mL, 100支/盒	SBEQ-CA8319	1250
900mg无水硫酸镁, 150mg PSA 15mL, 50支/盒	SBEQ-CA8320	1150
1.2g无水硫酸镁, 400mg PSA, 15mL, 50支/盒	SBEQ-CA8321	1200
<b>Dispersive SPE PSA/C18 纯化管</b>		
150mg无水硫酸镁, 50mg PSA, 50mg C18, 2mL, 100支/盒	SBEQ-CA8425	1300
900mg无水硫酸镁, 150mg PSA 150mg C18, 15mL, 50支/盒	SBEQ-CA8426	1200
1.2g无水硫酸镁, 400mg PSA, 400mg C18, 15mL, 50支/盒	SBEQ-CA8428	1300
<b>Dispersive SPE PSA/GCB 纯化管</b>		
150mg无水硫酸镁, 50mg PSA, 50mg GCB, 2mL, 100支/盒	SBEQ-CA8534	1750
900mg无水硫酸镁, 150mg PSA 15mg GCB, 15mL, 50支/盒	SBEQ-CA8535	1210
900mg无水硫酸镁, 150mg PSA 45mg GCB, 15mL, 50支/盒	SBEQ-CA8536	1210
1.2g无水硫酸镁, 400mg PSA, 400mg GCB, 15mL, 50支/盒	SBEQ-CA8538	2150
900mg无水硫酸镁, 300mg PSA 150mg GCB, 50mL, 50支/盒	SBEQ-CA8540	1950
<b>Dispersive SPE PSA/GCB/C18 纯化管</b>		
1.2g无水硫酸镁, 400mg PSA, 400mg GCB, 400mg C18, 15mL, 50支/盒	SBEQ-CA8643	2410

## Anpelclean 固相萃取小柱

Anpelclean MCT SPE小柱作为安谱公司和上海出入境检验检疫局合作开发的专利产品，专用于各类食品中三聚氰胺和三聚氰酸的同时检测。MCT小柱的适用性除了液态奶和奶粉外，也可用于动物源性食品（如鸡蛋、猪肉、猪肝、猪肾、肠衣、虾肉、蜂蜜）、植物源性食品（如豆奶、豆粉、蛋白粉）以及原料乳、乳制品、含乳制品等（如牛奶、奶粉、炼奶、奶酪、奶油、冰淇淋、奶糖、饼干）。

由于弱碱性的三聚氰胺 (pKa 8.95) 和弱酸性的三聚氰酸 (pKa 5.0) 是两种完全不同性质的化合物，目前通常采用美国食品药品监督管理局 (FDA) 的官方推荐方法，即利用两种不同性质的固相萃取小柱（强阳离子交换小柱和强阴离子交换小柱），分别萃取三聚氰胺和三聚氰酸，再分开检测。该方法操作复杂，耗费大量的时间以及人力和物力，同时方法的适用基质也仅限于乳及含乳制品。Anpelclean MCT SPE小柱克服现有技术的不足，可同时萃取三聚氰胺和三聚氰酸，结合质谱方法实现快速分析，使三聚氰胺和三聚氰酸的定性和定量更方便、更快捷、更准确、更高效。

描述	订货号	价格
Anpelclean MCT SPE小柱（三聚氰胺和三聚氰酸专用）		
150mg/3mL,50支/盒	SBAA-0001503	2650

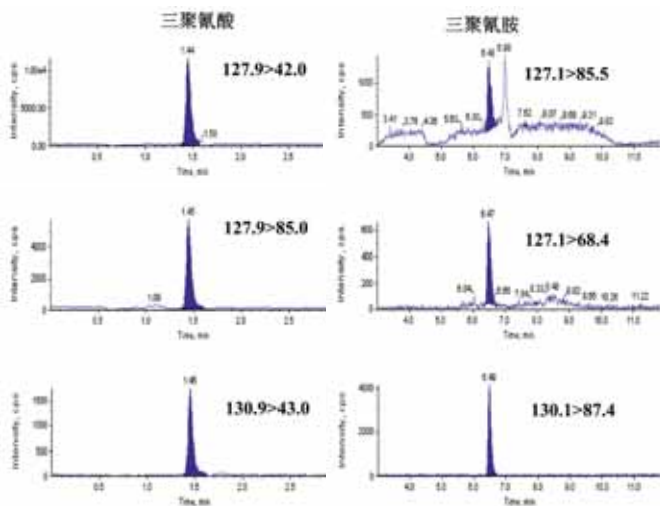


图1. 奶粉中添加200ppb三聚氰酸和100ppb三聚氰胺的多反应监测(MRM)色谱图

### 应用：奶粉中三聚氰胺和三聚氰酸残留量的检测

样品前处理步骤：

- 2g奶粉加入3mL去离子水，充分溶解后加入100μL 1μg/mL三聚氰胺-<sup>15</sup>N<sub>3</sub>同位素内标和200μL 1μg/mL三聚氰酸-<sup>13</sup>C<sub>3</sub>同位素内标；
- 加入 7 mL乙腈，再加入一定量1 mol/L盐酸溶液调节pH至2.0-3.0，充分混匀后超声 15 min，4℃下8000 r/min 离心 5 min；
- 上清液过预先润湿的滤纸，取2mL滤液加入 0.8mL 去离子水，用乙腈:水(1:1)稀释至5mL作为待净化液；
- Anpelclean MCT SPE小柱(150mg/3mL)预先用3mL甲醇，3mL乙腈:水(1:1)活化；
- 5mL待净化液以不超过1滴/秒的流速过小柱，用2mL乙腈:水(1:1)淋洗，低真空抽干后用 2 mL甲醇，2×2 mL 5%氨水甲醇溶液洗脱；
- 收集洗脱液，40℃下氮气吹干，用100 mmol/L甲酸铵:乙腈(1:9)pH 3.2 溶液定容至1mL后HPLC-MSD测定。

表1. Anpelclean MCT SPE提取奶粉中三聚氰胺和三聚氰酸的回收率

序号	分析物	回收率(%)
1	三聚氰胺(Melamine)	94
2	三聚氰酸(Cyanuric Acid)	91

HPLC-MS测定条件：

色谱柱： HILIC, 15cm×2.1mm I.D., 5μm

流动相： A: 100 mmol/L甲酸铵:乙腈(1:9), pH3.2;

B: 含0.1%甲酸的乙腈

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	0	100
2.5	0	100
4	100	0
8	100	0
8.5	0	100
12	0	100

流速： 0.4mL/min

柱温： 室温

检测器： ESI, 正负离子切换模式

进样量： 10μL

## Anpelclean 固相萃取小柱

硅胶为基质的Anpelclean固相萃取产品采用高品质、高纯度的进口硅胶，并在键合前经过独特的表面工艺处理，使硅胶的表面活性大为降低，最大程度的降低了极性化合物的不可逆吸附和拖尾，大大提高了样品的回收率和重现性。

技术参数：平均粒度45 $\mu$ m，平均孔径60 $\text{\AA}$ ，孔体积0.8cm<sup>3</sup>/g，比表面积480m<sup>2</sup>/g。

描述	订货号	价格
<b>Anpelclean Si (硅胶) SPE小柱</b>		
100mg/1mL, 100支/盒	SBAA-1001001	650
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1005003	488
500mg/6mL, 30支/盒	SBAA-1005006	450
1g/6mL, 30支/盒	SBAA-1010006	550
2g/12mL, 20支/盒	SBAA-1020012	450
<b>Anpelclean C18 SPE小柱 (含碳量18-19%, 封尾)</b>		
100mg/1mL,100支/盒	SBAA-1101001	730
200mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1102003	450
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1105003	510
500mg/6mL, 30支/盒	SBAA-1105006	470
1g/6mL, 30支/盒	SBAA-1110006	580
2g/6mL, 30支/盒	SBAA-1120006	980
2g/12mL, 20支/盒	SBAA-1120012	780
5g/20mL, 20支/盒	SBAA-1150020	1590
<b>Anpelclean C8 SPE小柱 (含碳量9-10%, 封尾)</b>		
100mg/1mL,100支/盒	SBAA-1201001	730
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1205003	660
500mg/6mL, 30支/盒	SBAA-1205006	470
1g/6mL, 30支/盒	SBAA-1210006	780
<b>Anpelclean CN (氰基) SPE小柱</b>		
200mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1502003	550
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1505003	850

描述	订货号	价格
<b>Anpelclean NH<sub>2</sub> (氨基) SPE小柱 (正相和弱阴离子交换)</b>		
100mg/1mL, 100支/盒	SBAA-1301001	730
200mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1302003	450
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1305003	580
500mg/6mL, 30支/盒	SBAA-1305006	530
1g/6mL, 30支/盒	SBAA-1310006	630
2g/6mL, 30支/盒	SBAA-1320006	1500
<b>Anpelclean PSA SPE小柱 (正相和弱阴离子交换)</b>		
100mg/1mL,100支/盒	SBAA-1601001	730
200mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1602003	780
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1605003	1150
500mg/6mL, 30支/盒	SBAA-1605006	850
1g/6mL, 30支/盒	SBAA-1610006	1250
2g/6mL, 30支/盒	SBAA-1620006	2350
<b>Anpelclean SAX SPE小柱 (强阴离子交换)</b>		
100mg/1mL,100支/盒	SBAA-1701001	730
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1705003	980
<b>Anpelclean WCX SPE小柱 (弱阳离子交换)</b>		
100mg/1mL,100支/盒	SBAA-1801001	730
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1805003	1050
<b>Anpelclean SCX SPE小柱 (强阳离子交换)</b>		
100mg/1mL,100支/盒	SBAA-1901001	730
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-1905003	980



