

固相萃取 SPE 简介

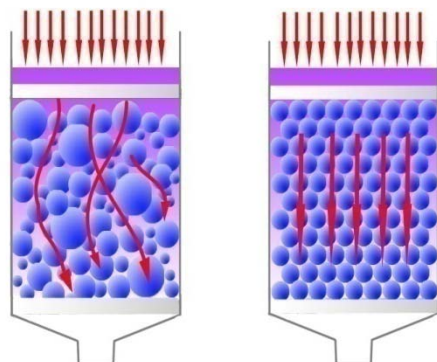
自上世纪 70 年代问世以来，固相萃取技术（SPE）在化学分离和净化领域中得到了越来越广泛的应用，已成为当今最流行的样品前处理技术。SPE 主要用于样品分析前的净化或浓缩富集，适用于气相色谱、液相色谱、红外光谱、质谱、核磁、紫外和原子吸收等各种分析方法的样品预处理。最初的固相萃取填料的基质是键合硅胶，在不断的技术发展面前硅胶类固相萃取填料的不足越来越明显(如 pH 使用范围窄，吸附载量低等)。聚合物微球类的固相萃取填料是近来流行的发展趋势，与硅胶类的固相萃取相比，具有巨大的技术优势。

SPE 是一个柱色谱分离过程，其分离机理，吸附剂和溶剂的选择等方面与高效液相色谱（HPLC）有许多相似之处。样品通过填充吸附剂的萃取柱时，部分或全部组分吸附在柱上，然后用一种或几种混合溶剂进行清洗，使杂质脱离萃取柱，最后再用少量的溶液迅速洗脱分析物，从而达到快速分离净化和浓缩的目的。SPE 可以通过改变吸附剂的类型来对不同分析物进行萃取和分离。根据吸附剂性质不同，SPE 萃取剂可分为正相吸附剂，反相吸附剂和离子交换吸附剂。

为何选用纳微 SPE 产品

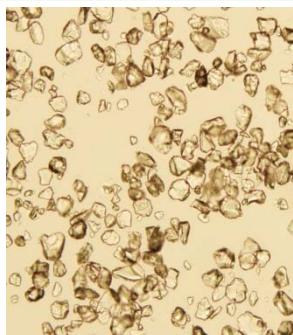
纳微科技率先领导固相萃取的技术革命，以世界领先的微球制备和表面功能化技术开发出一系列高效固相萃取填料。这些填料有着精确的粒径大小、高度的粒径均匀性、极佳的比表面积和孔径大小、极高的化学稳定性、宽 pH 使用范围和最优化的表面功能团密度，可以满足不同物质的高灵敏分析需要。纳微科技独特的合成和表面化学键合技术，不仅可以保证填料粒径和内部结构的持续一致，而且带来目标物质的专一性吸附、高回收率和高度重现性等特性。

图 1. 均匀的粒径分布，固相萃取产品市场上革命性的突破。

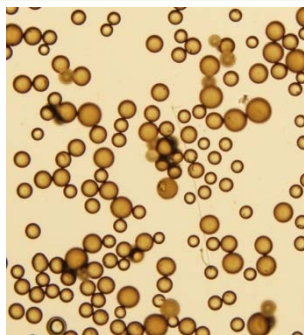


纳微科技精心研发的固相萃取产品是固相萃取市场上一项突破性的革新。纳微科技是全球首个、也是唯一能提供单分散性固相萃取填料的公司，颠覆了市场上固相萃取填料采用大小不均甚至形态不规则的颗粒，而均匀颗粒的填料只用于高端色谱分析和分离柱的传统。从下面光学显微镜的图像可以看出，第一代固相萃取填料基本上是无规则形态，大小不均的键合硅胶；第二代固相萃取填料是大小不均的球形聚合物微球；纳微科技以世界领先的微球制备技术开发出第三代固相萃取填料——纳微 Uni 系列固相萃取填料。这些填料具有完美的球形和无与伦比的均匀性，以及高比表面积和高表面功能团密度。

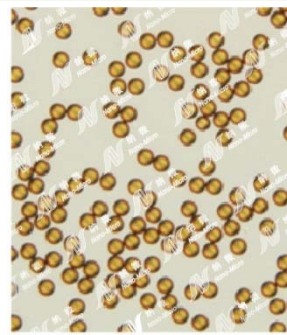
图 2. 多种 SPE 光学显微镜图.



