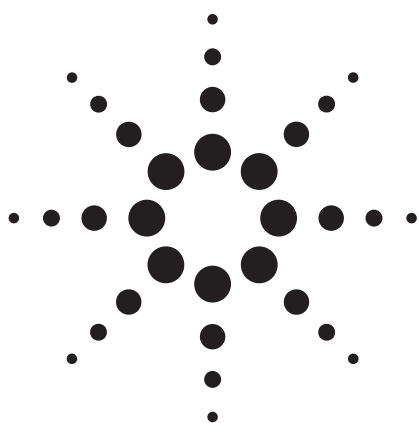


安捷伦新的混合模式阳离子交换剂聚合物固相萃取小柱：SampliQ-SCX



技术摘要

Agilent SampliQ-SCX 具有如下性能：

- 优异的重现性
- 即使干柱也可以获得高回收率
- 可用于碱性和中性化合物
- 萃取程序简单
- 颗粒大小可控

概述

固相萃取（SPE）是复杂样品分析流程中的基础，样品制备仍保持为分析过程中的重要组成部分，即使采用高专属性的检测器如 LC/MS/MS 也如此，LC/MS/MS 共流出杂质的离子抑制作用可反过来影响定量分析。进行净化萃取可以减少分析的复杂性。延长 HPLC 柱的寿命，得到更为准确的结果。SPE 是一种液-液萃取经济实惠的代用技术，因为它只使用很少溶剂、快速、并且产生的废物少，SPE 与液-液萃取相比是一种改进了的样品制备技术，因为它具有较大的灵活性，提高了回收率和重现性，并且是一种更为有效的净化工具。在食品安全、药物、环境和法医行业的研究人员都使用 SPE。

Agilent SampliQ-SCX 树脂是对二乙烯基苯进行磺酸改性的聚合物（图 1）。其结果使这一聚合物在很宽的 pKa 和疏水性（logP）范围内既对碱性化合物又对中性化合物具有保留作用。这一萃取小柱既具有阳离子

交换剂保留行为，又有反相固定相的保留行为，易于进行方法的开发，这一树脂对各种溶剂有惰性，在 pH 0 到 14 之间是稳定的，并可用水润湿它。Agilent SampliQ-SAX 和 Agilent SampliQ-OPT 固相萃取小柱也是这样。

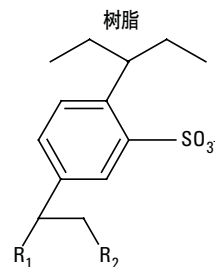


图 1. SCX 树脂

质量控制

产品的质量控制为结果提供了较高的可信度，在经认证的环境中有严格的组成，严格控制 and 检测其颗粒特性，用球形聚合物颗粒以保证装填的均匀性和重现性，颗粒规格和分布是用电子区域检测进行分析，使用球形聚合物颗粒以便保证装填的均一性和重现性，颗粒的形状是用光学显微镜表征的，其比表面和孔隙度是用氮吸附进行检测，严格的尺寸控制使其具有很好的重现性和流动性，而且对每一批产品测试其色谱性能和纯度。另外，测试每一批产品的性能，并把性能测试证书放在每个包装盒里。



操作指南

使用 Agilent SampliQ-SCX 小柱的程序很简单，图 2 是方法开发时建议的基本开始步骤，在此例中小柱的容积为 3mL/60g。对其它规格的小柱其容积应做按比例校正，对许多应用这一简单的程序是有效的。和其他 SPE 一样，这些只用于单个使用。这种小柱可以装在 Agilent 真空多管萃取装置上，或其他具有 Luer 接头的真空多管萃取装置上。

