固相萃取技术与应用

第二版



陈小华　等 编著

科学出版社

固相萃取技术与应用

第二版

陈小华 等 编著

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书是《固相萃取技术与应用》的第二版，依然是从固相萃取的基本理论入手，系统地介绍了固相萃取技术的基本原理，固相萃取材料，固相萃取方法的建立与优化，固相萃取的自动化以及固相萃取技术在环境分析、食品分析、司法鉴定、药物分析、临床检测、生命科学等领域的应用，并对固相萃取技术应用中经常遇到的问题提出了解决方法。最后对固相萃取技术的发展前景进行了展望。

在第二版中，介绍了近年出现的固相萃取新材料及其应用，增加了近年在生物分析中经常用到的固体支撑液液萃取及固相萃取在临床检测中应用的内容。由于液相色谱-串联质谱技术在实验室的普及，本书对固相萃取技术的应用的内容进行了大幅更新。

本书可供从事环境及水质分析、食品分析、司法鉴定、药物分析、临床检测及生命样品分析的相关人员参考，也可以作为高等院校相关专业师生的教学参考书。

图书在版编目(CIP)数据

固相萃取技术与应用 / 陈小华等编著. —2 版. —北京：科学出版社，2019.10

ISBN 978-7-03-062309-6

Ⅰ.①固… Ⅱ.①陈… Ⅲ.①固相-萃取 Ⅳ.①O658.2

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2019）第 205925 号

责任编辑：杨 震 霍志国 孙 曼 / 责任校对：杜子昂

责任印制：肖 兴 / 封面设计：东方人华

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码：100717

http://www.sciencep.com

河北鹏润印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2010 年 1 月第 一 版 开本：720×1000 1/16

2019 年 10 月第 二 版 印张：41 3/4

2019 年 10 月第一次印刷 字数：839 000

定价：238.00 元

（如有印装质量问题，我社负责调换）

编委会名单

主　编　陈小华

顾　问　张玉奎

编　委

陈小华　睿科集团（厦门）股份有限公司

刘虎威　北京大学化学与分子工程学院

李攻科　中山大学化学学院

李　平　厦门鉴科检测技术有限公司

李水军　上海市徐汇区中心医院

潘灿平　中国农业大学

王松雪　国家粮食和物资储备局科学研究院粮油质量安全研究所

翟家骥　北京排水集团

张金兰　中国医学科学院药物研究所

参加编写人员

戴相辉　睿科集团（厦门）股份有限公司

霍冰洋　中山大学化学学院

陆优丽　上海市徐汇区中心医院

李　丽　国家粮食和物资储备局科学研究院粮油质量安全研究所

李先江　中国计量科学研究院

李艳杰　浙江省农业科学院农产品质量标准研究所

罗　赟　睿科集团（厦门）股份有限公司

马利丽　北京市理化分析测试中心

任天坤　中国医学科学院药物研究所

生　宁　中国医学科学院药物研究所

唐　煜　中国医学科学院药物研究所

王　喆　中国医学科学院药物研究所

叶　金　国家粮食和物资储备局科学研究院粮油质量安全研究所

张梦琪　上海市徐汇区中心医院

第二版序

面对环境科学、生命科学、天然产物、医药、临床检测等领域的复杂样品分析，样品前处理技术的发展与应用已成为当前分析检测的必要手段，在一定意义上说，样品预处理水平决定了分析检测的定性定量水平和分析精度。而固相萃取及基于固相萃取原理的各种样品前处理技术应用最为广泛。

陈小华博士等人近十年前撰写出版的我国第一部《固相萃取技术与应用》专著，系统介绍了该技术的理论和应用。我很欣慰地看到该书无论是在分析检测实验室，还是在高等院校都发挥了重要的作用。