Silica-Bonded SPE



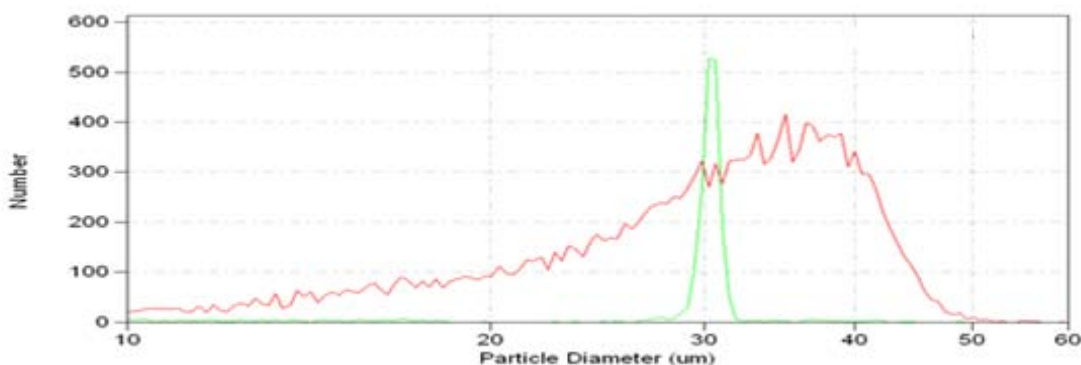
Second Generation SPE



Nano-Micro Uni SPE

通过 Beckman Coulter Counter 测量国际知名品牌的 SPE 产品及纳微科技 Uni 系列固相萃取产品粒径分布图 3 再次说明, 纳微科技的 Uni 系列固相萃取填料为单分散性分布, 变异系数即 CV 极小 (绿色曲线); 而国际某知名品牌的 SPE 填料粒径分布极宽, 变异系数即 CV 很大, 填料粒径大小从 10 μm 到 50 μm 不等 (红色曲线)。纳微科技高度均匀的填料, 使得纳微 Uni 系列固相萃取产品具有独特的高回收率, 高载量, 高选择性, 高重现性以及洗脱集中, 溶剂用量少等特性。

图 3. Uni 固相萃取填料 (绿色) 与竞争对手 SPE 填料 (红色) 粒径分布图对比。



纳微科技 Uni 固相萃取柱的主要特点:

- 可批量进行, 同时进行多个样品的处理, 节省时间和试剂;
- 多种类型的固定相填料可满足各类化合物的分离需要;
- 回收率高, 能有效地富集痕量分析物;
- 提高分析质量, 减少背景干扰。