吸附萃取小柱:通过表面吸附作用达到净化目的,无键合官能团。

描述	订货号	价格
<b>Anpelclean Florisil (佛罗里硅土) SPE小柱 (100-200目)</b>		
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-3005005	380
1g/6mL, 30支/盒	SBAA-3010006	425
5g/20mL, 20支/盒	SBAA-3050020	725
<b>Anpelclean Alumina-N (中性氧化铝) SPE小柱 (pH约7.5,平均粒径150目)</b>		
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-3105003	450
1g/3mL, 50支/盒	SBAA-3110003	495
1g/6mL, 30支/盒	SBAA-3110006	450
2g/6mL, 30支/盒	SBAA-3120006	530
<b>Anpelclean Alumina-A (酸性氧化铝) SPE小柱 (pH约4.5,平均粒径150目)</b>		
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-3205003	450
1g/3mL, 50支/盒	SBAA-3210003	495
1g/6mL, 30支/盒	SBAA-3210006	450
2g/6mL, 30支/盒	SBAA-3220006	530
<b>Anpelclean Alumina-B (碱性氧化铝) SPE小柱 (pH约10,平均粒径150目)</b>		
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-3305003	450
1g/3mL, 50支/盒	SBAA-3310003	495
1g/6mL, 30支/盒	SBAA-3310006	450
2g/6mL, 30支/盒	SBAA-3320006	530
<b>Anpelclean Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> SPE小柱 (无水硫酸钠小柱, 主要作用是去除残留的水分, 为进一步纯化或GC分析作准备)</b>		
500mg/3mL, 50支/盒	SBAA-4005003	350
1g/3mL, 50支/盒	SBAA-4010003	450
1g/6mL, 30支/盒	SBAA-4010006	450
<b>Anpelclean PA聚酰胺 SPE小柱 (常用于去除或分离食品和纺织品中的色素)</b>		
500mg/3mL,50支/盒	SBAA-1415003	630

改性聚苯乙烯/二乙烯苯为基质的Anpelclean固相萃取产品, 纯度高、比表面积高, 其表面同时存在亲水性和憎水性基团, 从而对各类极性和非极性化合物具有较均衡的吸附作用, pH使用范围1-14, 对特定化合物的吸附能力和样品容量远高于键合相硅胶。

技术参数: 平均粒度40 $\mu$ m, 平均孔径70 $\text{\AA}$ , 孔体积1.2cm<sup>3</sup>/g, 比表面积600m<sup>2</sup>/g。

描述	订货号	价格
<b>Anpelclean MEP SPE小柱 (改性的聚苯乙烯/二乙烯苯)</b>		
30mg/1mL, 50支/盒	SBAA-2000301	776
60mg/3mL, 50支/盒	SBAA-2000603	945
200mg/6mL, 30支/盒	SBAA-2002006	1255
500mg/6mL, 30支/盒	SBAA-2005006	1635
<b>Anpelclean MCX SPE小柱 (混合型强阳离子交换, 适合奶粉及奶制品中三聚氰胺的测定)</b>		
30mg/1mL, 50支/盒	SBAA-2200301	776
60mg/3mL, 50支/盒	SBAA-2200603	945
200mg/6mL, 30支/盒	SBAA-2202006	1255
500mg/6mL, 30支/盒	SBAA-2205006	1635
<b>Anpelclean MAX SPE小柱 (混合型强阴离子交换)</b>		
30mg/1mL, 50支/盒	SBAA-2100301	776
60mg/3mL, 50支/盒	SBAA-2100603	945
200mg/6mL, 30支/盒	SBAA-2102006	1255
500mg/6mL, 30支/盒	SBAA-2105006	1635

离子小柱: 应用离子色谱检测时, 适于去除各类基质中的干扰离子, 包括阴离子、阳离子、金属离子以及疏水性的杂质等。

技术参数: 平均粒度40 $\mu$ m, 离子交换平均容量为每根2.1meq。

描述	订货号	价格
<b>Anpelclean Ag 银离子小柱 (去除Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>, CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, SeCN<sup>-</sup>, S<sup>2-</sup>, SCN<sup>-</sup>等离子)</b>		
1mL, 10支/盒	SBAA-Ag	398
<b>Anpelclean H 氢离子小柱 (去除碱土金属和过渡金属离子, 也可用于调节碱性样品溶液的pH值)</b>		
1mL, 10支/盒	SBAA-H	298
<b>Anpelclean Na 钠离子小柱 (去除碱土金属和过渡金属离子)</b>		
1mL, 10支/盒	SBAA-Na	370
<b>Anpelclean Ba 钡离子小柱 (主要去除SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)</b>		
1mL, 10支/盒	SBAA-Ba	398
<b>Anpelclean Ag/H 离子复合小柱 (类似于Ag柱和H柱串联使用)</b>		
1mL, 10支/盒	SBAA-AgH	480
<b>Anpelclean C18 聚合物小柱 (去除疏水性杂质)</b>		
1mL, 10支/盒	SBAA-C18	190

# 液液萃取产品

## EXtrelut<sup>®</sup> NT 液液萃取柱

**技术参数:** 特殊处理的大孔硅藻土, 具有很大的孔体积, 硅藻土基体是化学惰性的, pH耐受范围1-13。

### EXtrelut<sup>®</sup> NT 使用机理:

水溶液样品上样到EXtrelut<sup>®</sup> NT 液液萃取小柱上, 水相溶液(含有待提取化合物和样品基体组分)以一层薄薄的液膜分布在填料表面。随后, 利用和水不互溶的有机溶剂如乙醚、乙酸乙酯或卤代烷烃进行解析。所有的脂溶性化合物从水溶液中提取出来进入有机相, 而水相则保留在固定相上。流出液没有任何乳化现象出现, 可以直接蒸发后用于下一步分析。



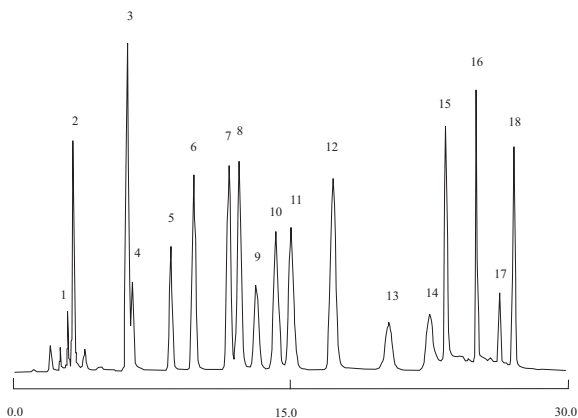
- 完全替代传统的分液漏斗
- 仅仅一步, 完成目标化合物的提取和富集
- 简单、高效, 节约溶剂、时间和原料

描述	订货号	价格
<b>EXtrelut<sup>®</sup> NT 液液萃取小柱</b>		
EXtrelut <sup>®</sup> NT1 玻璃柱, 处理0.1-1mL样品, 100支/盒	SBAH-1-15094-0001	4487
EXtrelut <sup>®</sup> NT3 玻璃柱, 处理1-3mL样品, 50支/盒	SBAH-1-15095-0001	2536
EXtrelut <sup>®</sup> NT20 PE柱, 处理20mL样品, 25支/盒	SBAH-1-15096-0001	3943
<b>EXtrelut<sup>®</sup> NT 液液萃取填料</b>		
EXtrelut <sup>®</sup> NT 填料, 1kg	CFAH-1-15092-0001	3956
EXtrelut <sup>®</sup> NT填料, 可装填50支NT20的小柱, 50包	CFAH-1-15093-0001	4105

## 典型应用: 纺织品中偶氮染料的分析

样品提取:	将纺织品在柠檬酸盐缓冲溶液(pH=6.0)中同连二亚硫酸钠在70℃条件下, 在密闭容器中处理
液液萃取柱:	EXtrelut <sup>®</sup> NT 20 液-液萃取柱
上样:	将样品溶液加入到液液萃取柱中, 待全部样品过柱后用叔丁基甲醚洗脱
分析:	将流出液蒸发至干, 蒸发残留物用甲醇稀释进行HPLC分析或用乙酸乙酯稀释后GC分析

序号	分析物
1	2,4-二氨基苯甲醚 (2,4-Diaminoanisole)
2	2,4-二氨基甲苯 (2,4-Diaminotoluene)
3	4,4'-二氨基联苯醚 (4,4'-Oxydianiline)
4	联苯胺 (Benzidine)
5	邻甲苯胺 (o-Toluidine)
6	4,4'-二氨基二苯基甲烷 (4,4'-Diaminodiphenylmethane)
7	对氯苯胺 (p-Chloroaniline)
8	3,3'-二甲氧基联苯胺 (3,3'-Dimethoxybenzidine)
9	2-甲氧基-5-甲基苯胺 (p-Cresidine)
10	4,4'-二氨基二苯硫醚(4,4'-Thiodianiline)
11	3,3'-二甲基联苯胺 (3,3'-Dimethylbenzidine)
12	2-萘胺 (2-Naphthylamine)
13	4-氯-邻甲苯胺 (4-Chloro-o-toluidine)
14	2,4,5-三甲基苯胺 (2,4,5-Trimethylaniline)
15	4,4'-二氨基-3,3'-二甲基二苯基甲烷 (4,4'-Diamino-3,3'-dimethyldiphenylmethane)
16	4-氨基联苯 (4-Aminobiphenyl)
17	3,3'-二氯联苯胺 (3,3'-Dichlorobenzidine)
18	4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯基甲烷 (4,4'-Diamino-3,3'-dichlorodiphenylmethane)



### HPLC-UV测定条件:

色谱柱: LiChroCART 250-4 Purospher RP-18 e, 5µm  
 流动相: A: 乙腈  
 B: 20mM磷酸缓冲液pH 7.0  
 梯度: 0-19.9min 28% A  
 19.9-20min 28-60% A  
 20-30min 60% A  
 检测器: UV, 254nm  
 流速: 1.0 mL/min  
 柱温: 55℃