在混合模式的 SPE 有典型的五个步骤：

- 预处理小柱
- 加样
- 水性溶剂洗涤
- 对中性化合物组分用有机溶剂洗涤
- 洗脱

了解每一步的特点很重要，并且要知道如何很好的优化溶剂的选择。

预处理步骤

实际上对所有 SPE 产品通常冲洗用的溶剂是与水混溶的，有机溶剂是准备（湿润）吸附剂表面来接受试样的，甲醇是这一步骤典型的最常使用的溶剂。典型的流速是 1mL/min，稍微小一些可以，但是不推荐更高的流速。下一步就是至少要用 5 倍柱体积的水溶液来洗涤甲醇，对 Agilent SampliQ-SCX 2% 的甲酸水溶液会提供最好的性能，用混合保留模式（离子交换和反相），SPE 小柱是加水溶液，由于颗粒大小分布很严格，所以这一步骤只需稍微抽空或不抽空也可以达到可以接受的流速。

加样步骤

复杂基质的样品可能在加试样以前需要进行一些附加的制备步骤，制备方法包括稀释、pH 调节、均质化、离心和/或过滤。准备好的样品一般要添加内标，并以水性溶液的形式加到小柱上，在加样过程中小柱中的流速不要超过 1mL/min。根据样品的粘度确定是否需要抽真空，加载试样的体积就像在标准的硅胶小柱一样，但是树脂柱的试样容量要大于硅胶基吸附剂的容量。一支 60 mg 装的树脂小柱床的容量相当于

200 mg 装的硅胶基 C18 吸附剂小柱床的容量。对于保留性能最强的碱性和中性化合物在一次操作中，加入试样的 pH 应当在 5-7 之间。

洗涤步骤（水相）

洗涤步骤要使用不使目标化合物洗脱下来的最强（有机溶剂 % 最高）和低 pH 的水性溶剂，洗涤溶液必须用缓冲剂调节到 pH>7, 这样有利于酸的保存，在图 2 所示的样品中使用一种很弱的洗涤溶剂（2% 甲酸水溶液），使用至少 5 倍柱床体积的洗涤溶剂进行冲洗，通过小柱的流量约为 1mL/min，在这一步使小柱短暂的干燥，以便尽可能多地除去残余水分。

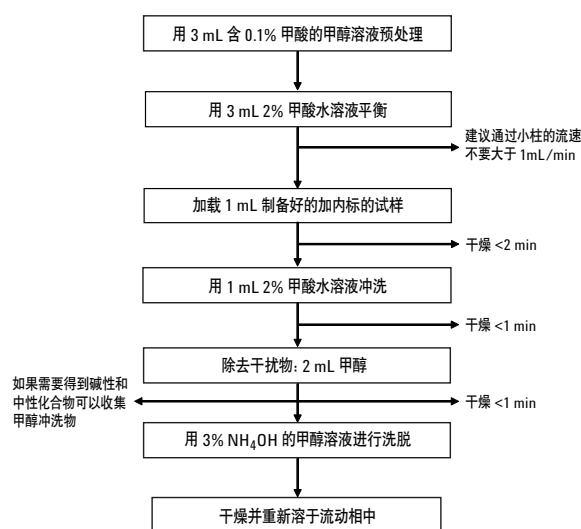


图 2. 3 mL Agilent SampliQ-SCX 小柱方法开发过程

洗涤步骤（有机相）

在许多应用中样品的净化借助于选择性地除去中性和疏水性化合物，在图 2 中所示用甲醇洗脱这些干扰物，但是如果需要，用甲醇洗脱能够收集和分离出中性化合物。如果有多于一个目标化合物，它们既有中性又有碱性化合物，这一性能特别重要。这一混合模式（阴离子交换剂/反相固定相）的性能在方法设计中提供了一种更大的灵活性、分离中性和碱性化合物的能力并得到干净的萃取物。在图 3 中用甲醇（MeOH）洗脱步骤只把中性化合物（二烷基萘和对乙酰氨基酚）洗脱下来，而在高 pH 的甲醇洗脱剂可以只把碱性化合物洗脱出来。