表 1. 根据分析物的性质选择纳微科技固相萃取填料。

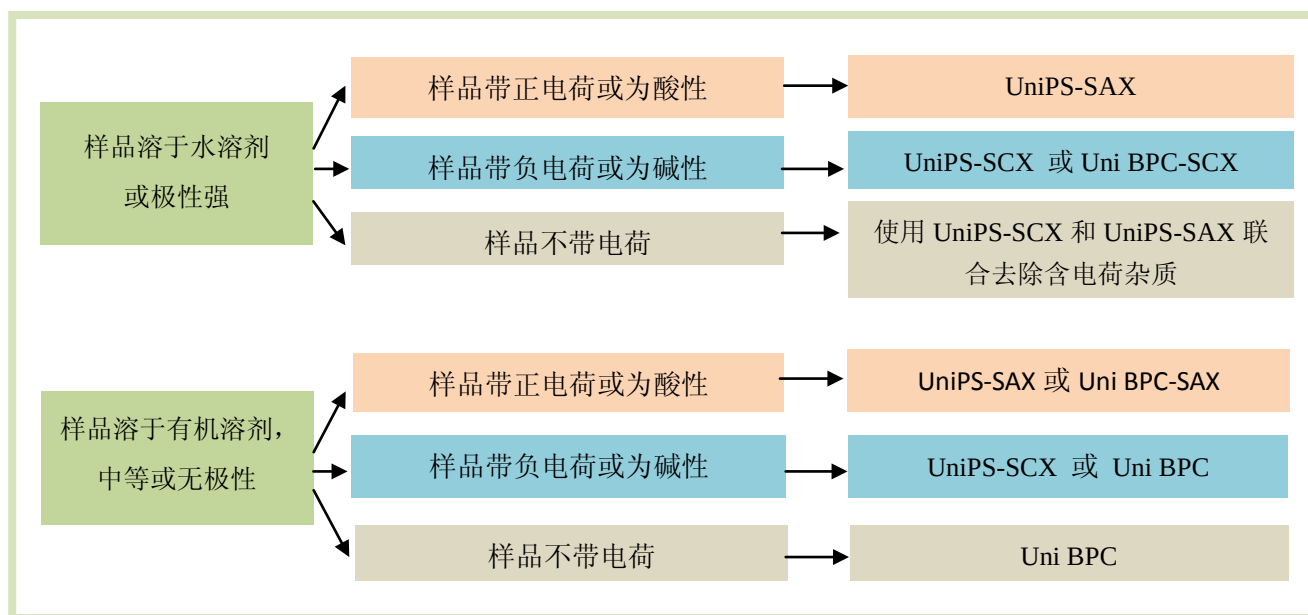


表 2. 上样量与固相萃取柱规格对应表。

Sample Volume	Column Spec., cc/mg
1-10 mL	1 / 30
10-100 mL	3 / 60
100-500 mL	6 / 200
500 mL - 1000 mL	6 / 500

UniBPC/PS/MC 系列，亲水性反相吸附填料

UniBPC/PS/MC 是由特殊的聚合技术制备而成的亲水亲脂固相萃取填料。它通过水相来调节亲水/疏水性的平衡，满足了所有固相萃取的需求。用一定比例的亲水/疏水性单体聚合后，这种单分散微球填料对极性物质的保留能力较强，适合中等极性和非极性物质的分离。UniBPC/PS/MC 具有高的比表面积，吸附能力强，可以有效降低流穿性，减小洗脱液体积。UniBPC/PS/MC 广泛适合有机物的分离，包含巴比妥类、抗生素、酚类、咖啡因、染料、芳香油、脂溶性维生素、杀菌剂、除草剂、苯酚、邻苯二甲酸盐、类固醇、表面活性剂、水溶性维生素等。

UniBPC/PS/MC-SCX/WCX 系列，阳离子交换和疏水作用混合型分离填料

UniBPC/PS/MC-SCX/WCX 固相萃取填料是由磺酸基/羧基共价键和的微球。UniBPC/PS/MC-SCX/WCX 是一种阳离子交换和疏水作用混合型的分离填料，可用来分离分析碱性化合物，如苯丙胺类、三聚氰胺、扑尔敏、苯环利定等。UniBPC/PS/MC-SCX/WCX 比表面积大，离子交换容量大，能有效保留碱性物质，其保留性可与国际知名公司产品相媲美。UniBPC/PS/MC-SCX/WCX 耐酸碱性强，在 pH1-14 范围内均稳定，大大拓宽了实验条件。突出特点是：流量稳定、回收率高、重现性好、适合于大规模生产。

UniBPC/PS/MC-SAX/WAX 系列，阴离子交换和疏水作用混合型分离填料

UniBPC/PS/MC-SAX/WAX 固相萃取填料用于碱性或中性介质中酸性化合物的分离和纯化。UniBPC/PS/MC-SAX/WAX 固相萃取填料是由季铵盐/叔胺盐共价键和的微球，是一种阴离子交换和疏水作用混合型的分离填料，能快速稳定地从样品中分离纯化酸性物质，如正磷酸酪氨酸、雌激素、腺嘌呤、核苷等。

苏州纳微生物科技有限公司

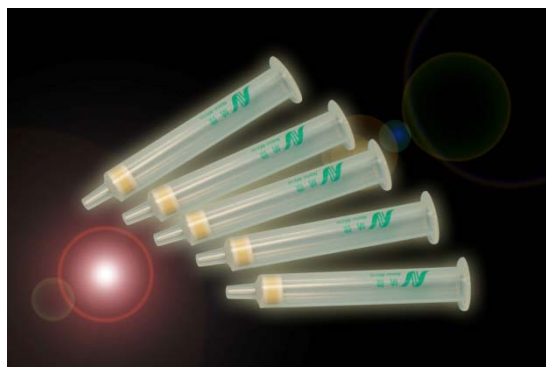
电话: 0512-6295 6000 传真: 0512-6295 6018
网址: <http://www.nanomicrotech.com>
邮箱: info@nanomicrotech.com