### 其他应用:

- 食品中氯丙醇含量的测定 (GB/T 5009.191-2006)

## 固相萃取 (SPE) 装置及配件

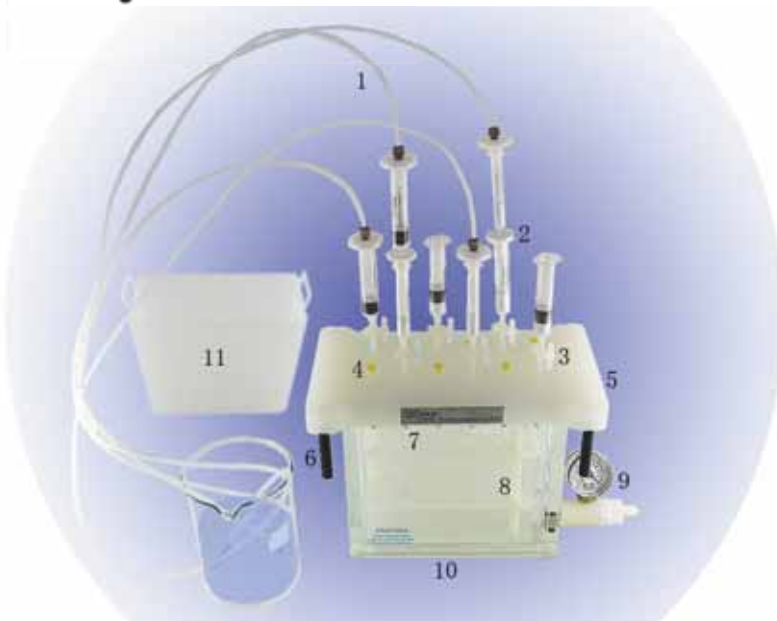
德国CNW公司可提供12、16和24位真空SPE装置以及10位大体积Flash装置以供选择, 采用此装置可实现连续的样品萃取和过滤, 简化复杂的样品预处理过程并节约时间。

## 使用说明:

整套SPE装置含有一个透明玻璃槽和顶盖, 可通过抽真空控制样品流过SPE小柱实现萃取程序。通过调整玻璃槽里面的支架可容纳不同规格的样品收集管, 包括玻璃或塑料试管、自动样品瓶、容量瓶以及锥形瓶等, 洗脱液通过标配的聚丙烯(PP)或选配的不锈钢导向针以及防交叉污染的特氟隆(Teflon)连接管直接引入样品收集管。配套的干燥装置可直接导入空气或氮气至收集管吹干洗脱液以进行下一步分析。干燥装置也可通过连接头与SPE小柱连接, 在最后一步洗脱前吹干小柱内残留的溶剂。12位装置附赠一个聚丙烯(PP)废液槽, 用于操作中收集废液, 可简化样品处理过程中废液的处理以及保持玻璃槽内洁净的环境。



描述	订货号	价格
12管SPE固相萃取装置	SBEQ-CR1012	5500
16管SPE固相萃取装置	SBEQ-CR1416	6500
24管SPE固相萃取装置	SBEQ-CR1824	8500
10管大体积SPE固相萃取装置	SBEQ-CR2010	12000
12管SPE固相萃取干燥装置	SBEQ-CR1027	3800
16管SPE固相萃取干燥装置	SBEQ-CR1431	4500
24管SPE固相萃取干燥装置	SBEQ-CR1839	4800
SPE防交叉污染连接管(Teflon), 50支/包	SBEQ-CR1205	590
SPE防交叉污染连接管(Teflon), 100支/包	SBEQ-CR1210	1160
SPE装置不锈钢导向针, 12支/包	SBEQ-CR1018	450
流量控制阀, 12支/包 (适于任何SPE装置)	SBEQ-CR1026	420
大容量采样管, 1管/套 (用于3mL,6mL SPE小柱)	SBEQ-CA3001	320
SPE连接头, 12个/包 (配1,3,6mL SPE小柱)	SBAA-001012W	196
2ml注射器(无针), 100支/包	QBAA-002012	72
5ml注射器(无针), 100支/包	QBAA-002013	80
玻璃缓冲过渡瓶(1L)	LEBK-010-4	300
玻璃缓冲过渡瓶(2L)	LEBK-013-4	520



## 12管SPE固相萃取装置:

1. 大容量采样管 (不包括在装置内)
2. SPE连接头 (不包括在装置内)
3. 流量控制阀
4. 黄色堵头
5. SPE装置顶盖
6. 黑色顶盖支脚
7. PP导向针
8. 试管架
9. 真空表
10. 玻璃缸
11. 废液槽

# 膜片式SPE装置和膜片

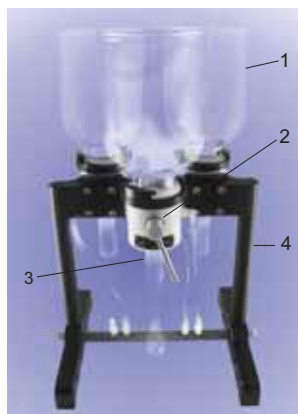
## 膜片式固相萃取装置和Disk膜片 (固相萃取圆盘)

固相萃取圆盘是专配于固相萃取膜片的SPE装置，CNW提供的三位固相萃取圆盘，同时可操作三个不同的样品，每个样品可被单独控制，每一位装置也可单独拆卸更换。针对不同规格的膜片，如47mm和90mm，也有两种规格的支撑盘相匹配。

整套装置含有三位支架，1000mL的样品过滤杯，PTFE膜片支撑盘和25×200mm的样品收集管(约70mL容量)。操作时，通过抽真空的方式将废液通过管路抽入缓冲瓶，而被洗脱的目标物流入下方的收集管，液体的流向控制只需扳动PTFE支撑盘上的方向杆即可，整个过程简单方便。

3M公司Empore™系列的SPE膜片，满足多项EPA方法要求，如：C18膜片(EPA 506、507、508.1、525、550.1、553、608、1613B等)，SDB-XC苯乙烯二乙烯苯聚合物膜片(EPA 515.2、526.1、553、8041、8081、8270、8321、8330和SW-846等)，C8膜片(EPA 549.1)，Oil & Grease膜片(EPA 1664)，Anion强阴离子交换膜片(EPA 548.1、552.1)。

描述	订货号	价格
一位膜片固相萃取圆盘 (47mm)	SBEQ-CP0383	7200
两位膜片固相萃取圆盘 (47mm)	SBEQ-CP0200	10500
三位膜片固相萃取圆盘 (47mm)	SBEQ-CP0100	14700
三位装置支架	SBEQ-CP0351	2800
玻璃样品过滤杯， 用于47mm装置，1000mL	SBEQ-CP0432	2250
PTFE膜片支撑盘，47mm	SBEQ-CP0236	3100
样品收集管，25×200mm， 圆底，70mL	SBEQ-CP0502	95
样品收集管，28×95mm， 平底，40mL	SBEQ-CP0501	85
定量收集管，15mL (最小定量至 0.5mL)	SBEQ-CP0503	300
玻璃缓冲过渡瓶 (2L)	LEBK-013-4	520
C18 SPE膜片，47mm，20片/盒	SBEV-2215-1	1570
C18 SPE膜片，47mm，20片/ 盒，3盒/箱	SBEV-2215	4450
SDB-XC苯乙烯二乙烯苯聚合物 SPE膜片，47mm，20片/盒	SBEV-2240-1	2450
SDB-RPS混合型阳离子交换SPE 膜片，47mm，20片/盒	SBEV-2241-1	2450
Oil&Grease SPE膜片，47mm， 20片/盒，3盒/箱	SBEV-2270	2890
Cation阳离子交换SPE膜片， 47mm，20片/盒，3盒/箱	SBEV-2251	6695
Anion阴离子交换SPE膜片， 47mm，20片/盒，3盒/箱	SBEV-2252	9750
C8 SPE膜片，47mm，20片/盒， 3盒/箱	SBEV-2214	4700
Carbon活性炭SPE膜片， 47mm，20片/盒，3盒/箱	SBEV-2272	11500



三位膜片固相萃取圆盘  
(货号:SBEQ-CP0100)

含有有以下配件:

- 1.玻璃样品过滤杯(货号:SBEQ-CP0432)
- 2.PTFE膜片支撑盘(货号: SBEQ-CP0236)
- 3.样品收集管(货号: SBEQ-CP0502)
- 4.黑色支架(货号: SBEQ-CP0351)

## 典型应用：EPA 525.2饮用水中有机物的测定

此方法所分析的化合物近110种之多，包括农残（如有机氯、有机磷、拟除虫菊酯等）、多环芳烃（PAHs）、多氯联苯（PCBs）、邻苯二甲酸酯类以及己二酸等。采用三个批次的3M Empore C18膜片对EPA 525.2做方法验证，测得的方法检测限（MDLs）为0.03-2.4μg/L，分析物回收率为20-180%。对于不同类别分析物的平均回收率：农药为108%、PCBs为108%、邻苯二甲酸酯类和己二酸为116%、PAHs为112%。

样品前处理步骤:

1. 预先用水相滤膜过滤后的1L水样中加入5mL甲醇充分混匀，作为待净化液；
2. 3M Empore C18膜片(47mm)预先用5mL乙酸乙酯:二氯甲烷(1:1)，5mL甲醇和5mL去离子水活化，保持膜片上3-5mm的去离子水；
3. 缓慢加入待净化液至活化后的膜片中，流速约50mL/min。然后开始洗脱，收集管预先用3mL乙酸乙酯:二氯甲烷(1:1)润洗。首先选择5mL乙酸乙酯润洗样品瓶后转入膜片固相萃取圆盘中，沿着过滤杯壁流下，抽真空使乙酸乙酯通过膜片约2.5mL时关闭真空泵，使乙酸乙酯浸润膜片约1min后再开启真空泵。接下来用5mL二氯甲烷和2×3mL乙酸乙酯:二氯甲烷(1:1)按同样方式洗脱；
4. 收集全部过柱的洗脱液，过5-7g无水硫酸钠除水，常温下再用微弱的氮气浓缩至1mL，GC-MSD测定。