近年来各种新的分析检测手段层出不穷，特别是 GC-MS/MS 和 LC-MS/MS 以及 TOF-MS 等技术的普及，将分析检测水平推到一个新的台阶。上述串联质谱技术已经广泛应用于食品安全、环境监测、新药研发、药物一致性评价、临床检测、司法鉴定及蛋白质分离中。而固相萃取作为一种样品前处理技术发挥了重要作用。

为了满足现今高灵敏检测技术的需求，固相萃取技术在近年也有了许多新的发展和应用。有必要对《固相萃取技术与应用》一书的内容进行更新。我很高兴地看到，与第一版不同，这次参与编写的人员包括了国内许多专家、学者和工作在分析检测一线的专业人员，他们将各自实验室的最新研究成果及各领域固相萃取技术的最新进展编入新版《固相萃取技术与应用》，使得该书与时俱进，更加具有可读性。

新版《固相萃取技术与应用》一书在理论部分增加了许多近年来在固相萃取技术方面新的进展，在应用部分除了对第一版书中许多应用案例进行了更新外，还增加了许多应用 GC-MS/MS、LC-MS/MS 的固相萃取样品前处理案例。我相信，新版《固相萃取技术与应用》一书的出版将会使我国广大化学分析工作者更加全面地了解和掌握固相萃取技术，更好地将固相萃取技术应用在日常的分析检测工作中。同时，该书也是一本很好的教科书，可以帮助在校学生更加系统地学习固相萃取技术。



中国科学院院士

2019 年 6 月 28 日

第一版序

随着生命科学、环境科学、蛋白质科学、食品科学、天然产物及中医药等学科的迅速发展，分析化学迎来了新的发展机遇和挑战。面对上述复杂样品体系，样品预处理已成为分析鉴定的瓶颈之一，它直接影响最后分析结果，因此越来越受到人们的重视。固相萃取是样品预处理的重要手段之一。

固相萃取技术是在20世纪70年代末至80年代初发展起来的一种分离富集样品前处理技术，其应用领域涵括了食品分析、环境监测、临床监测、司法鉴定、药物研发、蛋白质分离等在内的诸多领域。在近年颁布的国标检测方法中，也越来越多地使用固相萃取作为样品前处理的手段。

固相萃取操作虽然简单，但是要用好这项技术，必须了解并掌握其原理。只有这样才能够真正发挥固相萃取在样品前处理中的作用。

陈小华、汪群杰两位海归博士在固相萃取方面都有很深造诣，他们用多年的知识积累和实践经验编写了《固相萃取技术与应用》这本书，这是国内第一本系统介绍固相萃取技术的专著。该书的出版必将推进我国样品预处理技术的发展和更加广泛的应用。

该书系统地介绍了固相萃取的原理、材料、方法开发及优化、固相萃取的自动化、常见问题与解决方法以及固相萃取在各个领域的应用等内容，同时，还给出了固相萃取常用的参数，是相关分析工作者不可多得的参考书。我相信该书的出版会帮助广大分析工作者更好地掌握并应用固相萃取技术，在复杂体系样品分析鉴定中发挥重大作用。

张玉奎

2009年9月1日

第二版前言

记得当初写第一版的初衷是希望给国内分析实验室人员提供一本比较系统全面的固相萃取技术方面的书籍。从2010年1月《固相萃取技术与应用》一书由科学出版社出版至今，已经过去了将近十年，我欣慰地看到该书的出版基本达到了当初写书的目的，在不同程度上帮助了许多分析实验室的人员，并且成为许多大学相关专业研究生的必读教材。

然而，随着科学技术的发展，特别是串联质谱技术在分析实验室的广泛使用，我们能够对浓度更低的目标化合物进行定性和定量分析。但有些人一度认为有了高灵敏度、高分辨率的串联质谱技术，样品前处理就可以被淘汰，样品只需要简单地稀释就可以直接进样分析。十分遗憾，事实证明在许多情况下并非如此。例如，在近年逐渐普及的液相色谱-串联质谱分析中，人们必须考虑样品基质对质谱分析的干扰。目标化合物在质谱中的离子化程度会受到共流出物的干扰，最常见的就是“基质效应”对目标化合物分析的影响。另外，在液相色谱-质谱联用技术中，样品基质的引入会降低色谱柱的使用寿命。而适当的样品前处理可以大大降低这些干扰的影响，从而得到更加准确、真实的分析结果。

