



样品制备技术及其在环境样品 分析中的领先应用

Waters 公司 上海 办事处

(上海市漕河泾开发区钦州北路 1198 号, 82 号大厦 16 楼, 200233)

当今世界面临大量严峻复杂的环境问题, 许多国家和地区的公共卫生机构需要对污染物进行环境样品例行检测。目标化合物常常以微量浓度存在于各种不同的样品基质中, 分析方法的相对灵敏度、选择性、分析时间和实验成本都是分析员关心的问题。此外环境样品测试是一种常规行为, 该行业具有高竞争性特征。从商业角度分析, 委托测试实验室与公共卫生实验室和大学实验室竞争, 以尽量少的员工和成本有效运作。

合理的分析方法是环境实验室管理者和化学家非常关心的问题, 这种方法必须符合以下一些条件: 运用适当的样品制备技术, 选择正确的色谱柱和分离方法, 符合法规检测限的要求, 增加样品的通量等。许多公司宣称可以提供优秀产品、服务和技术支持, 但是真正做到的却很少。Waters 公司 40 余年来成熟的分离技术, 能够提高收集数据的质量, 增强报告可信度, 降低操作成本, 在助您商业达标的同时确保我们的环境质量。

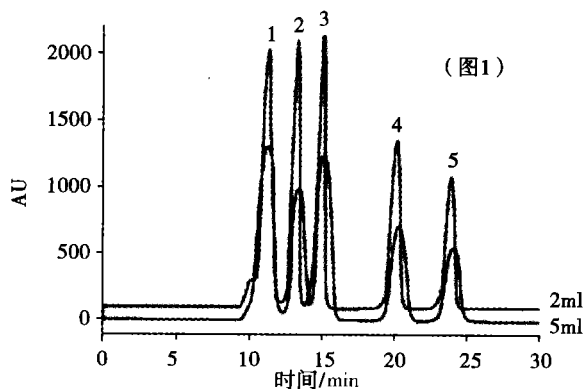
1 环境测试中样品制备的重要性

环境样品制备技术必须是能够浓集被分析物、去除干扰污染。由不同基质中可重现制备样品的高效低价的方法。由于基质性质不同, 被分析物常常又只有 ppb 或 ppt 级水平, 因此对样品制备方法有很高的要求。尽管液液萃取法是一项常用于样品制备方案中的重要技术, 但“绿色化学”(见 <http://www.epa.gov/greenchemistry>) 要求尽量减少或取消危险性有机溶剂的使用。Waters 公司提供多种样品制备产品、技术和成熟的方法, 在减少有机溶剂使用的同时, 帮助您从干扰基质中有效的分离、浓缩被分析物。选择一种合适的样品制备技术能得到高质量的环境测试结果。

2 Waters 公司提供的样品制备方法实例

2.1 EPA 3640A 方法凝胶净化

Waters 公司的 Envirogel™ 色谱柱只需较少的劳力, 时间和溶剂消耗, 超过了 EPA 3640A 方法的要求 (图 1)。



(图 1)

色谱柱: Envirogel™ 19mm×(30cm+15cm)

流动相: 100% 二氯甲烷: 5ml · min⁻¹

检测器: UV@254nm

进样量: 2—5ml 化合物

1. 玉米油: 62.5mg · ml⁻¹, 25.0 mg · ml⁻¹

2. 二(2-乙基己基)邻苯二甲酸: 2.5 mg · ml⁻¹, 1.0 mg · ml⁻¹

3. 甲氧氯: 0.5 mg · ml⁻¹, 0.2 mg · ml⁻¹

4. 苊: 0.05 mg · ml⁻¹, 0.02 mg · ml⁻¹

5. 硫磺: 0.2 mg · ml⁻¹, 0.08 mg · ml⁻¹

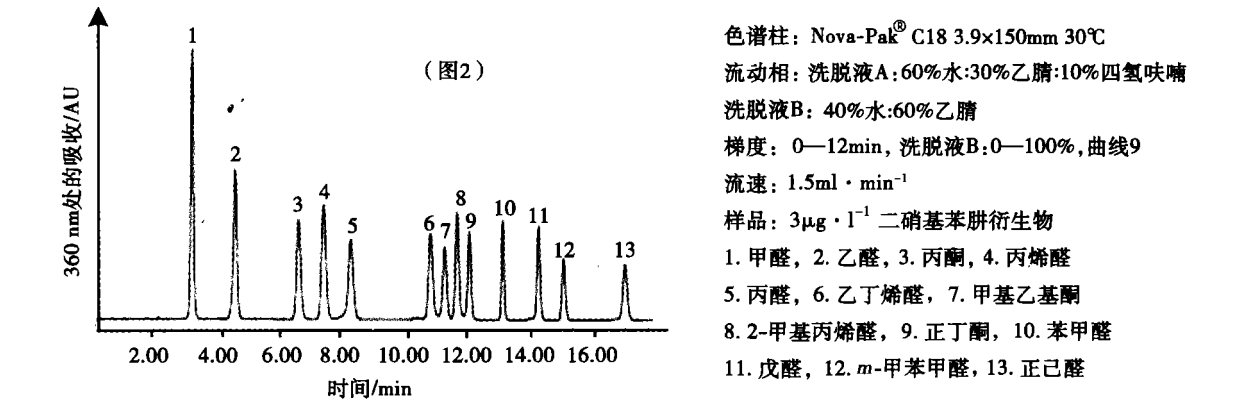
2.2 常见醛和酮的二硝基苯肼衍生物

SeprPak 二硝基苯肼键合相硅胶小柱符合 EPATO-11A 方法的要求, 并能方便收集样品。运用真空泵, 可以通过新型 SeprPak 二硝基苯肼键合相硅胶小柱吸取空气样品。醛和酮与二硝基苯肼反应, 形成腙衍生物而保留在小柱上。乙腈洗脱小柱上的腙, 进入用 HPLC 分析。100L 样品的检测限可达 3μg · l⁻¹ (图 2)。