## SPE基本填料类型

反相填料（疏水性）		
LC-C18	十八烷基	很强的耐酸碱性能，对非极性化合物有较高的容量。反相萃取，适合于非极性到中等极性的化合物，比如抗菌素，咖啡因，药物，染料，芳香油，脂溶性维生素，杀真菌剂，锄草剂，农药，PNAs，碳水化合物，对羟基苯甲酸取代酯，苯酚，邻苯二甲酸酯，类固醇，表面活性剂，水溶性维生素。
HC-C18	十八烷基	具有较高的含碳量和高疏水性，可以大大增加载样量和回收率，17%的含碳量同时也可以耐受极端的pH值。反相萃取，适合于非极性到中等极性的化合物，比如抗菌素，咖啡因，药物，染料，芳香油，脂溶性维生素，杀真菌剂，锄草剂，农药，PNAs，碳水化合物，对羟基苯甲酸取代酯，苯酚，邻苯二甲酸酯，类固醇，表面活性剂，水溶性维生素。
C8	辛烷	很强的耐酸碱性能，对非极性化合物有较高的容量。反相萃取，如巴比妥酸盐，酞嗪，咖啡因，药物，染料，芳香油，脂溶性维生素，杀真菌剂，锄草剂，农药，PNAs，碳水化合物，对羟基苯甲酸取代酯，苯酚，邻苯二甲酸酯，类固醇，表面活性剂，水溶性维生素。
PHE	苯基	保留能力相对C8或C18较弱，反相萃取，适合于非极性到中等极性的化合物，尤其适于芳香族分析物。
正相填料（亲水性）		
CN	氰基	适合中等极性的化合物的反相萃取以及极性化合物的正相萃取，比如，黄曲霉毒素，抗菌素，染料，锄草剂，农药，苯酚，类固醇。
Diol	二醇基	正相萃取，适合于极性化合物。
NH <sub>2</sub>	氨基	正相萃取，适合于极性化合物。也作为弱阴离子交换剂，用于分离碳水化合物、弱阴离子和有机酸等。
离子交换填料（阴离子和阳离子）		
PSA	乙二胺基-N-丙基	正相和阴离子交换，类似于NH <sub>2</sub> ，但容量更大。有效去除脂肪酸、有机酸、极性色素以及糖类。
SAX	季胺基	强阴离子交换萃取，适合于阴离子，有机酸，核酸，核苷酸，表面活性剂。
MAX	共聚物键合季胺基	反相和阴离子交换，适合于各种酸性化合物及其代谢产物。
WCX	羧酸基	弱阳离子交换萃取，适合于阳离子，氨，抗菌素，药物，有机碱，氨基酸，儿茶酚胺，锄草剂，核酸碱，核苷，表面活性剂。
PRS	丙磺酸	阳离子交换萃取，酸性低于SCX，适合于吡啶，阳离子，抗菌素，药物，有机碱，氨基酸，儿茶酚胺，锄草剂，核酸碱，核苷，表面活性剂。
SCX	苯磺酸基	强阳离子交换萃取，适合于阳离子，抗菌素，药物，有机碱，氨基酸，儿茶酚胺，锄草剂，核酸碱，核苷，表面活性剂。
MCX	共聚物键合苯磺酸基	反相和阳离子交换，适合于各种碱性化合物及其代谢产物。
吸附填料（多功能）		
Carbon-GCB	石墨化碳黑	极性和非极性化合物的吸附萃取，尤其适于分离或去除各类基质中的色素（如叶绿素和类胡萝卜素）、甾醇、苯酚、氯苯胺、有机氯农药、氨基甲酸盐、三嗪类除草剂等。
Florisil	硅酸镁	极性化合物的吸附萃取，如乙醇，醛，胺，药物，染料，锄草剂，农药，PCBs，酮，含氮类化合物，有机酸，苯酚，类固醇。
Alumina-A	酸性氧化铝	极性化合物离子交换和吸附萃取，如维生素。
Alumina-N	中性氧化铝	极性化合物的吸附萃取。适合于维生素，抗菌素，芳香油、酶，糖苷，激素。
Alumina-B	碱性氧化铝	吸附萃取和阳离子交换。
Silica	无键合硅胶	极性化合物萃取，如乙醇，醛，胺，药物，染料，锄草剂，农药，染料，锄草剂，酮，含氮类化合物，有机酸，苯酚，类固醇。
PSD	聚苯乙烯-二乙烯苯	极性芳香化合物的萃取，如从水溶液样品中萃取苯酚。也能用于在极性到中等极性芳香化合物吸附萃取。
MEP	改性聚苯乙烯-二乙烯苯	适于亲水性和疏水性化合物的萃取，同时保留如多氯苯酚，磷酸酯，药物代谢物等极性化合物和其他非极性化合物。

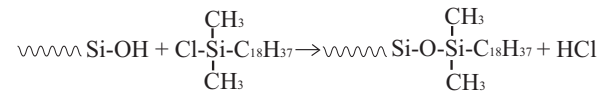
## SPE萃取原理

化合物是怎样被吸附而保留在SPE填料上的？

<b>反相 (极性溶剂, 非极性键合相)</b> 疏水性相互作用 ●非极性-非极性相互作用      ●范德华力或色散力
<b>正相 (非极性溶剂, 极性键合相)</b> 亲水性相互作用 ●极性-极性相互作用      ●氢键      ● $\pi-\pi$ 相互作用 ●偶极-偶极相互作用      ●偶极-诱导偶极相互作用
<b>离子交换</b> 带有电荷的化合物靠静电吸引到带有电荷的吸附剂表面
<b>吸附 (化合物与未键合填料的相互作用)</b> 疏水相互作用或亲水相互作用, 取决于所选用的填料。

### 1. 反相SPE

反相分离包括一个极性 (通常是水溶液, 见第33页表A) 或中等极性的样品基质 (流动相) 和一个非极性的固定相。所感兴趣的分析物通常是中等极性到非极性。几种SPE填料, 例如烷基或芳香基键合的硅胶 (C18, C8, C4和苯基等) 属于反相类型。这里, 纯硅胶 (一般孔径为60Å, 粒径约45µm的颗粒) 表面的亲水性硅醇基通过硅烷化反应, 键合上疏水性的烷基或芳香基。



由于分析物中的碳氢键同硅胶表面官能团的吸附作用, 使极性溶液 (例如: 水) 中的有机分析物能保留在SPE填料上。这些非极性-非极性吸附力通常称为范德华力或色散力。为了从反相SPE小柱或膜片上洗脱被吸附的化合物, 一般采用非极性溶剂去破坏这种化合物被填料吸附的作用。所有的硅胶键合相都有一定数量未反应的硅醇基, 使其导致了次级相互作用。在萃取或保留强极性分析物或污染物时, 这种次级相互作用是非常有用的, 但是对分析物的吸附也可能是不可逆的 (见第29页上的次级相互作用)。

Carbon-GCB (石墨化碳黑) 和PSD (苯乙烯/二乙烯苯共聚物) 也用于反相条件。

含碳的吸附填料, 如Carbon-GCB, 是由石墨化无孔碳组成, 它对极性和非极性基质中的极性和非极性有机化合物均有较高的吸附能力。这种碳表面是由正六元环的原子构成, 碳原子相互连接成为石墨层。这种正六元环结构显示了对某些分子有很强的选择性, 比如平面型芳香化合物或类正六元环分子和可形成许多表面接触点的链烃分子。分析物的保留取决于其结构 (形状和大小), 而不是官能团与填料表面的相互作用, 洗脱液采用中等极性到非极性溶剂。与烷基化硅胶相比, 尤其使用烷基化硅胶达不到保留的目的时, Carbon-GCB特有的结构和选择性便发挥出它的优势。

PSD是单纯的苯乙烯-二乙烯苯聚合物, 用于反相条件时保留一些含有亲水性官能团的疏水性化合物, 尤其是芳香族化合物。在反相条件下, 苯酚有时很难保留在C18填料上, 这主要是因为它在水中的溶解度大于有机相。PSD显示出它能在反相条件下很好的保留苯酚类化合物, 洗脱液可以选择中等极性到非极性溶剂, 因为聚合类填料对所有的溶剂几乎都是很稳定的。

### 2. 正相SPE

正相固相萃取过程包括一个极性分析物, 中等极性到非极性的样品基质 (如丙酮, 卤化溶剂和正己烷) 以及一个极性固定相。极性官能团键合的硅胶 (如CN, NH<sub>2</sub>, 和Diol) 和极性吸附填料 (如Si, Florisil, 和Alumina) 常用于正相条件。在正相条件下, 分析物的保留取决于分析物的极性官能团与吸附剂表面极性官能团之间的相互作用, 包括氢键,  $\pi-\pi$ 相互作用, 偶极-偶极相互作用和偶极-诱导偶极相互作用及其它。因此, 在正相条件下洗脱被吸附的分析物, 应选用比样品极性更大的溶剂去破坏其相互作用。

键合相硅胶如CN, NH<sub>2</sub>和Diol, 是带有极性官能团的短烷基链键合在硅胶表面上。由于极性官能团的存在, 这类填料相对于反相硅胶具有亲水性。典型的正相硅胶, 常用于从非极性体系中吸附极性化合物。这类固相萃取小柱已广泛用于吸附和选择性洗脱结构类似的化合物 (如异构体)、复杂的混合物或者药物和脂类化合物。同时, 它也可用于反相条件 (水溶液样品), 以利用其烷基短链的疏水性。