由此看来，即便近年分析检测技术有了很大的飞跃，但样品前处理依然是人们必须面对的挑战。在最近一次与张玉奎院士的交谈中，张院士说：“样品前处理的重要性怎么强调都不为过。”由此可见时至今日，样品前处理在分析化学中依然处于很重要的位置。值得欣慰的是，随着分析检测技术的发展，包括固相萃取在内的样品前处理技术也有了相应的更新和发展。基于这一点，以及许多读者的需求，我们决定对第一版进行修编。在第一版基础上用了很大的篇幅介绍新型固相萃取材料和许多新的应用，增加了固体支撑液液萃取及固相萃取在临床检测中的应用两个章节。

第一版的编写大部分是凭我一己之力，以我在固相萃取领域二十多年的沉淀，花了三年时间完成。而此次第二版的编写，很荣幸地邀请到国内分析化学各个领域的专家学者及工作在一线的资深技术人员共同参与这项工作，一起为广大读者献上一本与时俱进，既有可读性，又有实用性的新版《固相萃取技术与应用》。在固相萃取理论部分，第1章至第3章做了适当修改，刘虎威教授和王松雪博士等负责了第4章的编写，第5章和第6章做了必要修改，潘灿平教授等负责了第7章的编写，第8章由我本人负责编写，第9章由李平博士等负责编写。在应用部分，第10章由翟家骥高工等负责编写，第11章由潘灿平教授和王松雪

博士等负责编写，第 12 章改动不大，第 13 章由张金兰研究员等负责编写，第 14 章由李水军博士等负责编写，第 15 章由刘虎威教授等负责编写，第 16 章改动不大，第 17 章由李攻科教授等负责编写。

十年前，进口自动化固相萃取仪占据了国内的主要市场。经过国内许多企业，特别是民营企业多年的不懈努力，这种状况得到了很大的改变。我很高兴看到这种改变，也希望我们中国仪器人能够研发生产出更多的高质量国产样品前处理设备。为了支持国产仪器，在“固相萃取的自动化”一章我们用了更多的篇幅介绍国产自动固相萃取仪及相关仪器设备。

本书撰写的初衷未变，依然是希望通过此书为实验室人员提供较为全面的固相萃取技术方面的信息，帮助他们了解、掌握固相萃取技术，以便在工作中能够更好地加以应用。但由于水平有限，本书难免会有不足或疏漏之处，欢迎大家批评指正。

在这里，我要感谢所有支持和帮助我们完成本书的专家、老师和朋友。首先，要再次衷心地感谢张玉奎院士，当我提出希望他为本书第二版写序时，他一如既往地欣然接受了邀请，并作为本书编写顾问给予我们很大的支持。然后，我要感谢为本书编写付出辛勤劳动的编委会的专家们及参与编写的所有人员，他们分别是刘虎威教授和李先江博士；王松雪博士、叶金和李丽；潘灿平教授、马利丽博士和李艳杰博士；翟家骥高工；李平博士、戴相辉及罗赟；张金兰研究员及任天坤博士、王喆博士、生宁和唐煜；李水军博士及陆优丽博士、张梦琪；李攻科教授和霍冰洋博士。我还要感谢一贯给予我支持的梁萍女士，在我决定编写第二版时，她向我提出了宝贵的建议。另外，我十分感谢赵蓓蓓、王宛、尹磊、张峰及黄葳在本书编写中给予的帮助和协作。最后，我要特别感谢睿科集团（厦门）股份有限公司林志杰总经理在本书的编写和出版中给予的全力支持和资助。

