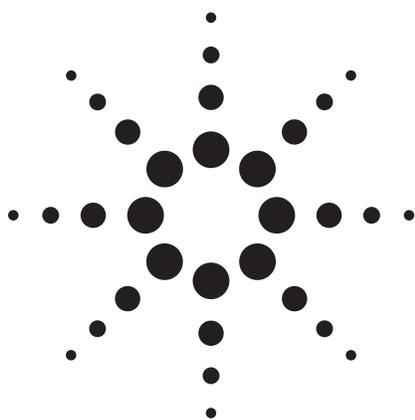


安捷伦的新十八烷基硅烷化(ODS) (C18)固相萃取小柱: SampliQ C18



技术报告

Agilent SampliQ C18 可提供

- 卓越的重现性
- 高回收率
- 适用于中性、弱酸性和碱性化合物
- 简单的萃取步骤

概述

安捷伦将推出 SampliQ 系列固相萃取(SPE)小柱, 取代 AccuBONDII 产品系列。这一新产品系列与目前使用的 AccuBONDII 小柱一样, 包括各种硅胶小柱、Florisil PR 小柱和氧化铝小柱。另外, 安捷伦还将扩展 SPE 小柱的系列产品, 包括通用聚合物固定相和离子交换萃取。现在还有石墨化碳系列小柱。在本技术报告中, 我们将对照 AccuBOND^{II} C18 SPE 小柱, 逐条阐述新 SampliQ C18 的性能。

SPE 是复杂样品分析流程中的基础, 即便是采用高度特异的检测器, 如 LC/MS/MS, 共流出杂质造成的离子抑制仍会对定量分析产生不良影响。而较为干净的样品则意味着更简单的分析条件、更长的 HPLC 柱寿命和更准确的结果。SPE 与液液萃取相比, 是一种更好的样品制备技术, 因为它具有更大的灵活性, 能得

到更高、更重复的回收率, 溶剂用量少带来的低成本, 是更有效的净化工具, 而且更容易实现自动化。食品安全、制药、环境和法医等行业的研究人员都在使用 SPE。

Agilent SampliQ C18 填料是一种十八烷基硅烷化键合的不规则硅胶颗粒。这种非极性、不封端的吸附剂可以为疏水化合物提供反相键合作用。此外, 还可实现与表面硅醇基之间的极性相互作用。与相应的 SampliQ C18 EC (封端) 吸附剂相比, 增加了碱性化合物的保留。我们推荐将 Agilent SampliQ C18 作为极性和非极性分析物的通用 SPE 填料。

质量控制

通过对硅胶键合相 SampliQ SPE 吸附剂生产工艺进行更好的控制, 我们可以生产出更均一的产品。QA 测试得到的数据就可以反映出吸附剂批与批之间的一致性。严格控制关键参数的合格范围, 确保了样品处理过程中保留和洗脱的重现性。SampliQ 性能证书给出了保留因子的严格控制范围, 并证明您所购买的批次, 性能处于该合格范围之内。因此, SampliQ SPE 固定相通过更高度的一致性和重现性、质量标记等设计, 提供了重复性更好的 SPE 萃取。



操作指南

采用 SampliQ C18 固相萃取小柱，提取步骤简单，反相 SPE 一般只有四步操作：

- 1) 活化
- 2) 上样
- 3) 淋洗
- 4) 洗脱

图 1 是方法开发时推荐的起始步骤。这个例子是针对 500-mg/6-mL 小柱。对于其它规格的小柱，体积应按比例修正。这一简单步骤对许多应用都将非常有效。Agilent SampliQ C18 固相萃取小柱与水、含水缓冲液和大多数有机溶剂都兼容。和其它 SPE 小柱一样，只能使用一次。这种小柱适用于安捷伦多管真空系统，以及任何可以匹配 Luer 针式接头的多管真空系统。