Si填料是没有衍生化的硅胶, 通常作为所有硅胶键合相的基体, 这种硅胶亲水性极强, 必须保持干燥, 所用的样品则需相对无水。从非极性物质中吸附化合物的作用官能团是硅胶颗粒表面的自由羟基, Si填料可用于从非极性体系中吸附极性化合物, 然后用一种比样品体系的极性更强的有机溶剂洗脱。但是在多数情况下, Si是作为一种吸附剂, 用于有机物萃取时, 分析物不被硅胶吸附而直接流出小柱, 不需要的化合物则被吸附在硅胶上而丢弃, 此过程通常被称作样品的纯化。

Florisil SPE的填料是硅酸镁, 通常用于有机物的样品纯化, 这种强极性填料可以有效地从非极性体系中吸附极性化合物。有一种Florisil SPE小柱的滤片是特氟隆或不锈钢材质, 这种在美国环境保护组织 (US EPA) 的方法中描述是“环境样品萃取过程中必要的构造”, 这种Florisil小柱尤其在气相色谱分析中干扰背景非常低。

Alumina SPE也被作为吸附或样品纯化的类型, 氧化铝填料可分为酸性 (Alumina-A, pH~4.5), 碱性 (Alumina-B, pH~9.5), 或中性 (Alumina-N, pH~7.5), 此类属于Brockmann I级活性度。在氧化铝填装前或填装后通过控制加入的水分量, 可使其活性度从I级到IV级变化。

### 3. 离子交换SPE

离子交换固相萃取适用于在溶液中（通常为水溶液，有时也为有机溶液）带电荷的化合物。阴离子（负电荷）化合物可用SAX或NH<sub>2</sub>小柱分离；阳离子（正电荷）化合物可用SCX或WCX小柱分离。基本作用原理是静电吸引，即化合物上的带电基团与硅胶键合相的带电基团之间的静电吸引。通过离子交换从水溶液中保留化合物，样品体系的pH值必须保证使其分析物的官能团和硅胶键合相的官能团均带电荷。如果某种杂质带有与分析物一样的电荷，它将会干扰分析物的吸附，当然这种情况是很少的。一定pH值的洗脱溶液用于中和分析物官能团上所带电荷，或者中和硅胶键合相官能团所带电荷，当其中一方官能团上的电荷被中和，静电吸引也就被破坏了，分析物随之洗脱。此外，洗脱溶液含有较高离子强度或者含有一种能取代被吸附化合物的离子，同样可以洗脱分析物。

#### 阴离子交换

SAX填料是硅胶表面键合了脂肪族季铵基团，季铵基团是一种很强的碱，表现为一个正电荷的阳离子，能交换或吸附溶液中的阴离子，因此被称之为强阴离子交换剂（SAX）。季铵基团的pKa值很高（>14），在水溶液中任何pH条件下都能使硅胶键合相带上电荷，所以，只要样品溶液pH值能保证目标物带有电荷，SAX就能用于分离强阴离子化合物（很低的pKa，<1）或弱阴离子化合物（中等低pKa，>2）。对于阴离子分析物（酸性），样品体系的pH值必须比分析物的pKa大2个单位，使其带上电荷，大多数情况下，被分析物是强酸性或者弱酸性的。

由于SAX的强度很高，只有在不要回收阴离子的回收或者洗脱的情况下（化合物被分离后丢弃），才能用SAX萃取强阴离子。弱阴离子可以被SAX分离并洗脱，因为它们能被另一种阴离子所取代或者被酸性溶液洗脱，该酸性溶液的pH可中和被吸附的阴离子（pH比其pKa小2个单位）。如果需要回收强阴离子化合物时，请选择NH<sub>2</sub>。

用于正相分离的NH<sub>2</sub>固相萃取填料在用于水溶液时，也作为一种弱阴离子交换剂（WAX）。NH<sub>2</sub>填料是一种硅胶表面键合了脂肪族氨基。这种伯胺基团的pKa大约为9.8。要作为阴离子交换剂，样品的pH必须小于9.8至少2个单位，此pH同时须保证所分析的阴离子化合物带上电荷（比其pKa大2个单位）。NH<sub>2</sub>可用于强阴离子和弱阴离子的分离回收，这是因为硅胶表面的氨基可以被中和（比其pKa大2个单位）以洗脱强阴离子或弱阴离子。弱阴离子除了用中和吸附离子的溶液（pH低于pKa 2个单位）洗脱外，也可以加入另一种阴离子取代分析物。

#### 阳离子交换

SCX填料含有一个脂肪族磺酸基键合在硅胶表面上，磺酸基有很强的酸性（pKa<1），它能吸附或者交换接触溶液的阳离子——因此称之为强阳离子交换剂（SCX）。在所有的pH下，这种官能团都能带上电荷，只要样品溶液pH值能保证目标物带有电荷，SCX就能用于分离强阳离子（pKa>14）或弱阳离子（pKa<12）化合物。对于所分析的阳离子（碱性）化合物，溶液的pH要比目标物pKa小2个单位，以保证其带电荷。多数情况下，所分析的化合物是强碱性的或弱碱性的。

当不要求强阳离子回收或者洗脱时，SCX固相萃取小柱可用于强阳离子的分离；弱阳离子则可以用SCX分离和洗脱。洗脱时，用一种pH比目标物pKa大2个单位的溶液（中和分析物），或者加入另外一种阳离子取而代之。如果要求强阳离子的回收，选用WCX。

WCX固相萃取填料含有一个脂肪族羧基键合在硅胶表面上，羧基是一种弱阴离子，所以它作为一种弱阳离子交换剂（WCX）。WCX上羧基的pKa约4.8，当溶液pH比其pKa大2个单位时，它保持带负电荷，能分离此pH下带电荷的阳离子。WCX可用于强或弱阳离子分离和回收，因为硅胶表面的羧基能被中和（pH比其pKa小2个单位），强或弱阳离子则被洗脱。弱阳离子可用一种溶液（pH比阳离子pKa大2个单位）中和而洗脱，或者加入另外一种阳离子取而代之。

在很多情况下，由离子交换固相萃取所吸附的分析物被洗脱在水溶液中。如果您必须使用酸性或碱性溶液去洗脱固相萃取小柱上的分析物，但分析物又必须在有机溶剂中分析而有机溶剂与水不混溶，这种情况下，您可用含有酸的甲醇（98%甲醇 / 2%浓盐酸）或者含有碱的甲醇（98%甲醇 / 2%氢氧化氨）来洗脱。甲醇很容易挥发，样品可再溶解在另一种溶剂里。如果您需要一个很强（非极性）的溶剂从固相萃取填料上洗脱分析物，可加入二氯甲烷、正己烷或乙酸乙酯到酸性或碱性的甲醇里。

### 4. 次级相互作用

以上详述了化合物在固相萃取填料上初级保留的基本原理。对于键合相硅胶，可能有次级相互作用的存在。

反相键合硅胶，基本原理是非极性相互作用。但是，由于硅胶颗粒的基体，可能发生少部分残留硅羟基导致的极性次级相互作用（正如我们在正相固相萃取中所谈及）。如果非极性溶剂不能有效地从反相固相萃取填料上洗脱化合物，可以加一些极性溶剂（如甲醇），以破坏极性相互作用而洗脱保留的化合物。在这种情况下，甲醇与硅胶上的羟基形成氢键，打断了分析物与硅胶上的羟基形成的氢键。

硅胶表面的硅羟基，Si-OH，也可认为是酸性的，当pH大于4时，以Si-O形式存在。这时在硅胶基体上也可能发生阳离子交换的次级相互作用，能吸附阳离子或碱性分析物。在这些情况下，调节洗脱溶液的pH非常重要，以破坏这些相互作用而洗脱分析物（酸中和硅羟基或碱中和碱性分析物），可选用含有酸的甲醇（98%甲醇2%浓盐酸）或者含有碱的甲醇（98%甲醇2%氢氧化胺），或者用一种溶于甲醇的非极性有机溶剂混溶来洗脱。

正相键合硅胶通过其键合相基团显示了极性保留机理，但是也存在分析物与支撑键合相基团的烷基链之间的次级相互作用。在这种情况下，非极性更大的溶剂或极性-非极性混和溶剂可用来做洗脱溶剂。作为反相键合硅胶，硅胶基体与分析物之间的次级相互作用和阳离子交换作用也可能发生。

离子交换键合相硅胶能产生分析物与基团上非极性部分之间的非极性次级相互作用，还有分析物与硅胶基体之间的极性次级相互作用和阳离子交换作用。从这类填料上洗脱分析物，精确的pH值、离子强度和有机物的含量很重要。

## 5. pH值对SPE的影响

用于固相萃取的溶液有很广的pH范围。硅胶作为基体，如高压液相色谱柱，通常稳定的pH范围是2-7.5，当pH高于或低于这个范围，键合相就会水解并从硅胶上断链下来，或者硅胶本身就溶解了。然而，在固相萃取中，溶液只与填料接触较短的时间，而实际上固相萃取小柱都是一次性使用，可以允许任何pH溶液以达到最佳保留和洗脱效果。如果固相萃取小柱在一个极限pH值的稳定性非常重要，聚合物类或石墨化碳黑类型的固相萃取填料可选用，如PSD或Carbon-GCB，这些填料在pH1-14范围内都是稳定的。