陈小华

2019 年 6 月 11 日

第一版前言

我在荷兰留学期间，师从时为国际毒物分析学会主席的 R. A. de Zeeuw 教授，专门研究固相萃取技术及其在系统毒物分析中的应用。20 世纪 90 年代回国后一直在从事自动化固相萃取仪器的应用与推广工作。近几年因为工作关系，我在全国各地进行过上百次固相萃取技术的讲座。每次讲座之后，总是有许多听众要求得到讲座资料，原因是他们十分缺乏样品前处理方面的相关资料。当时我利用出差的机会专门到北京、上海、广州等大城市的新华书店、科技书店翻阅了所有涉及固相萃取技术的书籍，发现大部分书籍中对固相萃取技术的介绍都十分简单，而且大同小异，并不能使读者系统地了解和掌握这项技术。为了满足参加讲座的听众在这方面的要求，我编写了《固相萃取技术及应用》的小册子，由香港华运公司印刷。从那时起，我就产生了编写一本专门论述固相萃取技术的中文书籍的想法。

近几年，固相萃取技术在国内迅速普及，相关的文章也越来越多。然而，当我们阅读这些文章时，可以发现一个带有普遍性的不足之处，就是大多数文章在描述建立固相萃取方法的过程时，较少讨论固相萃取所涉及的化学问题。较多的是基于经验及相关的实验结果，而缺乏对这些实验结果的解释。这一方面可能是由于在相当一部分的分析实验室中，样品前处理的重要性依然没有得到足够的认识，文章的作者不愿意在样品前处理方面多下笔墨；另一方面也可能是由于国内大学很少开办样品前处理相关的课程，学生毕业后又没有得到相应的培训，加上指导实验人员正确选择、使用固相萃取的资料实在太少，以至实验室人员缺乏相关的基本知识，当然，也可能是受篇幅所限。为了弥补这方面的不足，让更多的人来关心样品前处理的问题，我从 2006 开始着手编写这本书。今天，在汪群杰博士等人的支持和参与下，这本书终于脱稿了。

令人欣慰的是这几年样品前处理的重要性越来越受到人们的关注，网上出现了不少关于样品前处理的讨论区。在我曾经访问过的国内的许多实验室，看到一些研究生的研究课题就是固相萃取。这些都说明人们已经开始改变过去那种重仪器分析，轻样品前处理的观念。本书的目的就是为实验室人员提供较为全面的固相萃取技术方面的信息，帮助他们了解、掌握固相萃取技术，以便在工作中能够更好地加以应用。由于水平有限，本书难免会有不足，甚至错误，欢迎大家批评指正。如果读完此书可以从中有所得益，那么，我们的目的就已经达到了。

本书的第 1 章至第 9 章、第 11 章、第 13 章至第 15 章主要由我本人负责编

写，第 10 章和第 12 章由汪群杰博士负责编写，我进行补充及修改。

本书在编写过程中，得到了许多热心人的支持和帮助。在这里，我要感谢所有支持和帮助我们完成这本书的老师和朋友。首先，要衷心地感谢张玉奎院士，当我提出希望他为本书写序时，他欣然地接受了邀请。另外，我还要特别感谢我的大学同学，华南理工大学轻工与食品学院的陈玲教授和她的学生们在本书的编写过程中帮我收集了大量的相关资料。同时，还要感谢广东省公安厅刑侦局技术处高级工程师裴茂清为我提供相关的资料。博纳艾杰尔科技有限公司的梁萍总经理、殷文娟对本书的出版功不可没，在此一并感谢。我还要感谢张俊燕、黄韦等人协助汪群杰博士完成相关章节的编写工作。本书的出版得到了博纳艾杰尔科技有限公司的鼎力资助，在此表示由衷的感谢。