洗脱步骤

洗脱步骤要用最弱（最低 % 有机溶剂）的溶剂来洗脱目标化合物，在图 2 中所示的步骤使用一种强溶剂（3% 氢氧化铵甲醇溶液），3% 氢氧化铵甲醇溶液洗脱剂可以只把 8 种碱性化合物回收（图 3）通过小柱的流速不要超过 1mL/min，用至少用 5 倍柱床体积的洗脱剂进行洗脱，收集洗脱液并进行蒸发以便减少体积，样品必须转移到一定容积的水中或起始流动相溶液中。

Agilent SampliQ-SCX 固相萃取小柱与 pH 0-14 的水、酸、或碱性溶剂,以及大多数有机溶剂兼容,这种小柱应单独使用,建议无需再进行预处理。

性能

Agilent SampliQ-SCX 阳离子聚合物树脂对大多数化合物遵循简单的操作程序可以获得很高的重现性和回收率。需要对方法进行优化,以便增加分离的专属性分离。表 1 列出本研究所使用的化合物,这些化合物的范围从强碱(心得安和阿替洛尔)到疏水和中性化合物(对乙酰氨基酚,二羟基萘)。化合物的疏水性从高水溶性化合物(对乙酰氨基酚和阿替洛尔)到疏水性化合物(二羟基萘和氟西汀)。

表 1. 评价所使用的化合物及其物理性能

化合物	碱性	洗脱剂中	Log P	pKa
阿替洛尔	碱性	NH ₄ OH*	1.26	9.6
奎纳定	碱性	NH ₄ OH	2.53	8.56
氟派定	碱性	NH ₄ OH	4.36	8.66
米安色林	碱性	NH ₄ OH	3.8	7.05
二羟基萘	中性	甲醇	1.98	5.74
溴苯那敏	碱性	NH ₄ OH	3.74	3.59/9.12
氟西汀	碱性	NH ₄ OH	5.37	8.7
对乙酰氨基酚	中性	甲醇	0.92	4.38/9.38
心得安	碱性	NH ₄ OH	3.58	9.5
多虑平	碱性	NH ₄ OH	4.19	8.0

*NH₄OH 是 3% 氢氧化铵在甲醇洗脱剂中的溶液

表 2 显示了 Agilent SampliQ-SCX 小柱十分出色的重现性。试验是用简单的通用程序,标准试样溶液浓度为 10 μg/mL,相对标准偏差小于 5% (除溴苯那敏是在干的小柱上进行试验)。在本研究中进行了重复分析,其中在预处理和平衡步骤之间没有使小柱变干,在这两个步骤之间间隔 10 min。尽管在预处理和平衡步骤之间建议不要让小柱变干,但是该试验验证了即使在不利条件下小柱仍表现出耐用的性能,结果说明在硅胶基 SPE 产品受到负面影响的条件下,这种 SPE 的萃取性能回收率高、重现性好。

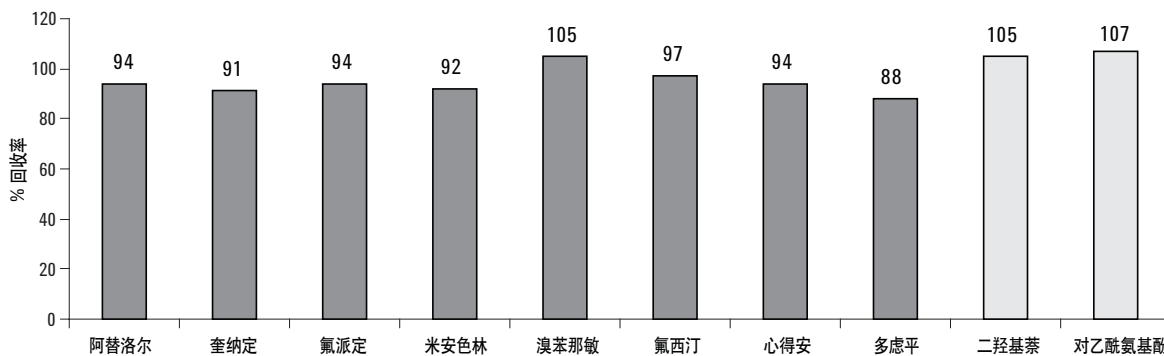


图 3. 是在 Agilent SampliQ-SCX 小柱上化合物的分离。中性化合物（浅灰色棒）只有在甲醇洗脱剂中分离出来,收集甲醇洗脱物为从碱性化合物中分离出来的中性化合物鉴定提供一种手段。类似情况,碱性化合物（深灰的棒）只在氢氧化铵甲醇洗脱剂中分离出来