2.3 EPA 8330 方法爆炸物 (1μg · l⁻¹) 样品制备

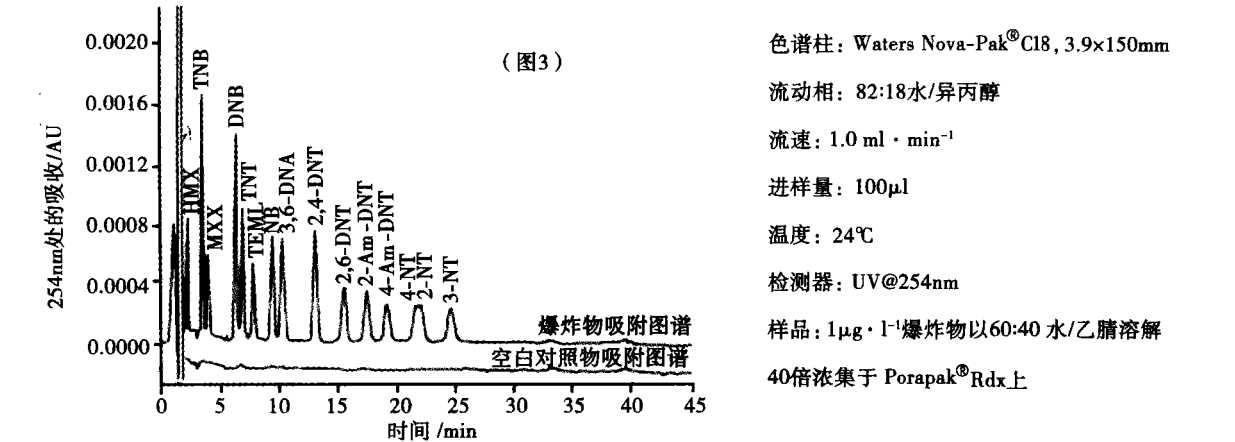
Waters 公司的 Pomapak Rdx 小柱达到并超过 EPA 8330 方法的 QA/QC 要求, 是理想的环境检测实验室用品。用于支持美国国防部补救计划。

15ml 乙腈以 10 ml · min⁻¹ 速度通过小柱 → 30ml 水以 10 ml · min⁻¹ 速度通过小柱 → 500ml 含水样品以 10 ml · min⁻¹ 上样
→ 5ml 乙腈洗脱 → 用色谱纯水稀释到乙腈含量为 40% → 100μl HPLC 进样



2.4 8330方法等度分离分析物

使用 Waters公司的 Porapak Rdx柱芯能够得到最低的方法检测限。图 3 为 1μg · l⁻¹样品，溶剂为水的色谱峰。



2.5 Oasis Prospekt[™]柱芯

内填 Oasis 吸附剂的 Prospekt[™]在线固相萃取小柱。Waters公司的 Prospekt[™] 1和 Prospekt[™] 2小柱用于 Spark Holland Prospekt[™] /Symbiosis[™]系统，规格为 1.0× 10mm的窄径 PVDF柱芯，含有约 2.5mg的 Oasis 吸附剂。

2.6 用于 ng · l⁻¹级检测水平的 Oasis 玻璃小柱

Waters公司的 Oasis 玻璃小柱内用 5cc (200mg) Telfon 筛板，可用于 ng · l⁻¹级痕量分析。每批产品用 2,2-双对羟基丙烷、苯酚类物质和邻苯二甲酸盐检测，以确保 ng · l⁻¹级水溶性内分泌干扰物的分析。

河水中雌激素的回收率 (ng · l⁻¹级)。LC/MS, 5 ng · l⁻¹添加水平, n = 4

结果	2, 2-双对羟基丙烷	17β-雌二醇	17α-乙炔基雌二醇	雌酚酮	己烯雌酚
离子检测 (m/z)	227	271	295	269	267
回收率 %	113	93	96	87	75
相对标准差 %	11	15	12	5	5

3 最新全球关注的环境污染物及 Waters提供的样品制备方案

全氟化合物：是继有机氯农药、二噁英等持久性有机污染物之后环境领域面临的新课题。Waters Oasis WAX 固相提取小柱可用于同时提取环境水样品中 22种全氟化合物，PFOS和 PFOA的定量限低于 0.1ng · l⁻¹。

抗生素和化学药品：检测环境中残留的抗生素和化学药品成为又一热点。Waters Oasis MCX和 HLB固相提取小柱可用于同时提取地下水样品中 17种抗生素和化学药品，结合 LC/MS/MS技术，是分析地下水中残留药物的有力工具。