陈小华

2009 年 6 月 11 日

目　录

第 1 章　概论 …… 1
1.1　样品前处理的重要性 …… 1
1.2　本书各章简述 …… 5
参考文献 …… 8
第 2 章　固相萃取概述 …… 9
2.1　固相萃取的概况 …… 9
2.2　固相萃取的作用 …… 16
参考文献 …… 18
第 3 章　固相萃取基本原理与操作 …… 21
3.1　固相萃取吸附剂与目标化合物之间的作用机理 …… 21
3.2　pH 对固相萃取的影响 …… 32
3.3　样品基质对固相萃取的影响 …… 35
3.4　固相萃取中目标化合物的吸附与洗脱 …… 36
3.5　固相萃取基本模式 …… 46
3.6　固相萃取操作 …… 52
参考文献 …… 54
第 4 章　固相萃取材料与规格 …… 56
4.1　键合硅胶固相萃取材料 …… 56
4.2　无机基质固相萃取材料 …… 68
4.3　有机聚合物固相萃取材料 …… 72
4.4　混合型固相萃取材料 …… 80
4.5　新型固相萃取材料 …… 85
4.6　固相萃取装置与规格 …… 108
4.7　固相萃取装置的容量 …… 119
4.8　固相萃取柱的再生 …… 120
参考文献 …… 122
第 5 章　固相萃取方法的建立与优化 …… 129
5.1　建立固相萃取方法 …… 129
5.2　固相萃取方法的优化 …… 147
5.3　放射性标记物在优化固相萃取方法中的应用 …… 151

5.4　应用统计学及相关实验设计软件优化固相萃取方法 …… 155
参考文献 …… 158
第 6 章　固相萃取前的样品处理 …… 160
6.1　固相萃取前样品处理的重要性 …… 160
6.2　液体样品的预处理 …… 161
6.3　固体及半固体样品预处理 …… 171
参考文献 …… 179
第 7 章　基质固相分散萃取与分散固相萃取 …… 182
7.1　基质固相分散萃取方法和基本原理 …… 182
7.2　影响基质固相分散萃取的因素 …… 186
7.3　基质固相分散萃取在食品及环境分析中的应用 …… 188
7.4　分散固相萃取 …… 196
参考文献 …… 217
第 8 章　固体支撑液-液萃取 …… 220
8.1　基本原理 …… 220
8.2　影响 SLE 的因素 …… 223
8.3　SLE 基本操作 …… 226
参考文献 …… 227
第 9 章　固相萃取的自动化 …… 229
9.1　固相萃取自动化的概况 …… 229
9.2　基于固相萃取柱的自动固相萃取系统 …… 230
9.3　基于固相萃取膜的自动固相萃取系统 …… 235
9.4　基于固相萃取吸嘴的自动固相萃取系统 …… 236
9.5　基于固相萃取板的自动固相萃取系统 …… 238
9.6　QuEChERS 样品净化系统 …… 240
9.7　在线固相萃取系统 …… 244
9.8　实验室机器人 …… 247
9.9　自动固相萃取仪在固相萃取方法建立及优化中的应用 …… 248
参考文献 …… 253
第 10 章　固相萃取技术在环境分析中的应用 …… 254
10.1　环境污染问题 …… 254
10.2　环境分析中固相萃取柱的选择 …… 255
10.3　多环芳烃的固相萃取 …… 257
10.4　酚类化合物的固相萃取 …… 268
10.5　多氯联苯和二噁英的固相萃取 …… 277

