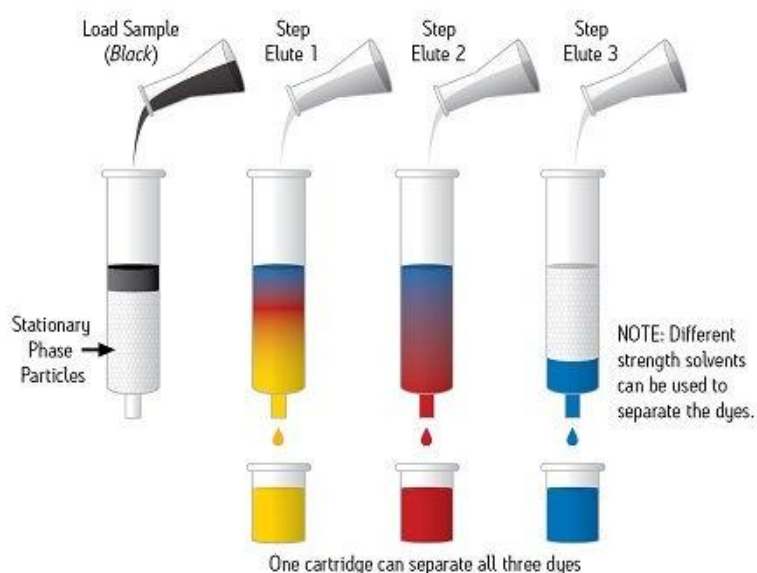


# 慧德易电子期刊

H&E Electronic Journal

第九十八期

## SPE 入门指南



2017年8月

HIGH QUALITY & EXPERT

## 第九十八期 SPE 入门指南

## 固相萃取的定义

SPE 通常是一种使用装在柱芯型装置内的固体颗粒和色谱填充材料对样品中的不同组分进行化学分离的样品制备技术。样品几乎始终呈液态，但特殊应用项目可能使用气相中的某些样品进行。图 1 显示出一份样品（图示为黑色）正在使用 SPE 装置进行处理，以使组成该样品的每种染色组分通过色谱分析实现分离。



图 1 SPE 方法示例

色谱床可以用来分离一份样品中的不同组分，从而使后续的分析测试更容易成功。例如，SPE 常用来选择性地除去干扰物。

从技术角度对此项技术给出的准确命名应该是“液相-固相萃取”；这是因为色谱颗粒是固体，而样品则呈液态。此处所用液相色谱的基本色谱原理与高效液相色谱相同，只是使用形式与使用原因存在差异。此处使用色谱是为了在将样品提交分析测试之前对其进行较好的制备。

在样品制备方面，样品的来源非常广泛。它们可能是生物样本（如：血浆、唾液或尿液）、环境样品（如：水、空气或土壤）、食品（如：谷物、肉和海鲜）、药品、营养添加剂、食品、饮料或工业产品等。甚至蚊虫的头部也可能是样品！当科学家需要分析从蚊虫脑部提取出的神经肽时，SPE 是首选的样品制备方法。

## 使用 SPE 的四种主要优势

使用 SPE 可带来许多优势，但有四种主要优势值得特别关注。

## 1. 复杂样品基质的净化及化合物纯化

分析人员所面临的最棘手的难题之一就是目标化合物包含在一种复杂样品基质中（如：谷物中的毒枝菌素，虾中的抗生素残留物或者血浆、血清或尿液中的药物代谢物）的情况。样品基质中的大量干扰性组分或物质与目标化合物混杂在一起会使得分析操作举步维艰。

