

固相萃取法(SPE)

作为样品前处理使用介绍



什么是SPE?

- 固体Solid(S), 状态或相Phase(P), 萃取Extraction(E)
- 样品在分析前的预处理
- 基于液相色谱原理
- 将被分析物与杂质分开
- 浓缩样品

HPLC与SPE比较

	HPLC	SPE
硬件	不锈钢柱	塑料柱
颗粒度(um)	5	40
颗粒形状	球型	无定型
塔板数/柱	20-25,000	<100
分离机理	连续洗脱	“数字式” 开关洗脱
操作成本	中至高	低
设备成本	高	低
分离模式	多种	多种
操作	可重复使用	一次性

为什么用SPE?

- 从基质中消除干扰物
- 保护色谱柱
- 减少样品与溶剂使用量
- 缩短处理时间
- 提高回收率

固相萃取使用要点

1. 准确了解样品物理及化学特性
2. 选择合适的样品净化机理
 - 保留被分析物，洗脱污染物
 - 保留污染物，洗脱被分析物
3. 选择适当的SPE产品
 - 填料类型、柱容量、配套附件
4. 选择老化及洗脱溶剂

SPE产品选择指导



分子量少于2000

可溶于有机溶剂样品

溶于甲醇或甲醇/水

溶于己烷

反相萃取

正相萃取
(分配)

正相萃取
(吸附)