10.6　邻苯二甲酸酯的固相萃取 …… 285
10.7　有机农药残留物的固相萃取 …… 288
10.8　多种不同种类污染物的固相萃取 …… 313
10.9　全氟辛基磺酸和全氟辛基羧酸的固相萃取 …… 330
10.10　抗生素的固相萃取 …… 332
10.11　极性化合物的固相萃取 …… 340
10.12　激素的固相萃取 …… 344
10.13　废水中矿物油和油脂的固相萃取 …… 347
10.14　固相萃取用于样品的采集及保存 …… 349
参考文献 …… 352
第11章　固相萃取技术在食品分析中的应用 …… 356
11.1　食品中常见有机毒物和主要的样品前处理方法 …… 356
11.2　蔬菜、水果中农药残留检测中的样品净化 …… 368
11.3　谷物中农药残留检测中的样品净化 …… 378
11.4　烟草、茶叶、酒中成分及残留有害物质检测中的样品净化 …… 382
11.5　肉类和水产品中有毒有害物质检测中的样品净化 …… 392
11.6　乳制品中残留药物检测中的样品净化 …… 408
11.7　蜂蜜中残留药物检测中的样品净化 …… 413
11.8　食品中主要真菌毒素的免疫亲和净化 …… 417
11.9　食品中非法添加物检测中的样品净化 …… 422
11.10　食品中金属元素检测中的样品净化 …… 432
参考文献 …… 435
第12章　固相萃取技术在司法鉴定中的应用 …… 443
12.1　固相萃取技术在麻醉药品及精神药品分析中的应用 …… 443
12.2　固相萃取技术在毒鼠药分析中的应用 …… 481
12.3　固相萃取技术在多种药物及毒物筛查分析中的应用 …… 484
12.4　固相萃取技术在爆炸残留物检测中的应用 …… 493
参考文献 …… 495
第13章　固相萃取技术在药物分析中的应用 …… 497
13.1　固相萃取技术在中草药分析中的应用 …… 497
13.2　固相萃取技术在化学药物质量控制中的应用 …… 507
13.3　固相萃取技术在抗体药物分析中的应用 …… 515
13.4　固相萃取技术在药物代谢动力学研究中的应用 …… 522
13.5　干血斑法在药物分析中的应用 …… 534
参考文献 …… 539

第 14 章 固相萃取技术在临床检测中的应用 …… 541
14.1 固相萃取技术在 25-羟维生素 D 检测中的应用 …… 543
14.2 固相萃取技术在儿茶酚胺类激素检测中的应用 …… 549
14.3 固相萃取技术在遗传性代谢疾病检测中的应用 …… 555
14.4 固相萃取技术在类固醇激素检测中的应用 …… 565
14.5 固相萃取技术在药物检测中的应用 …… 571
参考文献 …… 579
第 15 章 固相萃取在生命科学领域中的应用 …… 581
15.1 固相萃取技术在基因组学中的应用 …… 581
15.2 固相萃取技术在转录组学中的应用 …… 586
15.3 固相萃取技术在蛋白质组学中的应用 …… 587
15.4 固相萃取技术在代谢组学研究中的应用 …… 593
15.5 固相萃取技术在脂质组学中的应用 …… 597
15.6 固相萃取技术在糖组学中的应用 …… 599
15.7 固相萃取在生命科学领域的其他应用 …… 602
参考文献 …… 605
第 16 章 固相萃取中常见的问题及解决方法 …… 608
16.1 流速问题 …… 608
16.2 回收率问题 …… 610
16.3 污染问题 …… 615
16.4 非萃取问题 …… 617
参考文献 …… 618
第 17 章 固相萃取技术的展望 …… 619
17.1 新型固相萃取材料 …… 619
17.2 固相萃取装置 …… 625
17.3 固相萃取技术的标准 …… 630
17.4 固相萃取技术的应用 …… 632
17.5 固相萃取技术的问题与发展 …… 632
参考文献 …… 633
附录一 固相萃取相关术语 …… 636
附录二 化合物官能团 pK_a 值 …… 640
附录三 常见商品化固相萃取柱对照表 …… 645
附录四 固相萃取中常用的溶液和缓冲溶液 …… 647

第1章 概 论

1.1 样品前处理的重要性

当今世界,人们在享受科学发展和社会进步带来前所未有的光明的同时,也在承受在追求发展过程中对自身生存环境破坏所带来的惩罚。工业化过程对我们赖以生存的地球造成的破坏和污染已是众所周知,食品安全、环境污染已经严重地影响人们的身体健康。