需要解决的首要问题是：为了对目标化合物进行定性和定量分析，必须将其与众多的干扰物质分离开来，从而增加了分析本身的复杂性。参见图 2。

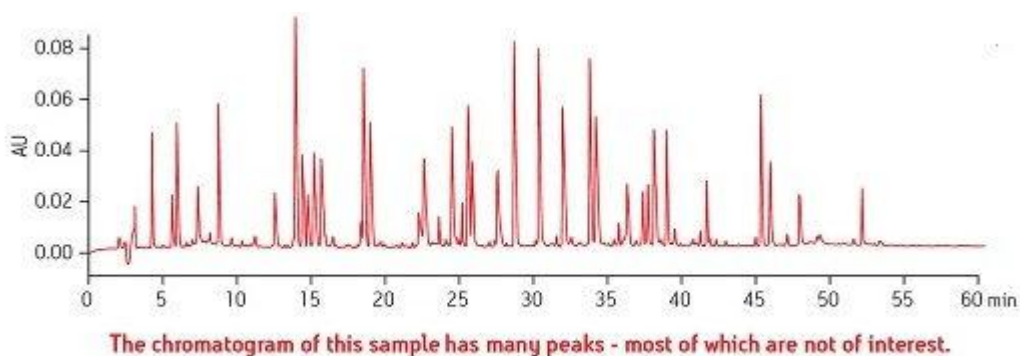


图2 复杂样品示例

此项测定可能存在稳定性差的问题，这是因为任何微小的改变都可能会影响难分离物质间的分辨率。

另一种考虑是存在于样品基质中的各种干扰物在每次进样时可能会蓄积导致仪器停机。如果这些干扰物能在样品制备期间被除去，那么目标化合物就能使用一种更简单、更稳定的方法进行分析（图3）。此图将位于靠上位置的原始样品与位于靠下位置的经 SPE 制备后的新样品进行了比较。

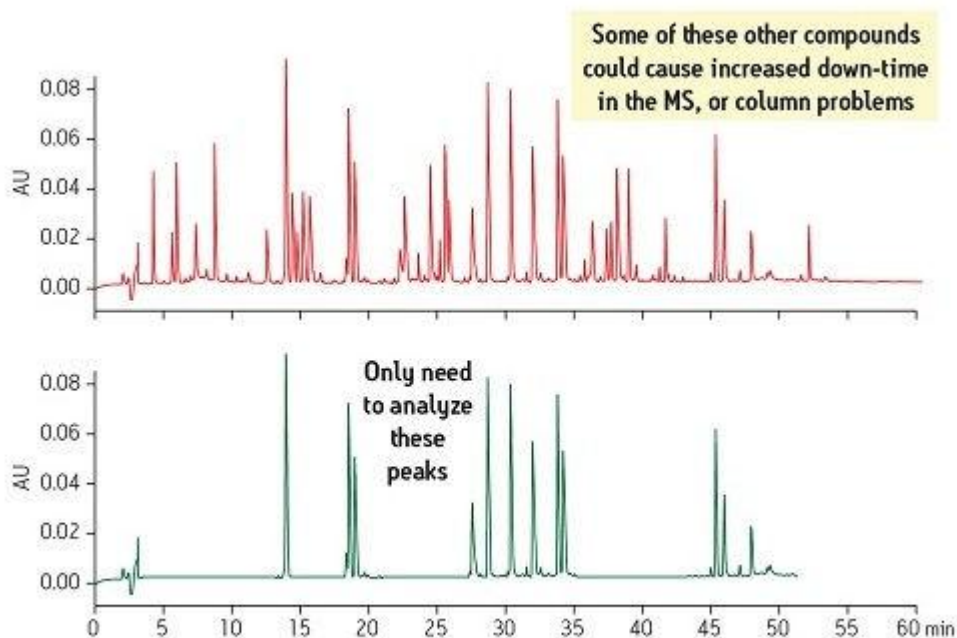


图3 比较样品基质的复杂性

净化样品基质所带来的一个额外的优势是定量准确度得以提高。图4顶部所示的化合物1的蓝色谱图最初看起来似乎是可以接受的。然而，当与其正下方用红色显示出的空白样品基质谱图对比时可以发现，其中的确存在源自样品基质中的某些污染物。靠下的谱图通过采用一种适当的 SPE 试验方案而得出，表明同样的化合物不存在干扰问题，从而使得定量准确度显著提高。