C 2,C 8,C 18,
苯基、环己基

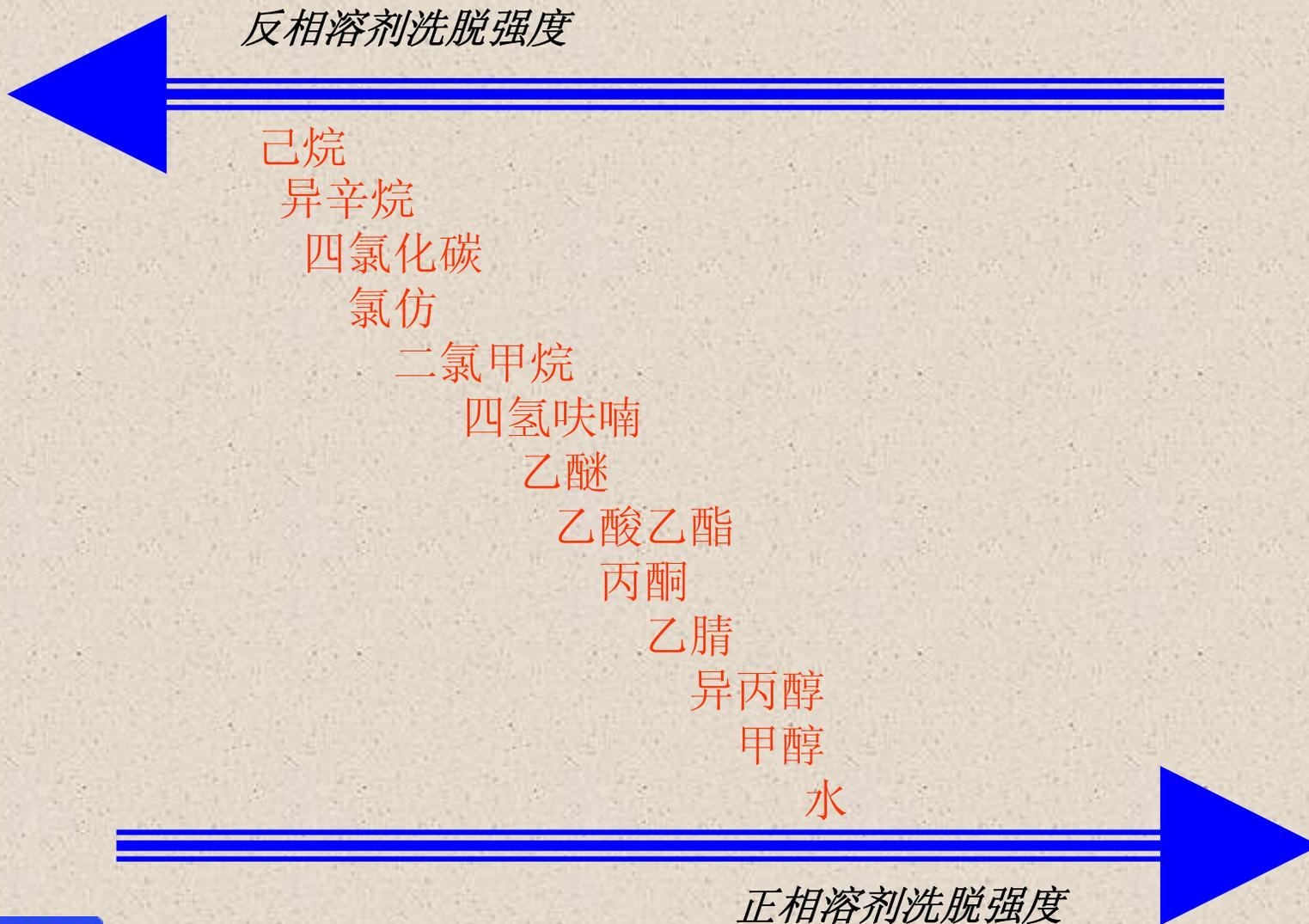
氨基、氰丙基、
二醇基

硅胶、弗罗里土、
氧化铝

分子量少于2000



溶剂极性图



萃取小柱填料规格(反相)

官能团	基质	平均颗粒度	孔径	碳覆盖率	封尾
C 18	硅胶	50um	60 A	6.0%	有
高流速C 18	硅胶	100um	60 A	8.0%	有
高容量C 18	硅胶	50um	60 A	17.0%	有
C 8	硅胶	50um	60 A	4.5%	有
高容量C 8	硅胶	50um	60 A	8.5%	有
乙基C 2	硅胶	50um	60 A	5.5%	有
苯基	硅胶	50um	60 A	3.8%	有
环己基	硅胶	50um	60 A	3.5%	有

萃取小柱填料规格(正相)

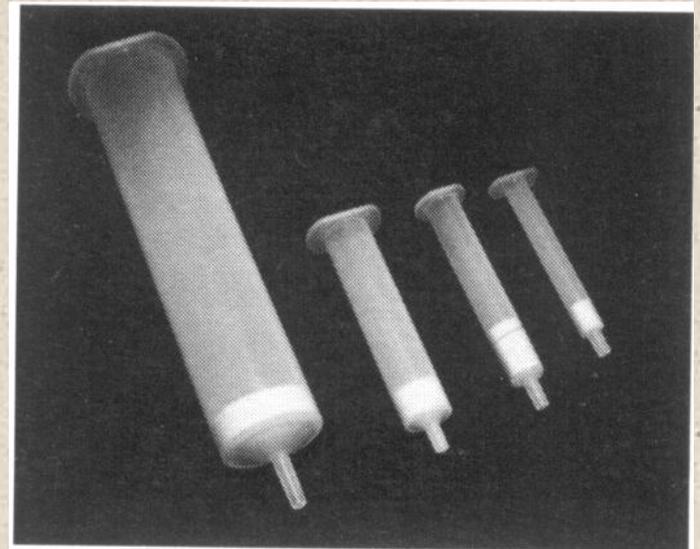
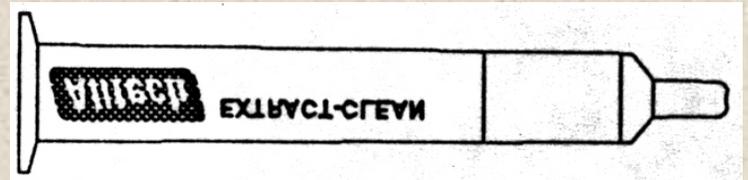
官能团	基质	平均颗粒度	孔径	碳覆盖率	封尾
硅胶	硅胶	50um	60 A	0	没有
氨丙基	硅胶	50um	60 A	5.0%	没有
氰丙基	硅胶	50um	60 A	6.0%	有
二醇基	硅胶	50um	60 A	4.0%	没有
弗罗里土	硅酸镁	75-150um	60 A	0	没有
氧化铝 (酸性、中性、碱性)	氧化铝	130um	100 A	0	没有

