

H&E SPE 使用说明书

固相萃取原理

固相萃取 (Solid Phase Extraction, 简称 SPE), 也称固相提取, 是一种结合选择性保留、选择性洗脱等过程的分离技术。SPE 本质上也是柱色谱分离过程, 分离机理、固定相和溶剂的选择等方面与高效液相色谱 (HPLC) 有许多相似之处。SPE 是一种吸附剂萃取, 样品通过填充吸附剂, 分析物和杂质被保留在柱上, 然后分别用选择性溶剂去除杂质, 洗脱出分析物, 从而达到分离的目的。SPE 的分离模式主要取决于填充剂的类型和溶剂的性质。

H&E SPE 简介

H&E SPE 系列固相萃取产品, 包含硅胶基质、非硅胶基质、聚合物吸附剂和混合型吸附剂。

1. 硅胶基质吸附剂:

包括 C18 (非封尾)、C18E (封尾)、C8、Phenyl、Silica、CN、NH₂、PSA、Diol、SCX、SAX、WCX、WAX、PRS 等 11 种填料。

目前, SPE 最常用的吸附剂仍然是硅胶或键合硅胶, 其 pH 适用范围 2-8。硅胶基质键合填料种类多, 具有多选择性的特点。

2. 非硅胶基质无机吸附剂:

包括 Florisil (佛罗里硅土)、Alumina-N (中性氧化铝)、Alumina-A (酸性氧化铝)、Alumina-B (碱性氧化铝)、GraphiCarb (石墨化碳黑)、Celite (硅藻土)、Polyamide (聚酰胺) 等 7 种吸附剂。

这些吸附剂均为正相吸附剂, 选择性和吸附作用与正相硅胶不完全相同。它们具有不用程度的极性和表面碱性, 主要用途是对分析前复杂基体的样品进行净化。

3. 混合型吸附剂:

包括 C8/SCX、GraphiCarb/NH₂、SiO₂/C18E、C8/CN、茶叶专用小柱等 5 种混合吸附剂。

混合型 SPE 柱的多种作用力使得其应用范围比单一官能团的 SPE 柱要广, 而且多用于一些单一官能团 SPE 柱难以解决的应用, 如利用其多种作用机理从复杂的样品基质中萃取分离目标化合物。

4. 聚合物基质吸附剂:

包括 BRP、PS/DVB、P-SCX、P-SAX、P-WAX、P-WCX 等 6 种吸附剂。

聚合物基质填料, 克服了传统硅胶基质填料存在的缺点, 在 SPE 中的使用比例有逐年上升的趋势。

Welchrom SPE 聚合物基质相对于硅胶基质, 有如下优势:

- pH 适用范围广 (0-14), 且能与大部分有机溶剂适配使用。
- 聚合物表面没有活性羟基, 消除了次级吸附作用所引起碱性化合物回收率不足的影响。

- 聚合物基质对大部分有机物的吸附容量大、回收率更高，且吸附后有机物容易被定量洗脱，分析结果重现性更好。
- 高回收率高吸附容量的特性，降低了检测限，也减少了聚合物吸附剂的用量；不会因键合相的水解，污染某些昂贵的萃取物。
- 球形颗粒，很窄的粒径分布，保证了结果的重现性。
- 高的抗干扰稳定性；聚合物基质萃取小柱，如在制样过程中意外变干，可重新润湿而保持其性能，而不会冒失去分析物和影响结果的重现性的危险。

5. 离子色谱前处理小柱：

IC-RP, IC-P, IC-H, IC-Na, IC-Ag, IC-Ba, IC-A, IC-M。

H&E SPE 使用方法简介

1. 反相填料 (C18, C8, BRP, NH₂, Phenyl, CN, PSA)

分析物：非极性--中等极性 基质：水溶液

SPE 步骤：

活化：一般用水溶性有机溶剂如甲醇活化，然后用水平衡。

淋洗：用含 0-50% 极性溶剂的缓冲溶液淋洗杂质。

洗脱：极性或非极性溶剂洗脱目标物。

2. 正相填料 (Silica, NH₂, CN, Florisil, Diol, GraphiCarb, Alumina-A/B/N)

分析物：中等极性--强极性 基质：非极性至中等极性

SPE 步骤：

活化：非极性有机溶剂（一般用和样液相同的溶剂）。

洗脱：非极性有机溶剂（一般用和样液相同的溶剂）。

3. 阴离子交换 (SAX, P-SAX)

分析物：阴离子（酸性）化合物

SPE 步骤：

活化：用于非极性有机溶剂中的样品时，可用样品溶剂来活化；用于极性溶剂中的样品时，可用水溶性有机溶剂活化后用水平衡，最后再用适当 pH 值的缓冲溶液进行平衡。

上样：样品溶液 pH 值要大于其 pKa 值两个单位（以保证其呈离子状态）。

洗脱：洗脱溶液 pH 值要小于其 pKa 值两个单位（使目标物呈分子状态）。

4. 阳离子交换（SCX, PRS, P-SCX）

分析物：阳离子（碱性）化合物

SPE 步骤：

活化：用于非极性有机溶剂中的样品时，可用样品溶液来活化；用于极性溶剂中的样品时，可用水溶

性有机溶剂过柱后，然后用水平衡，最后再用适当 pH 值的缓冲溶液进行平衡。

上样：样品溶液 pH 值要小于其 pKa 值两个单位（以保证其呈离子状态）。

洗脱：洗脱溶液 pH 值要大于其 pKa 值两个单位（中和电荷使目标物呈分子状态）。

注：同一种材料可用作不同机理，如 C18 即可用作反相材料；亦可用作吸附型材料，吸附脂肪、色素等杂质。所以方法需结合实际情况加以设计来操作。

5. IC 离子色谱前处理柱

(1) IC-RP, IC-P（反相吸附机理）

活化：5ml 甲醇，10ml 超纯水过柱，然后放置 10min 使之充分平衡。

净化：用注射器将样品液体推过柱，流速约为 4ml/min，使用时柱体须垂直。为了避免残留在柱体内的活化液对样品液造成稀释，需要弃去一部分的过柱样品液。弃去部分与柱规格有关，1ml 规格柱弃去 3ml 样品液，2.5ml 规格柱弃去 6ml 样品液。

(2) IC-H, IC-Na, IC-Ag, IC-Ba, IC-A（离子交换机理）

活化：用注射器将 10ml 的超纯水过柱，流速约为 2ml/min，使用时柱体须垂直。为了避免残留在柱体内的活化液对样品液造成稀释，需要弃去一部分的过柱样品液。弃去部分与柱规格有关，1ml 规格柱弃去 3ml 样品液，2.5ml 规格柱弃去 6ml 样品液。

(3) IC-M（螯合机理）

活化：用注射器将 10ml 浓度 2.0M，pH 为 5.5 的乙酸铵溶液过柱，活化，然后放置 10min 使之充分平衡。

净化：用注射器将样品液体推过柱，流速约为 2ml/min，使用时柱体须垂直。为了避免残留在柱体内的活化液对样品液造成稀释，需要弃去一部分的过柱样品液。弃去部分与柱规格有关，1ml 规格柱弃去 3ml 样品液，2.5ml 规格柱弃去 6ml 样品液。

H&E SPE 系列产品的保存

常温避光密封保存。