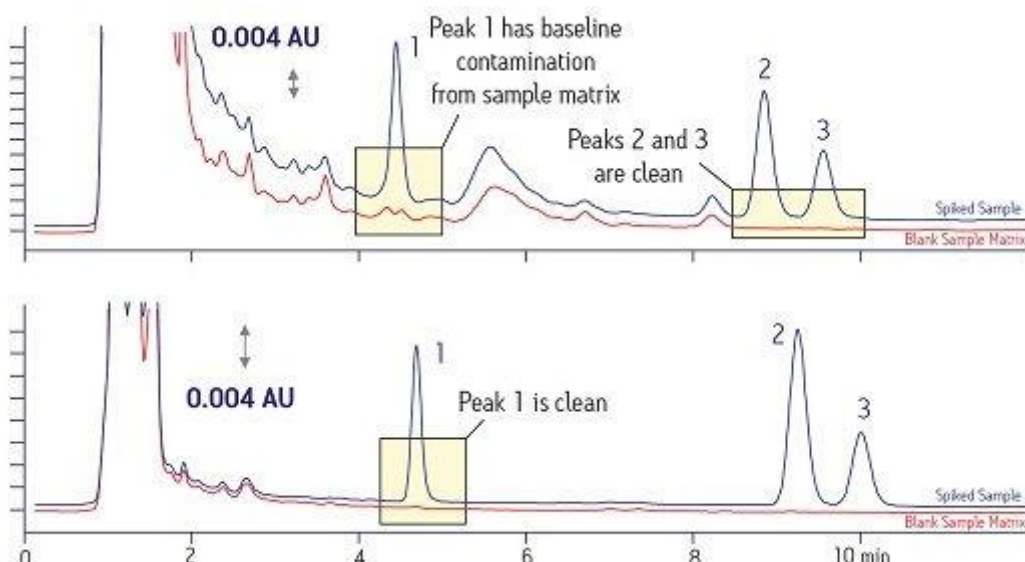


图 4 使用更好的样品制备方法可提高定量分析水平

图 5 给出了另一个示例。靠上的谱图表明化合物#1 和#2 均受到样品基质引起的明显干扰。靠下的谱图表明使用 SPE 进行适当样品制备后可显著提高结果质量（基线干净）。请注意，一条明显更干净的基线可提高分析结果的准确度。如果该样品需要对化合物进行分离和纯化，那么也可以获得一种纯度明显更高的萃取物。

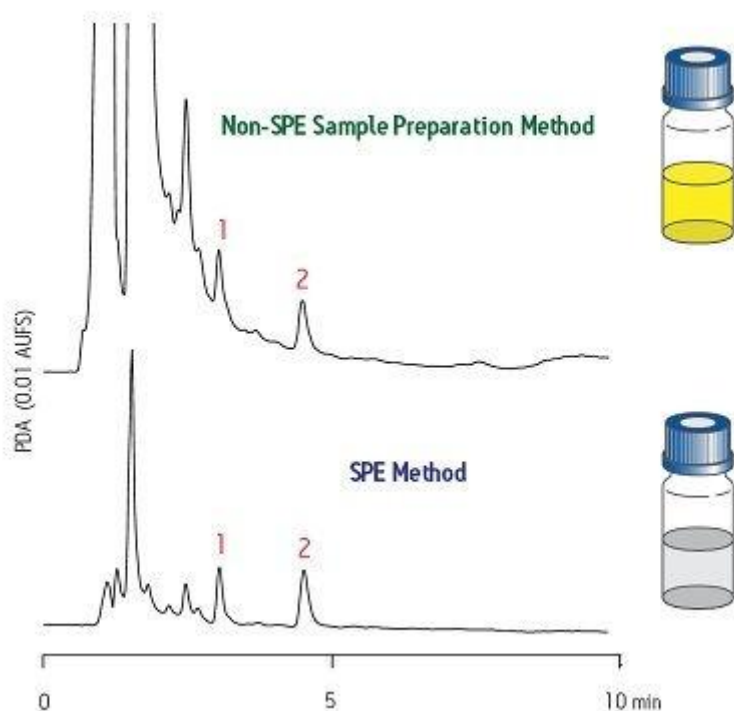


图 5 使用 SPE 技术显著改善基线质量

## 2. 减少质谱应用中的离子抑制或离子增强现象

复杂样品基质带来的第二种问题在我们观察质谱输出图谱（LC/MS 或 LC/MS/MS）时可以看到。为了获得适当的质谱响应信号（灵敏度），必须使该化合物离子化。如果该化合物离子的形成因样品基质干扰物而受阻，那么相应的信号强度也会大大减弱。

我们可以在图 6 中看到这种效应。靠上的质谱图代表了目标化合物以生理盐水作为溶剂进样时所获得的信号。靠下的图谱表明当相同的化合物在人血浆中进行分析时引起信号响应显著降低（抑制比例>90%）。在靠下的图