离子交换及其他类型SPE填料

离子交换	基质	交换容量	保留化合物
强阴离子SAX	8% 交联聚苯乙烯-二乙烯基苯	0.30/200m g	带负电荷化合物
强阳离子SCX	8% 交联聚苯乙烯-二乙烯基苯	0.48/200m g	带正电荷化合物
其他类型填料			
DVB	100% 二乙烯基苯	40um	环境污染物如酚、酸性农药；极性药物代谢物、核酸等
Carbograph	石墨化碳黑	38-125um	水中极性有机物，尤其是分离开酸性及中性/碱性农药

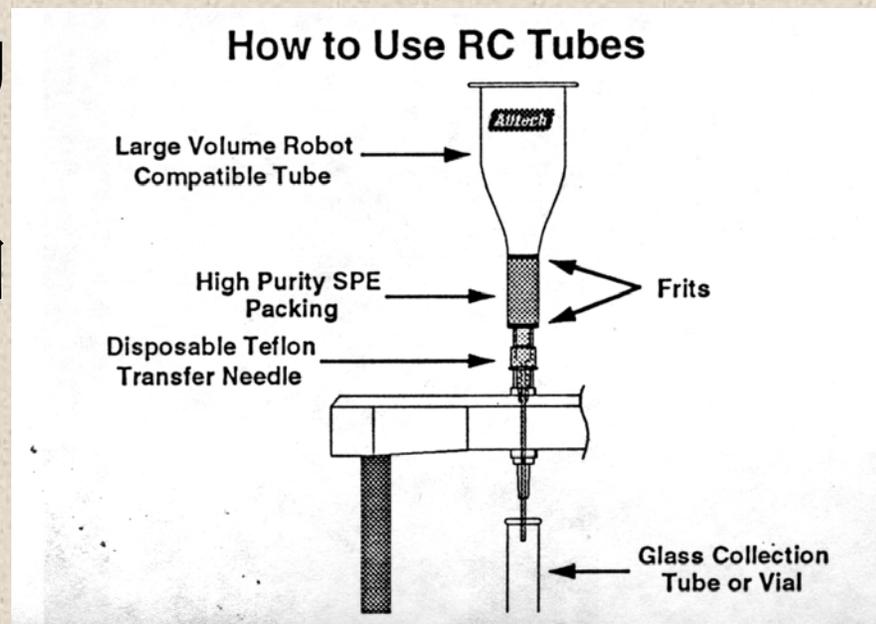
Extract-Clean 萃取小柱

- 聚丙烯管体
- 20um 多孔聚乙烯筛板
- 多种柱床填料
 - 50mg, 100mg, 200mg, 500mg, 1g, 2g, 5g, 10g
- 多种容量
 - 1ml, 2.8ml, 3ml, 6ml, 10ml, 20ml, 60ml