地址: 江苏省苏州市工业园区
星湖街 218 号生物纳米科技园 C1 栋
邮编: 215123

图 4. 纳微科技固相萃取填料和固相萃取柱。



Uni SPE sorbents



Uni SPE columns

SPE 操作步骤

活化：对萃取柱的活化是为了使填料的表面完全浸润，这样可以确保填料所有的表面积都可与分析物相互作用，提高实验的重现性。一般的活化方法是先用一定量有机溶剂淋洗柱床，然后用与样品溶剂特性相似的溶剂淋洗。

上样：将溶液形态的样品通过活化后的固相萃取柱，通过一种或多种作用力（例如反相填料上的非极性相互作用，离子交换填料上的电荷作用，此时固相萃取柱中的填料会吸附样品中的目的化合物以及部分杂质。为了尽量增加目的化合物在填料上的保留，以及减少杂质的吸附，可以调节上样液的 pH 值及盐浓度。上样液在过萃取柱前，应尽量过滤或离心，以避免筛板的堵塞。

上样时的流速控制很重要，如果流速太快，流体对目标化合物产生的作用力可能会大于吸附剂的保留作用力（特别是离子交换作用下），发生穿漏现象（见疑难解答一）。纳微科技的填料由于其强大的保留能力以及均匀的填料形状分布，使得在流速很快的情况下，依然可以保证溶液与填料表面的完全接触，不至于降低回收率。

淋洗：用一种洗脱强度适宜的淋洗液来冲洗萃取柱，洗掉杂质组分，而保留目的化合物在柱子上。为达到这个目的，淋洗液的洗脱能力应该足够强，能够将填料上吸附的杂质洗掉，但是又不能过强，以避免目的化合物的流失。常用的淋洗液是水，或是水和有机溶剂的混合液。

洗脱：用洗脱能力强的溶剂，将目的化合物从填料上洗脱下来。这一步骤对回收率影响较大，需要精确控制洗脱溶剂的量和流速以保证实验的重复性。洗脱溶剂的强弱也很重要，过强的洗脱液很可能会洗脱下一些强保留的杂质，较弱的洗脱液对目标化合物的洗脱力可能不足。为了提高分析物的浓度或是要进行溶剂转换，可以把收集到的洗脱液用氮气吹干，再溶于小体积适当的溶剂中。