谱中，只进行了一个常见的蛋白沉淀步骤。这种技术不能清除可引起离子抑制的基质干扰物，从而导致信号响应差。

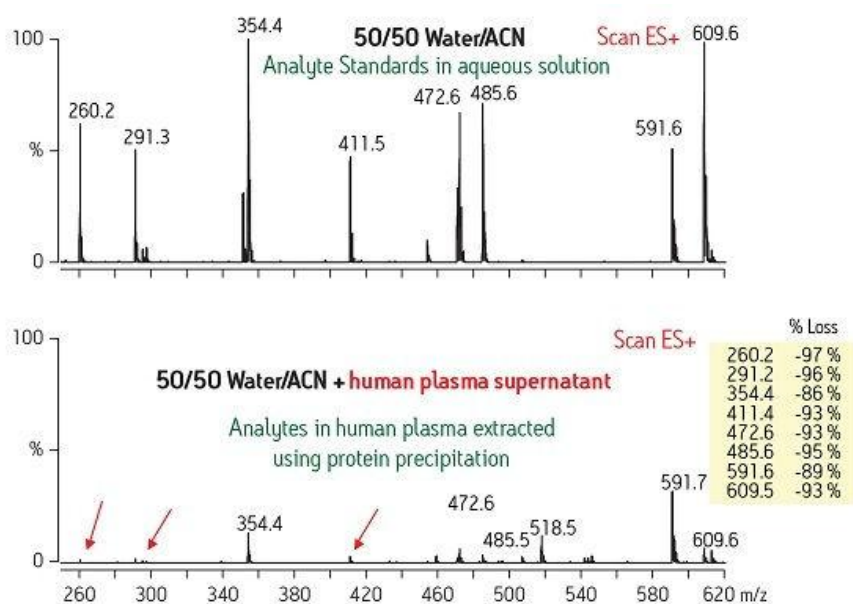


图 6 关于样品基质引起的离子抑制示例

图 7 给出了关于这种抑制效应的另一个较好示例。在质谱图的靠上图谱中(血浆样品仅经过蛋白沉淀处理)，我们可以看到 80% 的特非那定峰受到抑制。在靠下的图谱中(相同的样品使用 SPE 方法处理)，我们所观察到的离子抑制极小。去除样品基质中的干扰物有利于该化合物离子得以正确形成，从而获得了较好的信号。

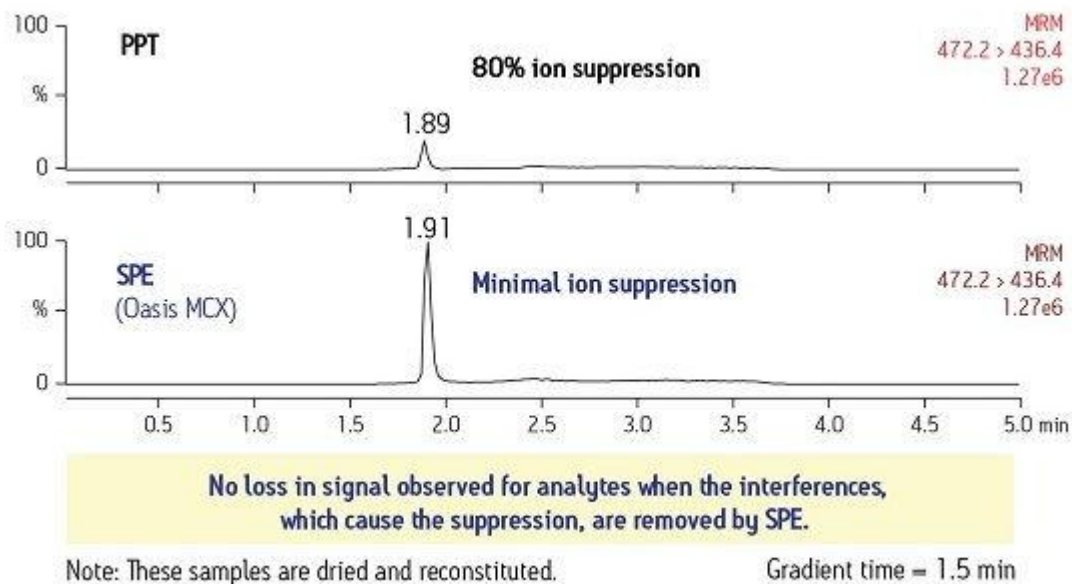


图 7 适当的 SPE 可减少离子抑制

在有些情况下，源自样品基质的干扰物可能会增加某种化合物的信号，这叫做离子增强，可导致响应值偏高。适当的 SPE 方法可通过将干扰物与该化合物分离开来而最大限度减弱这种效应，从而使响应值更准确。