在中国,有五分之一的土地受到酸雨的影响。2006年10月世界卫生组织公布全球污染最严重的二十个大城市中,中国占十六个。各种农药、杀虫剂、抗生素、激素的大量合法或非法的使用,以及为追求经济利益而不断发生的掺假、造假事件,使得人们不得不忧虑环境和食品安全问题,2008年发生的轰动全球的三聚氰胺毒奶粉事件就是一个很好的例子。势态的严峻及人们的忧虑,导致要监控、分析的样品种类及数量迅速增多,对分析实验室的要求也越来越高,分析工作者正面临前所未有的压力。速度快、花费少是人们对分析实验室提出最多的要求。

从国际贸易的角度来看,中国加入WTO后,成员方之间的产品出口必须遵守WTO的原则。为了保护本国或本地区的工农业产业,发达国家都凭借先进科技优势,以保护环境和人类健康为由,通过立法或制定严格的强制性技术法规构建对国外商品进行准入限制的贸易壁垒[1]。这就是利用所谓"绿色壁垒"对本国或本地区的产业进行贸易保护,如增加检测项目、降低有害物质的许可含量等。日本从2006年5月29日开始执行的"肯定列表制度"中对许多有害物质的许可最低含量进行了调整。例如,蜂王浆中的氯霉素残留含量从原先的0.05 mg/L调整为0.0005 mg/L。由于各国对食品中残留有害物质的许可含量要求越来越低,对分析手段及相关的样品前处理手段的要求也越来越高。

近年来串联质谱技术已经进入不同实验室,特别是在新药开发及临床检测领域的迅速发展,LC-MS/MS越来越广泛地应用于生物样品的检测。串联质谱分析已经是贯穿新药研发各个阶段必不可少的检测手段。在临床检测方面,串联质谱的引入更是使得其应用领域产生了爆发性的增长,从体内各种药物、激素、氨基酸、维生素到生物标记物等。在临床检测领域,应用LC-MS/MS检测的项目已经多达2000多项。随着各种新型生物标记物的发现,其应用范围还会不断扩大。而串联质谱的成功应用,少不了生物样品的前处理环节。因此,样品前处理技术在新药研

发及临床检测方面都起到重要作用。

目前,我国无论是对内还是对外的检测,实验室装备的分析检测仪器都是相当先进的,可以说是基本与国际接轨的。但是,在样品前处理方面,无论是资金的投入还是人员的培训,与发达国家相比还有一定的距离。我曾经访问了一个城市自来水厂的化验室,他们谈到由于建设部(现住房和城乡建设部)2005 年 2 月 5 日颁布了新的《城市供水水质标准》,水质检测标准要求检测项目从原来的三十五项增加到一百零一项,大大增加了他们的工作量。为了提高效率,他们希望用自动化的固相萃取设备来进行水中多环芳烃、有机农药残留量等分析前的样品预处理。然而,该实验室上至室主任,下至化验员,十几个人中没有一个人接触过固相萃取技术。由此可见宣传、推广现代样品前处理技术的重要性。

一个样品分析过程,包括样品的采集、分析前的样品处理、分析、数据处理及结果报告。在这个过程中,样品前处理是最烦琐、最花时间的步骤。根据 *LC-GC* 杂志对 1000 多个实验室进行的调查[2],在色谱分析过程中,实际仪器分析仅仅占 6% 的时间,而样品前处理所花费的时间则高达 61%! 图 1-1 给出了该项调查的结果。很明显,样品前处理已经成为我们提高分析效率的瓶颈。这个问题不解决,即便有世界上最先进、最高效的分析仪器,也无法提高整体的分析工作效率。然而,由于种种原因,在许多人的头脑中已经形成一种观念,就是重视分析仪器及其方法,轻视样品前处理。长期以来,我国很少有关于分析样品前处理的专著。直到 2001 年,在这方面几乎是空白[3,4]。大学的分析化学专业也很少开设样品前处理的课程。大学毕业生到了工作单位,基本上是师父用什么方法,徒弟就学什么方法。在许多实验室中,不难看到气相色谱仪、液相色谱仪、气-质联用仪、液-质联用仪、多级质谱仪、红外光谱仪、核磁共振仪、等离子体光谱仪等世界上最先进的分析仪器。但是,样品前处理设备的投入则较少。值得庆幸的是,这种状况在最近几年有了很大的改变。