*对于样品净化过程，只需要前三步，分析物将在第三步随着上样液溶剂从管内流出，干扰杂质保留在吸附剂上。

表 3. 高效固相萃取填料。

名称	产品特点	应用
Uni BPC	组成: PolyTATO/St	单分散的亲水疏水表面平衡的反相吸附剂, 用于分离极性和非极性的物质, 比如萘普生、布洛芬、非诺洛芬、茚甲新、咖啡因、可可碱、多虑平等药物。相当于 Waters Oasis HLP 或 Phenomenex Strata X。
	粒径: 10, 20, 30, 40, 50, 60 μm	
	比表面积: 850 m^2/g	
	平均孔径: 300 $\text{\AA}$	
UniPS RPC-100	组成: PS/DVB	以聚苯乙烯/二乙烯基苯为基材的聚合物吸附剂, 用于快速吸附分离疏水性物质, 如苯酚、表面活性剂、溴乙非啶、抗生素、氨基酸以及肽类等化合物。相当于 Varian Bont Elut LMS, Bond Elut PPL 或 PLRP。
	粒径: 3, 5, 10, 20, 30, 40, 50 μm	
	比表面积: 800 m^2/g	
	平均孔径: 100 $\text{\AA}$	
UniPS RPC-300	组成: PS/DVB	以聚苯乙烯/二乙烯基苯为基材的聚合物吸附剂, 用于快速吸附分离疏水性物质, 如苯酚、表面活性剂、溴乙非啶、抗生素、氨基酸以及肽类等化合物。相当于 Varian Bont Elut LMS, Bond Elut PPL 或 PLRP。
	粒径: 3, 5, 10, 20, 30, 40, 50 μm	
	比表面积: 700 m^2/g	
	平均孔径: 300 $\text{\AA}$	
UniMC-RPC	组成: Polyacrylic	以聚丙烯酸酯为基材的脂肪族吸附剂, 适合吸附纯化胰岛素、腐植酸和抗生素等化合物。
	粒径: 10, 20, 30, 40, 50, 60 μm	
	比表面积: 500 m^2/g	
	平均孔径: 300 $\text{\AA}$	
Uni BPC-SCX	组成: PolyTATO/St-SO ₃ ⁻	具有强阳离子交换功能和疏水作用的混合型吸附剂, 含有强酸性的磺酸功能基团, 通常用于清除碱性物质, 如安非他明、三聚氰胺、扑尔敏、苯环己哌啶等。相当于 Waters Oasis MCS 和 Phenomenex Strata-X-C。
	粒径: 10, 20, 30, 40, 50, 60 μm	
	比表面积: 850 m^2/g	
	平均孔径: 300 $\text{\AA}$	
	离子交换量: 1 meg/g	
UniPS-SCX	组成: PS/DVB-SO ₃ ⁻	具有强阳离子交换功能和疏水作用的混合型吸附剂, 含有强酸性的磺酸功能基团, 通常用于清除碱性物质, 如安非他明、三聚氰胺、扑尔敏、苯环己哌啶等。相当于 Waters Oasis MCS 和 Phenomenex Strata-X-C。
	粒径: 5, 10, 20, 30, 40, 50 μm	
	比表面积: 700 m^2/g	
	平均孔径: 300 $\text{\AA}$	
	离子交换量: 1 meg/g	
UniMC-SCX	组成: Polyacrylic-SO ₃ ⁻	具有强阳离子交换功能, 含有强酸性的磺酸功能基团, 通常用于碱性物质的萃取。
	粒径: 10, 20, 30, 40, 50, 60 μm	
	比表面积: 500 m^2/g	
	平均孔径: 300 $\text{\AA}$	
	离子交换量: 1 meg/g	

Uni BPC-SAX	组成: PolyTATO/St- NR ₃ ⁺ Cl ⁻	具有强阴离子交换功能和疏水作用的混合型吸附剂, 含有季铵功能基团, 通常用于从碱性或中性杂质中分离纯化酸性物质, 如正磷酸胺酸、雌激素酮、腺嘌呤、核苷等。
	粒径: 10, 20, 30, 40, 50, 60 μm	
	比表面积: 800 m ² /g	
	平均孔径: 300 Å	
	离子交换量: 0.3 meg/g	
UniPS-SAX	组成: PS/DVB-NR ₃ ⁺ Cl ⁻	具有强阴离子交换功能和疏水作用的混合型吸附剂, 含有季铵功能基团, 通常用于从碱性或中性杂质中分离纯化酸性物质, 如正磷酸胺酸、雌激素酮、腺嘌呤、核苷等。
	粒径: 5, 10, 20, 30, 40, 50 μm	
	比表面积: 700 m ² /g	
	平均孔径: 300 Å	
	离子交换量: 0.3 meg/g	
UniMC-SAX	组成: Polyacrylic- NR ₃ ⁺ Cl ⁻	强阴离子交换吸附剂, 含有季铵功能基团, 通常用于酸性化合物的萃取。
	粒径: 10, 20, 30, 40, 50 μm	
	比表面积: 300 m ² /g	
	平均孔径: 300 Å	
	离子交换量: 2.0 meg/g	
Uni BPC-WCX	组成: PolyTATO/St-COO ⁻	具有弱阳离子交换功能和疏水作用的混合型吸附剂, 含有弱酸性的羧酸功能基团, 通常用于细胞色素 C、氨基酸、金属离子、凝血酶等的分离和分析。
	粒径: 10, 20, 30, 40, 50, 60 μm	
	比表面积: 800 m ² /g	
	平均孔径: 300 Å	
	离子交换量: 0.3 meg/g	
UniPS-WCX	组成: PS/DVB-COO ⁻	具有弱阳离子交换功能和疏水作用的混合型吸附剂, 含有弱酸性的羧酸功能基团, 通常用于细胞色素 C、氨基酸、金属离子、凝血酶等的分离和分析。
	粒径: 5, 10, 20, 30, 40, 50 μm	
	比表面积: 700 m ² /g	
	平均孔径: 300 Å	
	离子交换量: 0.3 meg/g	
UniMC-WCX	组成: Polyacrylic-COO ⁻	具有弱阳离子交换功能的吸附剂, 含有弱酸性的羧酸功能基团, 通常用于细胞色素 C、氨基酸、金属离子、凝血酶等的分离和分析。
	粒径: 10, 20, 30, 40, 50, 60 μm	
	比表面积: 300 m ² /g	
	平均孔径: 300 Å	
	离子交换量: 2 meg/g	
Uni BPC-WAX	组成: PolyTATO/St-NR ₂	具有弱阴离子交换功能和疏水作用的混合型吸附剂, 含有弱碱性的胺基功能基团, 通常用于从碱性或中性杂质中分离纯化酸性物质, 如正磷酸胺酸、雌激素酮、腺嘌呤、核苷等。
	粒径: 10, 20, 30, 40, 50, 60 μm	
	比表面积: 800 m ² /g	
	平均孔径: 300 Å	