### 3. 能够通过样品基质分馏而对化合物进行分类分析



分析人员可能会面对一种包含多种化合物的样品，这时需要对其进行分类分离以确保后续分析效果事半功倍。例如，一种软饮料在其配方中包含种类多样的化合物。这时可以开发出一种 SPE 方法，以对不同类别的化合物进行分离，例如可根据其极性进行分离。极性化合物可作为一种分离后的馏分而非极性更强的化合物中收集得到。然后，可通过一种更加高效的方式分别对这两种馏分进行分析，因为它们的化合物更为相似。

图 8 给出了关于 SPE 分馏效力的一个示例。在这里，一种复杂的干粉样品（紫葡萄混合饮品）被轻易分离成 4 种馏分：1 种完全由极性化合物组成的馏分、1 种纯化型红色化合物、1 种纯化型蓝色化合物和 1 种包含所有其余非极性化合物的馏分。

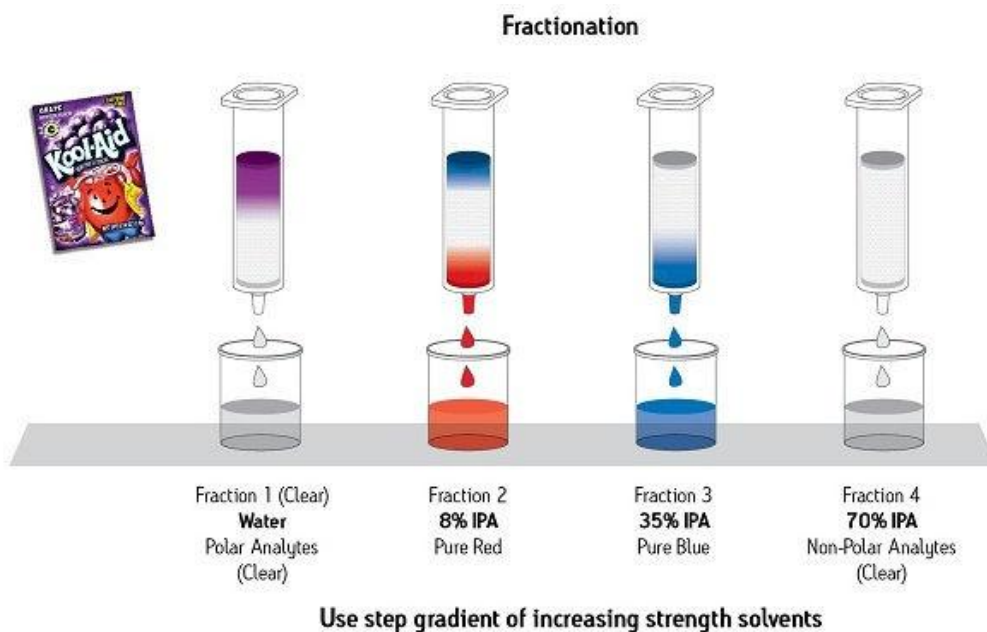


图 8 通过 SPE 进行样品制备

#### 4. 对极低浓度组分进行痕量浓缩（富集）

分析师如今常常需要报告具有前所未有更低浓度的化合物，浓度低至万亿分位（ppt）并且甚至更低。这些化合物在纯净样品中的浓度通常低于分析仪器的灵敏度范围。

分析环境样品中的痕量污染物或者代谢物在生物液体内的变化情况就是一个可以说明这一点的较好例子。图 9 中靠上的图谱表明使用原始纯样品进行分析时，目标化合物的信号响应差。通过以 SPE 作为痕量浓缩策略制备样品后再使用相同的分析条件进行分析后所获得的靠下的图谱表明这种化合物的信号强度显著提高。根据这一结果，我们可以准确计算出纯样品中的原始化合物浓度。