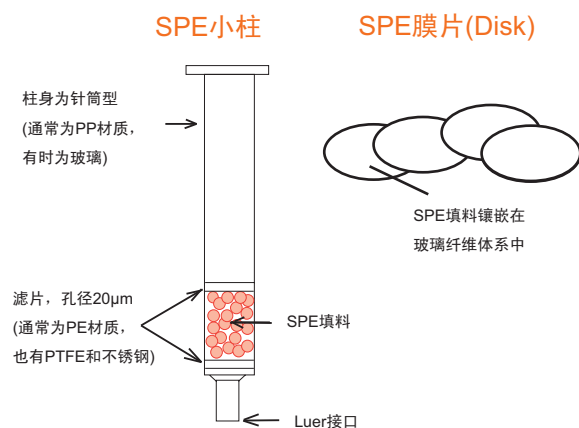
对于反相键合相的固相萃取过程，如果希望保留分析物，预处理的溶液和样品（如果大部分或全部为水溶液）pH应调节至最适宜分析物保留的状态。如果分析物是酸性或碱性的，通常情况下，您使用的pH应该阻止化合物带电荷。中性化合物（无酸性和碱性基团）的保留，一般不受pH影响。相反，您也能调节pH，使样品中不需要的化合物保留在固相萃取的填料上，而分析物不被保留而流出。分析物的次级亲水性和阳离子交换作用在适当的pH下也能用于保留在填料上（详见次级相互作用）。

吸附类填料（如PSD和Carbon-GCB）用于反相条件时，选择最大程度保留分析物的pH值如同在反相硅胶上，洗脱时通常用有机溶剂，所以此时pH无足轻重。令人吃惊的是，当溶液在中性pH条件下，苯酚带上电荷，但却能更好地保留在PSD上，而不是酸性pH的溶液中，苯酚不带电荷的情况下。这就说明了相对键合相硅胶，吸附类填料对某些化合物有不同的选择性。当您使用这类填料时，应对样品和预处理溶液的pH有所优化。

当键合相硅胶或吸附类填料用于正相固相萃取过程，pH一般是无关紧要的。因为在这些过程中所用的溶剂通常为非极性有机溶剂，而不是水。

离子交换固相萃取如何保留化合物，很大程度上取决于样品和预处理溶液的pH。为了保留化合物，样品的pH应保证分析物和硅胶表面的官能团带上相反的电荷（详见第29页）。

## 典型的固相萃取小柱和Disk膜片



## SPE操作步骤

### 1. 选择合适的萃取方案

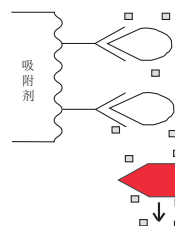
固相萃取用于物质的纯化主要有三种方法。您需要选择适合于您的最佳途径。

#### 途径一：选择性萃取

选择一种固相萃取填料，能吸附样品中需要的分析物或样品中的杂质。当样品流过固相萃取小柱或膜片时（流出物为样品减去被吸附在固相萃取填料上的化合物），被吸附的化合物保留在填料上。然后，通过洗脱来收集被吸附的目标化合物，或者丢弃含有杂质的萃取小柱。

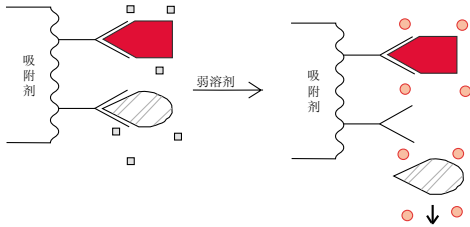
#### 符号说明：

- = 基质
- ▨ = 杂质
- ▨ = 分析物
- = 溶剂A
- ◇ = 溶剂B
- = 溶剂C



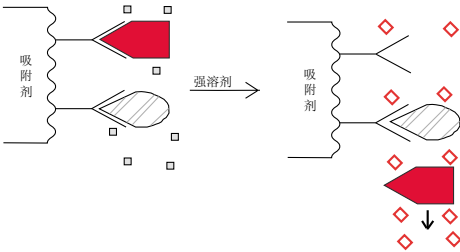
## 途径二：选择性冲洗

当样品流过固相萃取小柱时，目标化合物和杂质都保留在固相萃取填料上。选择一种溶剂来洗脱，这种溶剂恰好能洗脱杂质而又不能洗脱目标化合物。



## 途径三：选择性洗脱

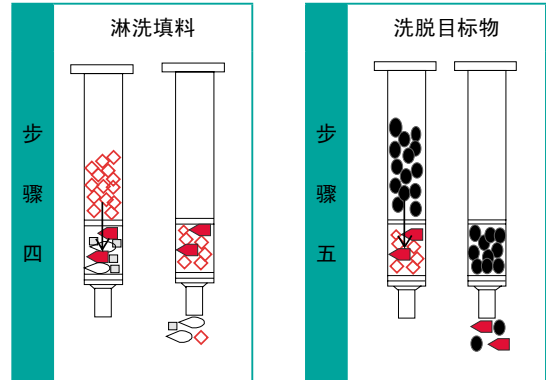
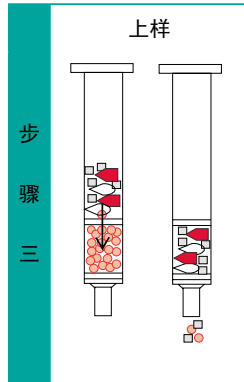
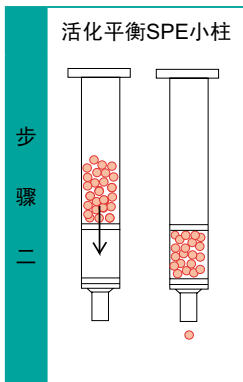
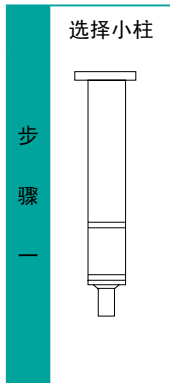
被吸附的目标化合物被洗脱于溶剂里，而将强保留的杂质留在填料中。



## 2. SPE的五步操作步骤

固相萃取的过程要求样品以溶液存在，没有干扰，而且有足够的浓度以能被检测。它将以五步完成。

- 对反相，正相，离子交换固相萃取过程，一般五步全都是需要的。
- 对于样品纯化过程，只需要前三步。步骤一和步骤二如描述的一样，然而在第三步，分析物将随着样品从柱内流出被收集，干扰杂质则保留在填料上。



### 步骤一：选择合适的SPE小柱或膜片

注：建议固相萃取膜片用于大体积样品，含有大量颗粒或处理时需要很高流速的样品。

### 大小尺寸的选择：

SPE小柱 如果您的样品...	使用小柱尺寸...
<1mL	1mL
1mL-250mL，不要求萃取流速	3mL
1mL-250mL，要求快速萃取	6mL
10mL-250mL，高样品容量	10, 35或60mL
<1L，不要求萃取流速	10, 35或60mL
SPE膜片 如果您的样品...	使用膜片尺寸...
100mL-1L	47mm
>1L，高样品容量	90mm

### 填料量的选择：

反相、正相和吸附类型的过程：  
被萃取样品的质量不超过柱内填料量的5%。  
换句话说，如果您用100mg/1mL的SPE小柱，分析物的上样质量不得超过5mg。

### 离子交换过程：

您必须考虑离子交换容量。

- SAX和SCX的吸附剂容量约0.2 meq/g（1 meq=1 mmole的[+1]或[-1]带电荷物质）
- NH<sub>2</sub>和WCX填料的离子交换容量需要由具体的应用决定。

填料类型的选择：（可见35页的示意图）

<b>您的样品基质是水溶液还是有机溶液？</b>
<b>如果是水溶液：</b>
目标分析物更溶于水还是有机溶剂？（如正己烷或二氯甲烷）
<b>如果易溶于水，目标分析物是带电荷还是中性？</b>
<b>带电荷：</b>
如果是弱阴（-）离子和酸性的，选择SAX或NH <sub>2</sub> 小柱
如果是强阴（-）离子和酸性的，
— 您要回收吸附的分析物，选择NH <sub>2</sub> 小柱
— 不需要回收吸附的分析物，选择SAX小柱
如果是弱阳（+）离子和碱性的，选择SCX或WCX小柱
如果是强阳（+）离子和碱性的
— 需要回收吸附的分析物，选择WCX小柱
— 不需要回收吸附的分析物，选择SCX小柱
<b>中性：</b>
如果分析物很难被反相填料吸附（如酒精、糖、甘醇），尝试用GCB或PSD填料，或者用反相萃取和SAX或SCX填料除去干扰物。
<b>如果易溶于有机溶剂，您所分析物是带有电荷还是中性？</b>
<b>带电荷：</b> 试用反相或离子交换萃取。
<b>中性：</b> 试用反相萃取。
<b>如果是有机溶液：</b>
浓缩分析物，挥发至干，然后再将其溶解在另一种溶剂中，使用固相萃取。
<b>有机溶剂是极性的和易溶于水的（例如甲醇或乙腈），还是中等极性到非极性的并不溶于水的（例如二氯甲烷或正己烷）？</b>
<b>如果极性：</b>
用水稀释至<10%有机溶剂，按照水溶液分析物的方案操作。
<b>如果中等极性到非极性：</b>
使用正相，或浓缩并将其溶于水或与水互溶的溶剂中，然后用水稀释至如上所述，按照水溶液分析物方案操作。



## 步骤二：活化平衡SPE小柱或膜片

萃取样品之前，活化平衡固相萃取填料，用一满管溶剂冲洗填料，对于膜片则用5-10毫升。

反相键合硅胶和非极性吸附介质，通常与水互溶的有机溶剂如甲醇活化，然后用水或缓冲溶液平衡。甲醇湿润吸附剂表面和渗透键合烷基相，以使水更有效地湿润硅胶表面。有时在甲醇活化前使用预处理溶剂，此溶剂通常是与洗脱溶剂一样（见步骤五），用于消除固相萃取填料上的杂质及其对分析物的干扰，也可能该杂质只溶于强洗脱溶剂。