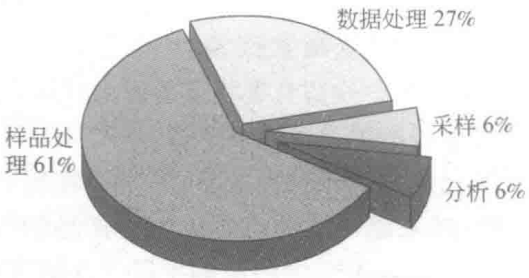


图 1-1　分析过程中各步骤花费时间所占比例

必须强调指出,样品前处理在整个分析过程中所占的位置是十分重要的。这不仅涉及工作效率的问题,同时也关系到分析结果可靠性的问题,样品前处理是影

响分析数据精确度和准确度的主要因素之一。如图1-2所示,对于一个给定样品,在整个色谱分析过程中,主要的误差来源产生于样品处理及操作。这两项约占整个误差来源的49%[2]!

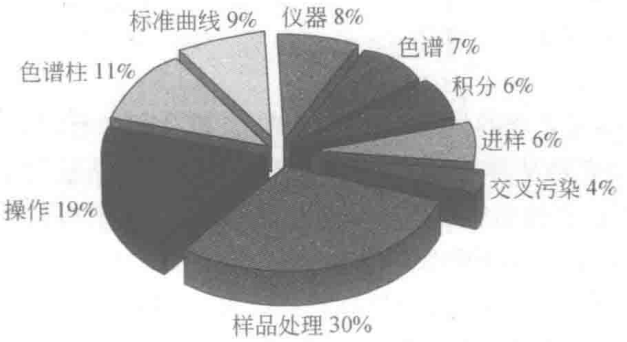


图1-2 色谱过程每个步骤产生误差来源的概率

对于一个固体样品而言,整个分析过程可能包括以下步骤(图1-3):



图1-3 固体样品分析过程示意图

很明显,在分析过程中,样品处理引起的误差是无法通过分析仪器来校正的。因此,绝对不能忽视样品前处理的重要性。样品前处理在现代化学分析中是一个十分重要的步骤,要保证分析结果的精确度和准确度必须从样品前处理入手。

除了酶联免疫分析及放射免疫分析等对目标化合物有专一选择性的检测手段之外,一个送到实验室要求进行某种化学检测的样品,往往不能直接进行相关的检测。我们往往需要对这个样品进行一定的前处理,以保证该样品能够满足检测手段的要求。正如 *LC-GC* 杂志专栏作家 Majors[5]所说:"Analysts are seldom lucky enough to be able to inject samples with no pretreatment。"例如,对水产品中孔雀石绿残留量的检测,根据现有的技术,人们是无法直接将鱼虾等水产品直接注入分析仪器进行检测的。根据农业部(现农业农村部)SC/T 3021—2004 方法,对于水产品中孔雀石绿残留量进行液相色谱检测前,样品必须经过粉碎匀浆、溶剂萃取、浓缩、固相萃取净化等前处理步骤将残留孔雀石绿从样品基质中分离出来,然后才能对样品中残留的孔雀石绿进行检测。

样品前处理的方法有很多。Majors[5]罗列了三十九种目前实验室使用的样品前处理方法。根据样品的特性及检测手段,人们可以选择不同的样品前处理方法。理想的样品前处理方法应该符合以下条件:

(1)能够选择性地将一个或多个目标化合物从基质中分离出来。