表 2. 在 Agilent SampliQ-SCX 小柱上碱性和中性化合物的回收率和重现性结果

回收物	SCX 湿	SCX 干	SCX 湿 %RSD	SCX 干 %RSD
阿替洛尔	94	98	3.7	3.1
奎纳定	91	97	2.9	3.1
氟派定	94	99	3.2	2.1
米安色林	92	95	3.4	1.5
二羟基萘	105	92	1.6	4.1
溴苯那敏	105	90	2.1	6.7
氟西汀	97	84	1.2	5.0
对乙酰氨基酚	107	103	3.1	2.5
心得安	94	99	1.4	2.1
多虑平	88	96	2.8	3.2

总结

Agilent SampliQ-SCX 是一种混合模式吸附剂，既有离子交换又有反相的保留机制，使用一个通用的程序就可以除去酸性和中性干扰物，来回收碱性化合物，在同一程序里可以在一个洗脱液（甲醇）里回收中性

化合物，在第二个洗脱液里（氢氧化铵甲醇溶液）回收碱性化合物。除 Agilent SampliQ-SCX 外，还有与之互补的阴离子交换剂聚合物树脂小柱（Agilent SampliQ-SAX），通用型聚合物树脂小柱（Agilent SampliQ-OPT），用于酸性、碱性和中性化合物。图 4 是选择哪种类型小柱的指南。

Agilent SampliQ-SCX 是用于碱性和中性化合物分离的阳离子交换剂萃取小柱。

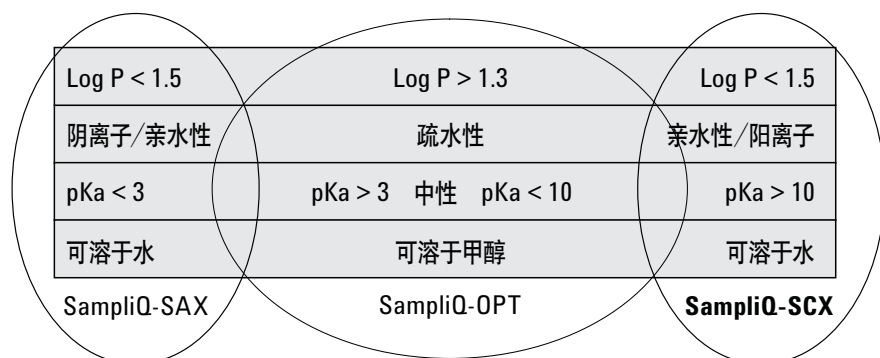
部件号	种类
5982-3213	30 mg, 1mL 小柱, 100 个/包
5982-3236	60 mg, 3mL 小柱, 50 个/包
5982-3267	150 mg, 6mL 小柱, 30 个/包

作者/联系

Carol Haney 是安捷伦科技公司的应用化学家。

如需更多信息

如需详细有关我们产品和服务的信息请访问我们的网站 www.agilent.com/chem/sampliQ。



所有 Agilent 聚合物固定相都具有混合模式的性能，对 Agilent SampliQ-SCX，这一特点使其既可以用于中性又可用于碱性化合物的分离。

图 4. Agilent SampliQ-聚合物吸附剂选择指南

安捷伦公司对本材料中可能存在的错误或有关装备、性能或使用这一材料而带来的意外伤害和问题不负任何责任。

本文中的信息、说明和规格，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司，2008

中国印刷
2008 年 7 月 11 日
5989-8945CHCN