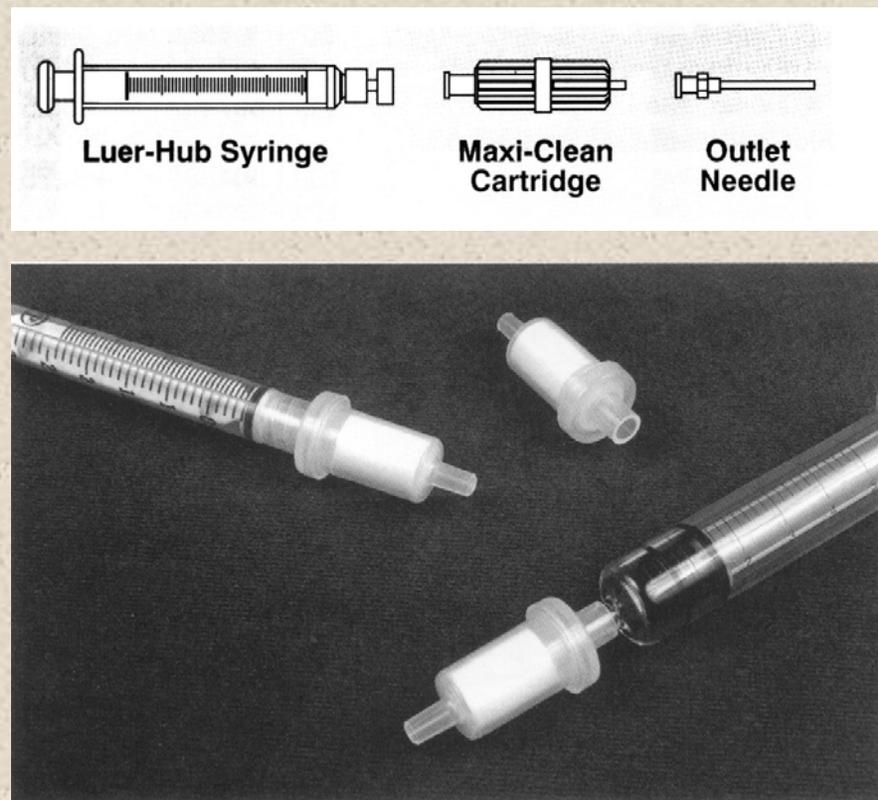
Extract-Clean RC萃取小柱

- 用于Zymark型自动化萃取工作站
 - 配20ml溶剂槽
 - 柱床有100mg, 200mg, 500mg及1g四种
 - 填料与Extact-Clean相同
- 同



Maxi-Clean萃取小柱

- 精密注塑聚丙烯管体
- Luer式阴进口及阳出口方便接上注射器和针头
- 填料于Extract-Clean相同
- 柱床有300mg, 600mg 900mg
- 可代替Waters Sep-Pak小柱