	离子交换量: 0.3 meg/g	
UniPS-WAX	组成: PS/DVB-NR ₂	具有弱阴离子交换功能和疏水作用的混合型吸附剂, 含有弱碱性的胺基功能基团, 通常用于从碱性或中性杂质中分离纯化酸性物质, 如正磷酸酰胺、雌激素酮、腺嘌呤、核苷等。
	粒径: 5, 10, 20, 30, 40, 50 μm	
	比表面积: 700 m^2/g	
	平均孔径: 300 $\text{\AA}$	
	离子交换量: 0.3 meg/g	
UniMC-WAX	组成: Polyacrylic-NR ₂	弱阴离子交换吸附剂, 含有弱碱性的胺基功能基团, 通常用于酸性化合物的萃取。
	粒径: 10, 20, 30, 40, 50 μm	
	比表面积: 300 m^2/g	
	平均孔径: 300 $\text{\AA}$	
	离子交换量: 2 meg/g	

表 4. SPE 色谱柱。

Product Name	Matrix	Particle Size	Pore Size	Functional Group	Column Specification
		μm	$\text{\AA}$		
BPC60	PolyTATO/St	50-150	300		30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC60	PolyTATO/St	60	300		30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC40	PolyTATO/St	40	300		30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC30	PolyTATO/St	30	300		30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
UniPS 40	PS/DVB	40	300		30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
BPC60-SCX	PolyTATO/St	50-150	300	-SO ₃ ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC60-SCX	PolyTATO/St	60	300	-SO ₃ ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC40-SCX	PolyTATO/St	40	300	-SO ₃ ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC30-SCX	PolyTATO/St	30	300	-SO ₃ ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
UniPS 40-SCX	PS/DVB	40	300	-SO ₃ ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
BPC60-SAX	PolyTATO/St	50-150	300	-NR ³⁺ Cl ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC60-SAX	PolyTATO/St	60	300	-NR ³⁺ Cl ⁻	20mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC40-SAX	PolyTATO/St	40	300	-NR ³⁺ Cl ⁻	20mg/1cc 60mg/3cc

					200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC30-SAX	PolyTATO/St	30	300	-NR ³⁺ Cl ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
UniPS 40-SAX	PS/DVB	40	300	-NR ³⁺ Cl ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
BPC60-WCX	PolyTATO/St	50-150	300	-COO ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC60-WCX	PolyTATO/St	60	300	-COO ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC40-WCX	PolyTATO/St	40	300	-COO ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC30-WCX	PolyTATO/St	30	300	-COO ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
UniPS 40-WCX	PS/DVB	40	300	-COO ⁻	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
BPC60-WAX	PolyTATO/St	50-150	300	-NR ₂	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC60-WAX	PolyTATO/St	60	300	-NR ₂	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC40-WAX	PolyTATO/St	40	300	-NR ₂	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
Uni BPC30-WAX	PolyTATO/St	30	300	-NR ₂	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc
UniPS 40-WAX	PS/DVB	40	300	-NR ₂	30mg/1cc 60mg/3cc 200mg/6cc 500mg/6cc