正相类型固相萃取硅胶和极性吸附介质通常用样品所在的有机溶剂来预处理。

离子交换填料用于非极性有机溶剂中的样品时，采用样品溶剂来预处理。对于极性溶剂中的样品，用水溶性有机溶剂活化，再用一定的pH、有机溶剂含量和盐浓度的水溶液平衡。

为了使固相萃取填料从平衡到上样时都保持湿润，允许大约1mm的预处理溶剂在滤片或膜片表面之上。如果样品是从一个贮液瓶或过滤管引入至固相萃取小柱，则多加入0.5mL最后的平衡溶剂到1mL的固相萃取小柱中，2mL到3mL小柱中，4mL到6mL小柱中，以此类推，这是为了保证在样品真正到达小柱之前防止填料干涸。如果在样品加入之前，填料干了，重复预处理过程。在重新引入有机溶剂之前，用水冲洗干净小柱中缓冲溶液的盐。如果恰当，此时样品贮液瓶可以用一个小柱接头连接。

## 步骤三：上样

用移液管或微量吸液管准确地将样品转移到小柱或贮液瓶中，样品必须以匹配固相萃取的形式存在。

样品的总体积可以从1微升到数升（见步骤一），当过量体积的水溶液被萃取时，反相硅胶填料渐渐失去预处理时所获得的溶剂化层，这就会降低萃取效率和样品的回收率。如果样品体积>250mL，加入少量的水溶性有机溶剂（大约为10%）以适当地保持反相填料的湿润。对于每一个应用和使用条件，样品的最大容量是特定的。如果回收率较低或重现性不好，可以按以下方法检测分析物的流失：

用一个接头连接两个相同填料并预处理过的固相萃取小柱，当样品依次流过两根小柱，然后分开这两根小柱，分别洗脱。如果处于下方小柱的萃取物中发现分析物，则样品体积太大或填料太少，导致分析物的流失。

要提高目标化合物尽量保留在填料上，同时洗脱或沉淀不需要的化合物，可以调节pH、盐的浓度和样品溶液中有机溶剂的含量。为了避免堵塞固相萃取小柱的滤片（frits）或固相萃取膜片，可以在萃取之前预先过滤或者离心样品。

用真空或正压，慢慢将样品溶液通过SPE装置，流速会影响某些化合物的保留。一般来说，对于离子交换固相萃取，流速不应大于2 mL/min，对于其它的固相萃取，流速不应大于5 mL/min，对于萃取膜片，大约为50 mL/min。如果时间不是一个因素的话，一滴一滴的流速最佳。

对于某些复杂的样品基质，额外的前处理是非常必要的。见接下来的样品前处理介绍。

#### 步骤四：冲洗填料

如果您的目标化合物被保留在填料上，使用与溶解样品相同的溶液，或另外一种不能洗脱目标化合物的溶液，去冲洗掉未保留的或不需要的物质。通常冲洗溶液不超过一个柱体积，固相萃取膜片需要5-10mL。

为去除不需要的和弱保留的物质，用一种比样品基质更强，但其强度又不能洗脱目标化合物的溶剂去冲洗填料。典型的溶液是比最终洗脱溶剂的有机或无机盐的含量更少的溶液，也可以调节不同的pH来实现。与最后洗脱液完全不同极性的纯溶剂或溶剂混合物也可作为有效的洗脱剂（见本页表A）。

如果您的目标化合物不被保留在填料上，用相当于一个柱管体积的样品溶剂去洗脱管上残留的、需要的化合物，或用5-10mL去洗脱萃取膜片上的化合物。这种情况下，冲洗也作为洗脱的步骤来完成整个萃取过程。

#### 步骤五：洗脱目标分析物

用少量能洗脱目标化合物的溶液（一般200 $\mu$ L-2mL，取决于柱管的大小，或者5mL-10mL，取决于膜片的大小）去清洗填料，但是要留下在清洗时未被洗下的杂质。收集洗脱液为进一步的分析做准备。

用两次少量液体洗脱目标化合物比用一次大量的体积更有效。当每次洗脱液停留在填料或膜片上为20秒到1分钟时，分析物的回收率最好，在这步中慢速或一滴一滴的流速是最有利的。

固相萃取中使用的强和弱的洗脱溶剂列入下表A

极性	溶剂	与水互溶?
非极性	正己烷	否
	异辛烷	否
	四氯化碳	否
	三氯甲烷（氯仿）	否
	二氯甲烷	否
	四氢呋喃	是
	乙醚	否
	乙酸乙酯	微溶
	丙酮	是
	乙腈	是
	异丙醇	是
	甲醇	是
	水	是
极性	醋酸	是

### 3. 样品的前处理

除了保证样品适当的pH（见第30页在固相萃取法中的pH影响），您应该考虑样品其他前处理的需要。以下部分描述了在使用固相萃取装置之前某些样品基质应该怎样进行前处理：

#### ● 液体样品

##### 生物基质

血清，血浆，血液：血清和血浆样品不需要前处理即可用于固相萃取。然而，大多情况下，分析物如药物可能结合在蛋白质上，会降低SPE的回收率。为了破坏生物体内蛋白质的键合，用反相或离子交换SPE时，处理过程如下：

- 用0.1M或更大浓度碱或酸调节pH至极限值（pH<3或pH>9），用上层溶液做为样品进行固相萃取。
- 用极性溶剂如乙腈、甲醇或丙酮沉淀蛋白质（通常用两份溶剂和一份生物体液的比例），混合均匀并离心之后，移取上层溶液，用水或缓冲溶液稀释即可用于固相萃取。
- 为沉淀蛋白质，用酸或无机盐如甲酸，高氯酸，三氯乙酸，硫酸铵，硫酸钠，硫酸锌来处理生物流体。在用于固相萃取之前，上层溶液的pH可能需要调节。
- 生物流体超声波处理15分钟，加入水或缓冲溶液，离心，上层溶液用于固相萃取。

尿液：对于反相或离子交换固相萃取，尿液样品不需要前处理，但样品加入前，经常需用水或适当pH的缓冲溶液稀释。某些情况下，酸水解（对碱性化合物）或碱水解（对酸性化合物）用来保证目标化合物在尿液样品中自由溶剂化，通常将一个强酸（如浓盐酸）或强碱（如10M氢氧化钾）加入尿样中。加热尿样15-20分钟，然后冷却，用缓冲液稀释，调节至适当的pH即可用固相萃取。也可用酶水解来释放被结合的化合物或药物。

## 细胞培养基

细胞培养基不用预处理即可使用，某些方法可能需要用水或适当pH的缓冲液稀释基质，以保证分析物在样品中自由溶剂化。如果含有满载颗粒细胞培养基很难通过固相萃取装置，用于固相萃取之前，它可能需要振荡和离心。大部分细胞培养基使用反相和离子交换固相萃取方法。

## 牛奶

一般牛奶使用反相和离子交换固相萃取小柱，样品可能要用水或水和极性溶剂的混合溶剂如甲醇（最高至50%）稀释，某些过程需要用酸处理来沉淀蛋白质（典型的如盐酸，硫酸，三氯乙酸）。沉淀以后，样品离心并取上清液用于固相萃取。

## 水样

饮用水、地下水及污水只要不含大量固体颗粒，可直接用于固相萃取。地下水和污水在使用固相萃取之前可能需要过滤，如果目标化合物结合在被遗弃的颗粒上，过滤会降低其回收率。如果可能尽量不过滤样品，让未过滤样品直接通过固相萃取装置，在洗脱时，让溶剂通过填料柱床上的颗粒，这会提高回收率，因为用这种方法，被结合在颗粒上的目标化合物将被洗脱收集。大多数情况下，水样使用反相或离子交换固相萃取。

## 酒，啤酒，液体饮料

在反相或离子交换条件下，液体或酒精饮料不用处理就可用于固相萃取。对反相萃取，如酒精含量很高，需用水或缓冲溶液稀释到酒精含量小于10%，如果有固体颗粒在样品中，用于固相萃取之前，有必要离心或过滤样品。

## 果汁

水果汁一般不用前处理或离心即可用于固相萃取。如果离心，上层清液用于固相萃取。粘度大的果汁需用水或适当pH的缓冲液来稀释。

## 液体药用配制品

因为液体药品主要是水溶液，这类样品使用反相或离子交换固相萃取。如果样品是粘性的，必须用水或用适当的缓冲溶液来稀释。样品的有机萃取物可能要用正相固相萃取。

## 油类

碳氢化合物或脂肪油酯通常是用正相萃取条件下分析的，因为它们无法用水稀释。稀释溶剂通常选用中等极性到非极性溶剂，如正己烷和氯化溶剂。稀释的样品通过正相键合硅胶或吸附剂，样品在通过时被收集，目标化合物通过不被保留，杂质则被保留在吸附剂上。如果目标化合物被保留在填料上，用极性更强的溶剂或用极性溶剂稀释混合液冲洗固相萃取填料，直到分析物回收至某极性洗脱液中。要收集水样中的油，使用反相固相萃取。

## ● 固体样品

### 土壤和沉积物

土壤和沉积物样品一般用中等极性到非极性溶剂通过索格利特萃取或超声波处理萃取，最终萃取物使用正相SPE除去干扰物。如果需要，蒸发最终萃取物，并溶解在另一种溶剂中用于下一步固相萃取（反相、离子交换或正相）。如果目标化合物的萃取效率取决于pH，土壤和沉积物样品在萃取和固相萃取净化之前，需要用适当pH值的溶液平衡。在某些情况下，少量的土壤和沉积物可用适当的溶剂溶解后，只要颗粒不堵塞固相萃取小柱，不用前处理就可用于SPE了，分析物可通过颗粒，被适当溶剂从固相萃取填料或膜片洗脱下来。