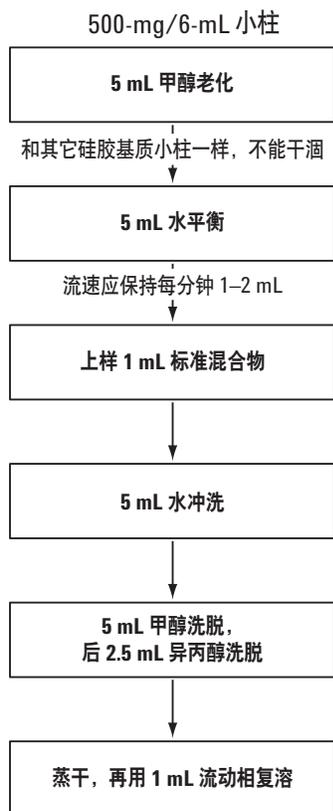


图 1. SampliQ C18 SPE 步骤

新 Agilent SampliQ C18 与现在的 Agilent AccuBOND[®] C18 SPE 小柱的比较

通过一个简单的提取方案，SampliQ C18 ODS 吸附剂对各种性质的各种化合物都能提供高度重复的回收率。

但要提高分离的特异性，可能还需要对方法进行优化。表 1 给出了本研究中所用的化合物，包括酸性、中性和碱性代表化合物。

下面记录了本实验的详细过程。

活化

小柱上加 5 mL 甲醇，抽真空，弃洗脱液。再用 5 mL 水重复活化。在这一步骤的任何时候都不要让吸附剂干涸。

上样

小柱上样 1 mL 样品，抽真空，弃洗脱液。

淋洗

小柱上加 5 mL 水，抽真空，并弃洗脱液。

洗脱

将收集管放在小柱下面。在小柱上加 5 mL 甲醇。抽真空，并收集洗脱液。在小柱上加 2.5 mL 异丙醇，抽真空，并将洗脱液收集到同一管中，氮气吹干。用 1 mL 流动相（85:15）复溶。

HPLC 分析步骤

色谱柱：ZORBAX Eclipse Plus C18, 4.6 x 150 mm, 3.5 μ m

目录号：959963-902

流动相 A：0.1% 甲酸水

流动相 B：0.1% 甲酸乙腈

梯度表

时间	%B
0.1	15
5	21
18	30
30	67
30.1	15

流速：1 mL/min

检测器：二极管阵列 254 nm

分析时间 30 分钟，5 分钟平衡

配制成 4 个校正水平的含 6 种成分的测试混合物，1、10、20 和 50 μ g/mL。化合物的回收率用地塞米松作为内标进行定量测定。内标浓度为 20 μ g/mL。上样时向样品中加入内标。

表 1. 用于评价的化合物及其化学性质

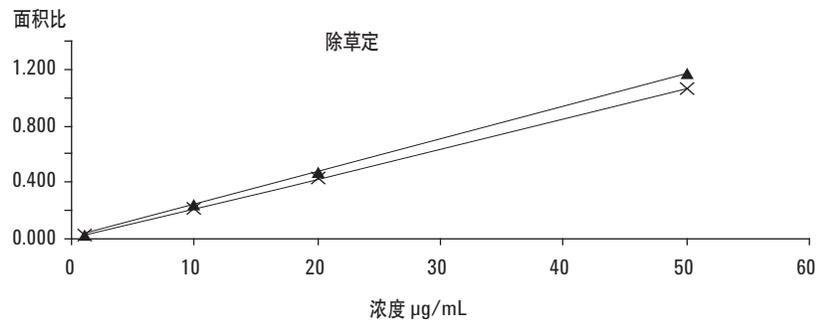
化合物	类型	Log P	备注
咖啡因	碱	-0.5	中枢神经系统刺激剂
磺胺二甲嘧啶	酸	1.6	磺胺药物
丁噻隆	中性	不适用	除草剂
强的松	中性	0.6	甾体
除草定	碱	不适用	杀虫剂 – 食品中限制
华法令	酸	3	抗凝血剂
地塞米松	中性	1.1	合成甾体激素

表 2 显示 Agilent SampliQ C18 SPE 小柱具有无与伦比的重现性。采用简单的通用方案，35 µg/mL 溶液回收率的相对标准偏差小于 5%。

图 2 是化合物除草定（食品中控制的一种杀虫剂）的线性回归分析。值得注意的是，AccuBOND^{II} C18 和 SampliQ C18 的校正曲线一致。R² 值为 0.9999。图 3 显示了 6 种不同化合物在 SampliQ C18 和 AccuBOND^{II} C18 上的回收率。各个化合物平行处理 6 份样品，其中样品添加浓度为 35 µg/mL，内标浓度为 20 µg/mL。每个样品的回收率按各自的校正曲线计算。图 3 是采用 AccuBOND^{II} C18 和 SampliQ C18 萃取小柱时，在固相萃取前加内标的测定结果。