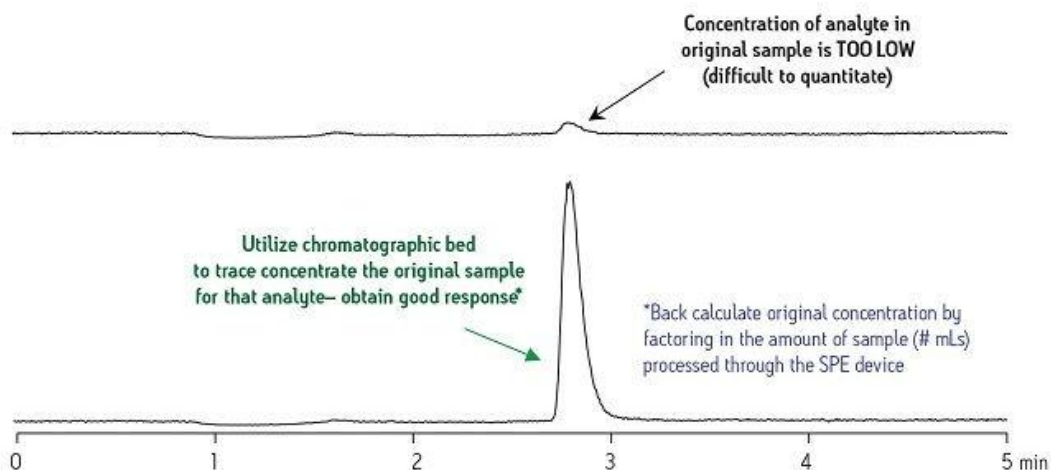


图 9 痕量浓缩示例

如果没有 SPE 内色谱填充材料的保留性能，那么即便是有可能采用其他样品制备方法，也很难对特定化合物进行痕量浓缩。

## 总结

正如我们所看到的，一根带有色谱床的 SPE 柱具有四种可促进样品分析顺利进行的重要功能。参见图 10。

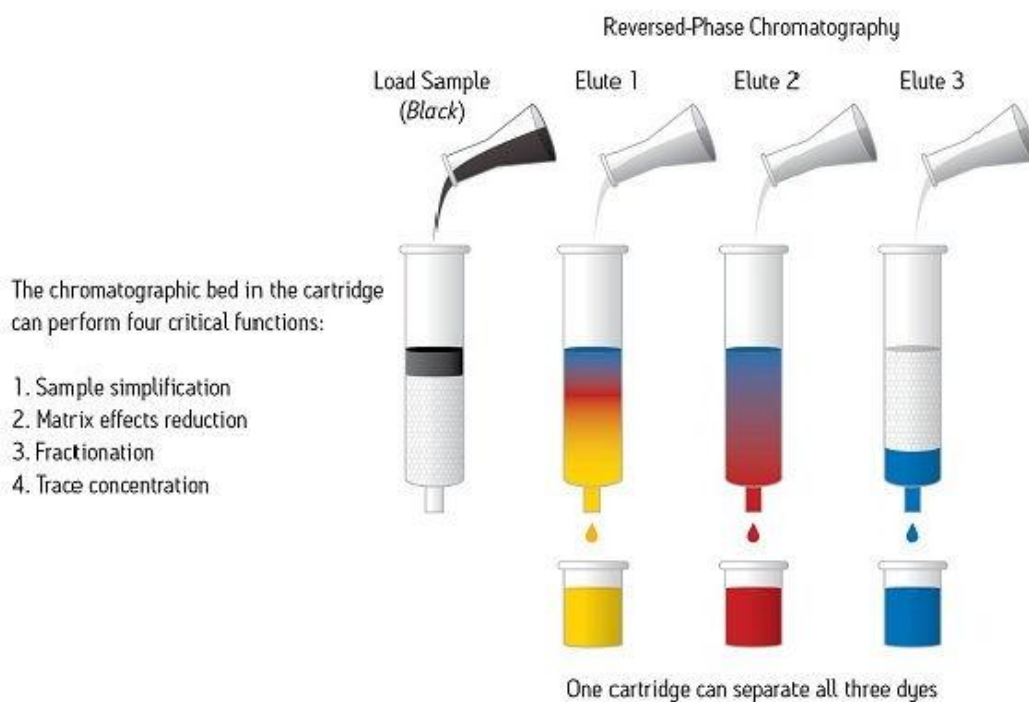


图 10 SPE 的强大功能



**北京慧德易科技有限责任公司**

咨询电话：010-59812370/1/2/3

公司官网：www.prep-hplc.com

邮 箱：sales@prep-hplc.com

微信公众号：北京慧德易