### 植物组织，水果，蔬菜和谷物

植物组织，水果，蔬菜和农产品如动物饲料及谷物，要用水、极性溶剂（如甲醇、乙腈）或水和这些溶剂的混合物来溶解，用反相及离子交换萃取纯化。通过离心或过滤除去沉淀的蛋白质和固体后，样品的pH可能需要再调节，分析物可能吸附在固相萃取填料上或者简单地通过而与干扰物分开。样品也可能用中等极性到非极性溶剂溶解，用于正相固相萃取；同样，在用于SPE前，样品可能需要离心或过滤。



## 肉类，鱼类和动物组织

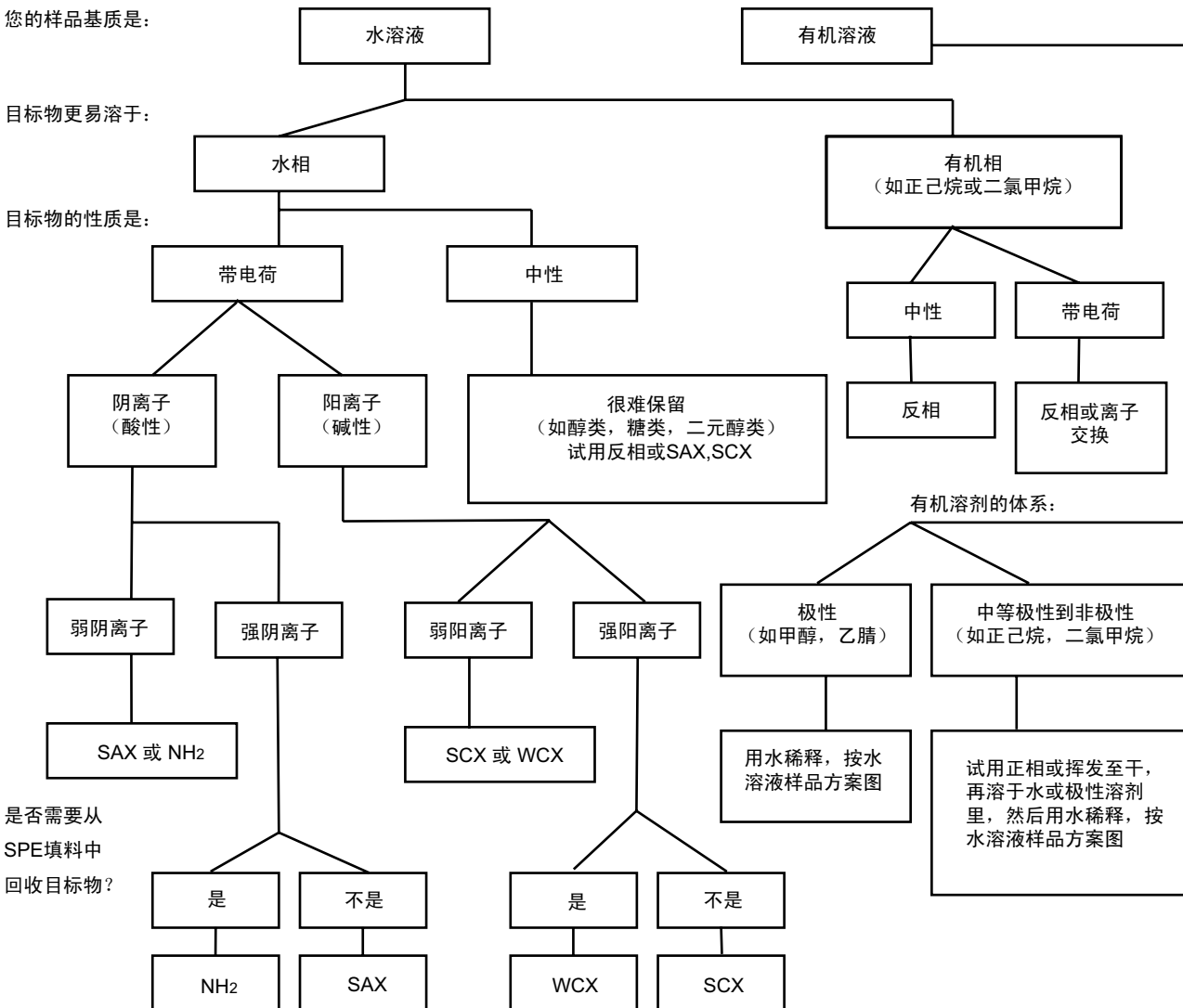
肉类、鱼类和其它的动物组织能用相同于以上描述的固体水果及蔬菜类的处理方法。除了在水中溶解以外，如用于反相和离子交换的样品，可能需要用酸（一般为盐酸或三氯乙酸）水解或降解肉类及其组织，或者用碱（如氢氧化钠）皂化，也可使用酶水解方法。接下来，样品可离心后取上清液用于固相萃取。用中等极性到非极性溶剂获取组织萃取物，用于正相固相萃取。

## 药片和其它固体药用配制品

药片和其它药用固体样品应粉碎成粉末，然后用水或适当的缓冲溶液萃取或充分溶解，用于反相或离子交换固相萃取。中等极性到非极性溶剂用于正相纯化过程。



## 样品的性质决定您的固相萃取过程：



上海安谱科学仪器有限公司是一家集研发、生产、销售为一体的专业公司，主要产品包括色谱产品、化学试剂、标准品、实验室用品、分析仪器配件及耗材、实验室小型仪器等，年销售额超过8000万元，处于中国仪器消耗品行业的前列。公司成立于1997年，总部位于上海，在北京、广州、成都、南京、青岛、武汉、深圳和郑州都设有办事处。

多年来，公司凭借着专业的服务和勤恳的工作，赢得了广大用户的信赖，同时也博得了国际生产商的肯定，许多国际知名制造商纷纷慕名而来希望能成为其合作伙伴。目前我们是众多知名品牌在中国的指定一级代理，如美国Sigma-Aldrich集团公司（含Sigma、Supelco、RdH、Fluka、Aldrich公司）、德国Merck公司、德国CNW公司、瑞典Kromasil公司、瑞士Metrohm公司、美国IDEX公司（含RHEODYNE、UPCHURCH等）、美国Troemner公司（含Talboys）。

公司可以直接经营对外进口业务，且长期备有数量充足、品种齐全的库存现货，从而确保了供货及时迅速。经过十几年的努力，上海安谱公司建立了一套完善的内部数据库管理系统，同时，公司被邓白氏评为“信用R1级”，享有最好的信用等级。2008年初，公司再一次顺利通过ISO9001：2000国际质量管理体系认证。

目前，我们的客户已遍及石油化工、能源环保、医药卫生、轻工食品、生物化学的众多生产科研领域，各公司研发质控部门、研究所、大学、政府机关也成我们的长期用户。我们的服务理念是“真、诚”，我们的宗旨是“保证质量、信誉至上”。安谱公司将一如既往地更好的产品、更好的技术、更好的服务奉献给您——我们的朋友。

#### 对用户的承诺：

- 1、所有产品的质量均符合其生产商声明的规格及标准；
- 2、确保产品质量可靠、供货及时迅速；
- 3、免费提供各种相关的产品资料及技术资料；
- 4、提供专业的、及时的、热忱的售前售后服务；
- 5、如有技术及质量问题，请拨打021-54890099转市场技术部或发E-mail: techservice@anpel.com.cn

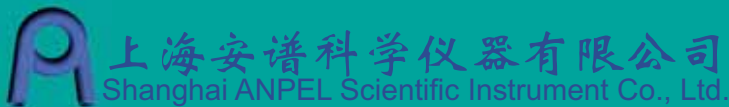
#### 订货指南：

- 1、您可通过电话、传真、信、E-mail、网络或直接上门订货；
- 2、本公司备有大量现货，欢迎垂询；
- 3、各品牌产品订货期不同，大多数为二至三周，如遇生产商缺货、停产、或产品需海运，或产品为政府控制的化学品，则供货周期将延长或无法提供，如发生上述情况，我们的销售委员会在第一时间与您联系，征求处理意见；
- 4、验收：收到货物后，请立即核对产品名称、包装、规格、数量等，如有异议，请在15天内提出，逾期视为如数收讫；
- 5、付款：按订单合同要求执行，第一次订货一般为款到发货。

收款单位名称：上海安谱科学仪器有限公司

开户行：上海银行永康支行

帐号：316832-01006771507



#### ●上海总公司

上海市斜土路2897弄50号海文商务楼507室  
邮编：200030  
电话：021-54890099  
传真：021-54248311  
网址：www.anpel.com.cn  
E-mail: shanpel@anpel.com.cn

#### ●武汉办事处

Add: 武汉市武昌区丁字桥路98号银海花园南区7栋1单元101室  
Tel: 027-87250176  
Fax: 027-51164236

#### ●北京办事处

Add: 北京市宣武区广安门内大街319号广信嘉园B座12B室  
Tel: 010-83130651 /2 /3  
Fax: 010-83130650

#### ●青岛办事处

Add: 青岛市市北区敦化路73号2号楼3单元101户  
Tel: 0532-85082933 85086101  
Fax: 0532-85086101

#### ●广州办事处

Add: 广州市天河区天寿路2号日辉阁2103室  
Tel: 020-38811673 38811577 38811631

#### ●成都办事处

Add: 成都市武侯区锦绣路34号棕北国际佳园1-03-6  
Tel: 028-85254001 /2  
Fax: 028-85254003

#### ●深圳联络处

Add: 深圳市南山区学府路怡园大厦怡景阁24B  
Tel: 0755-26458805  
Fax: 0755-26075056

#### ●南京办事处

Add: 南京市鼓楼区阳光广场1号3007室  
Tel: 025-83737312 83716726  
Fax: 025-83701408