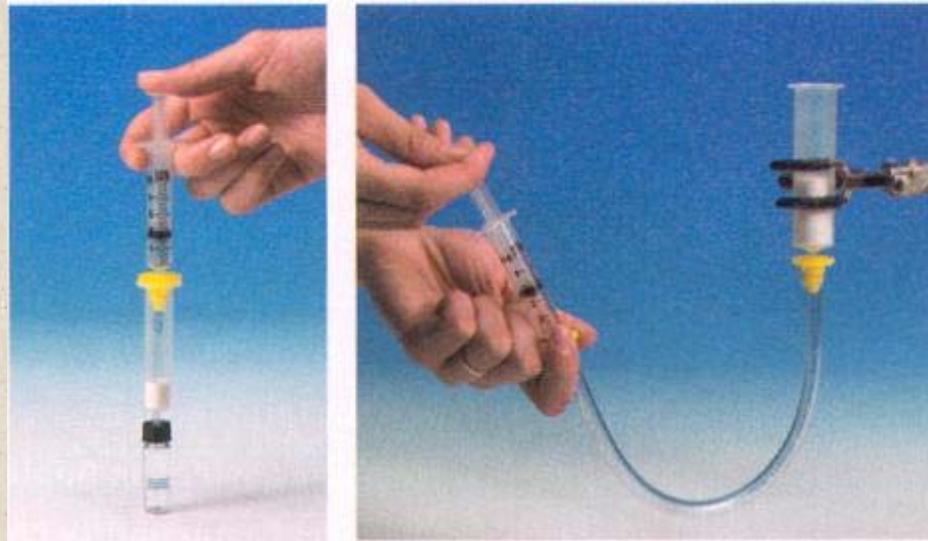


SPE萃取小柱配件

- 串联/针筒连接器、盖、出口堵头、筛板
- 不锈钢针、聚丙烯针、Teflon针



Extract-Clean使用方法1

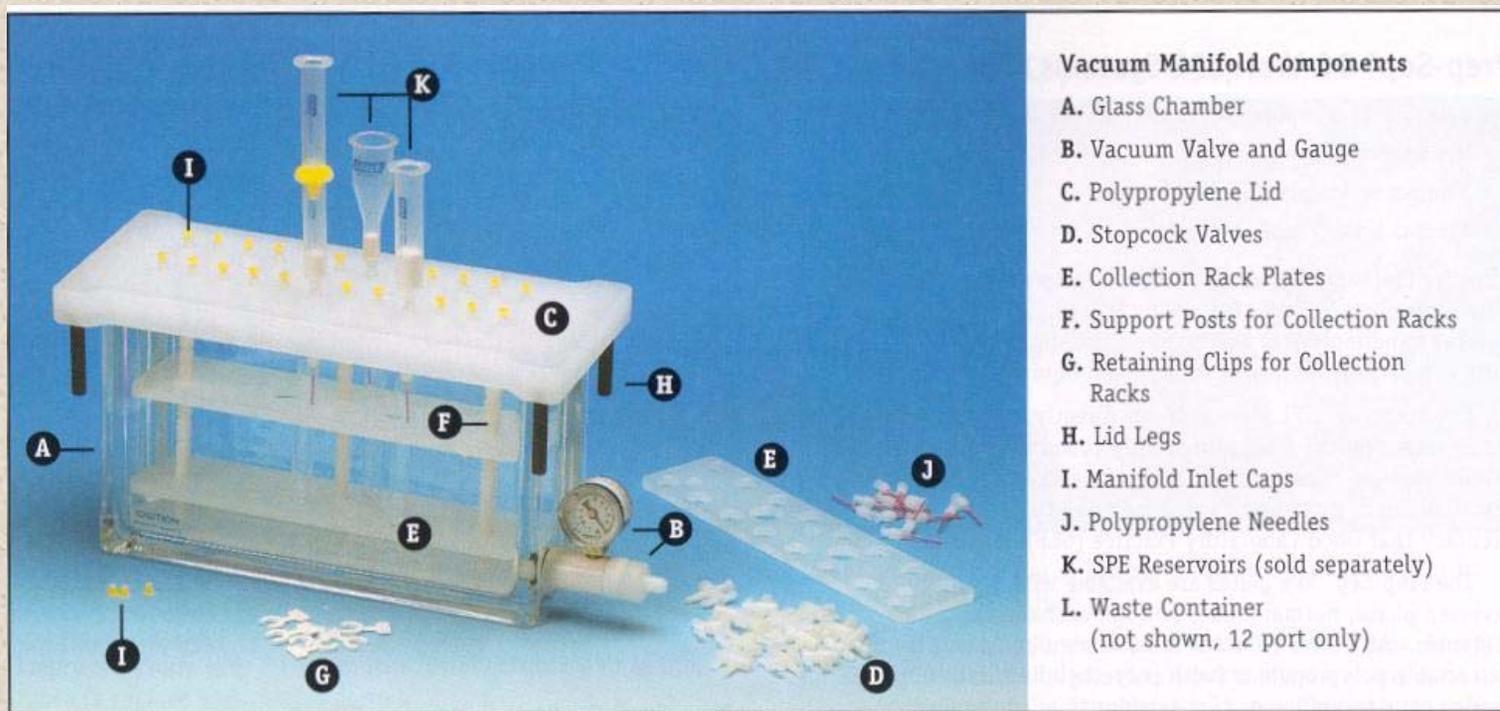


Extract-Clean使用方法2



真空多头富集器的使用

- 12、16及24头3种
- 可配套气体吹扫干燥附件



通用SPE萃取程序

反相填料

A. 老化

1. 用3-5ml甲醇冲洗填料
2. 用3-5ml水或缓冲液冲洗，上样前勿让填料流干。

B. 上样

3. 样品加到柱床上，以1-5ml/min.低流速通过填料。若所需样品不会被保留，此时应收集样品作分析。

C. 冲洗

4. 如果样品被保留，使用约5ml极性溶剂(如水、缓冲液或有机溶剂/水混合液)将弱保留干扰物洗出。

D. 用1-2ml非极性溶剂将所需物质洗脱，收集用于分析。

通用SPE萃取程序

正相填料

A. 老化

1. 用3-5ml非极性溶剂冲洗填料

B. 上样

2. 样品加到柱床上，以1-5ml/min.低流速通过填料。若所需样品不会被保留，此时应收集样品作分析。

C. 冲洗

4. 如果样品被保留，使用约5ml非极性溶剂将弱保留干扰物洗出。

D. 用1-2ml极性溶剂将所需物质洗脱，收集用于分析。

通用SPE萃取程序

离子交换填料

A. 老化

1. 用5ml去离子水或低离子强度缓冲液(0.001M-0.01M)冲洗填料

B. 上样

2. 样品加到柱床上，以1-5ml/min.低流速通过填料。若所需样品不会被保留，此时应收集样品作分析。

C. 冲洗

3. 如果样品被保留，使用约5ml去离子水或低离子强度缓冲液将弱保留干扰物洗出。

D. 用1-5ml高浓度缓冲液(0.1-0.5M)，或以缓冲液改变pH，使得样品不再离子化，将所需物质洗脱，收集用于分析。