表 2. SampliQ C18 和 AccuBOND^{II} C18 小柱的比较

在上样时 添加内标	AccuBOND ^{II} C18	AccuBOND ^{II} C18	SampIQ C18	SampIQ C18
化合物	上样时加入内标 的回收率%	% RSD n = 6	上样时加入 内标的回收率%	% RSD n = 6
咖啡因	98.3	6.0	107.9	4.4
磺胺二甲嘧啶	101.3	2.7	114.0	1.8
丁噻隆	100.3	4.1	97.4	2.6
强的松	100.2	1.4	108.7	0.7
除草定	100.1	3.5	99.5	1.7
华法令	102.2	3.4	98.4	1.9



在 SPE 萃取中加入的内标：

SampIQ C18 – x

AccuBOND^{II} C18 – ▲

图 2. SampliQ C18 和 AccuBOND^{II} 的性能比较，除草定（一种食品中控制的农药）的校正曲线

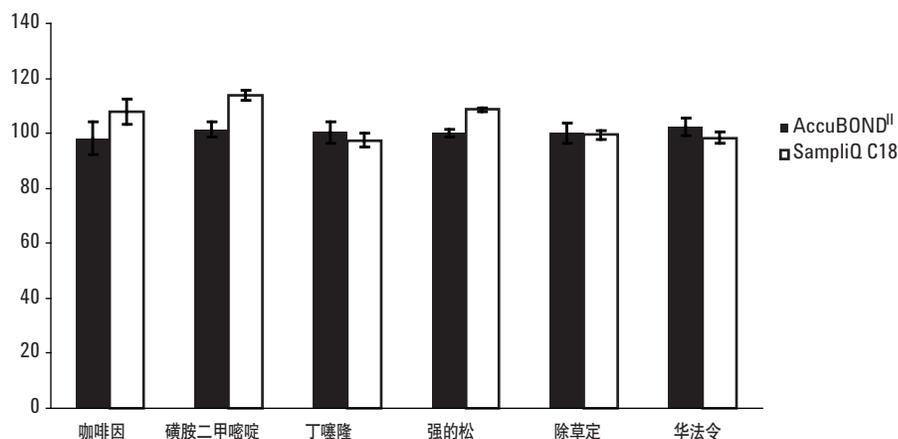


图3. 6种不同化合物（酸性、碱性和中性代表化合物）在 SampliQ C18 和 AccuBOND[®] C18 上的性能比较。
6个重复样品添加浓度为 35 µg/mL，内标浓度为 20 µg/mL

结论

安捷伦将推出硅胶基质 SPE 小柱新产品系列。Agilent SampliQ C18 是一种反相吸附剂。用一个通用的方案即可分离复杂混合物中的弱碱、弱酸和中性化合物。制药、环境和法庭科学领域中都在使用 C18 硅胶 SPE 小柱。SampliQ C18 小柱在精密度和准确度方面都能与 AccuBOND[®] C18 小柱的性能媲美。我们在生产工艺中已经建立了新的质量控制方法，从而使新的 SampliQ C18 批间重复性性能指标更严格。SampliQ C18 是更高质量的产品，拥有与 AccuBOND[®] C18 产品同样的卓越性能。

作者/联系人

David Schultz 是安捷伦科技公司 Wilmington, DE 的应用化学家，Carol Haney Ball 是安捷伦科技公司 Cary, NC, USA 的应用化学家。

更多信息

如需了解我们产品和服务的更多信息，请访问我们的网站 www.agilent.com/chem/sampliQ。

Agilent SampliQ C18 通用小柱和散装填料

部件号	规格
5982-1111	C18 ODS, 100 mg, 1 mL 试管, 100/盒
5982-1132	C18 ODS, 200 mg, 3 mL 试管, 50/盒
5982-1135	C18 ODS, 500 mg, 3 mL 试管, 50/盒
5982-1160	C18 ODS, 1000 mg, 6 mL 试管, 30/盒
5982-1165	C18 ODS, 500 mg, 6 mL 试管, 30/盒
5982-1182	C18 ODS SPE 散装吸附剂, 25g 瓶

安捷伦对本资料中出现的错误，以及由于提供或使用本资料所造成的相关损失不承担责任。

本资料如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司，2008

2008年8月11日中国印刷
5989-9326CHCN