

慧德易电子期刊

H&E Electronic Journal

第六十四期 QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

- 凝胶渗透色谱概念
- 凝胶渗透色谱原理
- 主要组成部分
- 工作原理
- 应用领域
- 主要特点
- 适用法规及推荐方法
- 系统配置
- 系统技术参数
- 应用实例
- 注意事项及日常维护



北京慧德易科技有限责任公司

2014-12

QuikSep GPC 系列凝胶纯化系统

从 2010 年由三鹿奶粉引发的沸沸扬扬的“三聚氰胺”事件，到如今多次提到的“地沟油”事件；从 2011 年的“瘦肉精”事件，到频频见诸于报端的添加”色素、激素、防腐剂”等事件，一次次将食品安全问题推向舆论的风口浪尖！食品安全也越来越受到大家和相关部門的重视，然而传统的一些检测手段往往都比较繁琐，准确性也值得商榷，特别是样品前处理阶段！

凝胶纯化系统以对流动相的要求不高、实验条件比较温和、重复性好、分析速度快、溶质回收率高等优点而成为最为方便的样品净化技术。对食品、动物组织、土壤、中药的小分子有机物进行分析时，一般样品的萃取物含有大量的大分子物质，如脂肪、色素等，会极大干扰检测结果。采用 GPC 净化样品，可除去脂肪、蛋白、色素等大分子干扰物质，保证分析结果的稳定性。

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

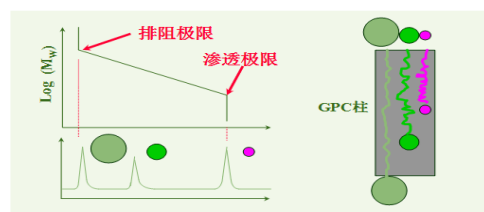
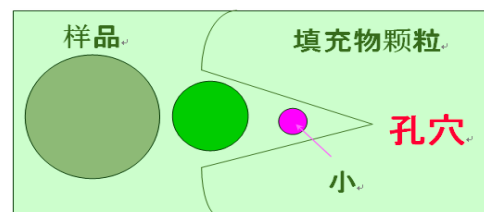
凝胶渗透色谱概念

凝胶渗透色谱 (Gel permeation chromatography) 简称 GPC，是尺寸排阻 SEC (Size Exclusion Chromatography) 的一种方式，就是利用多孔凝胶固定相的独特特性，而产生的一种主要依据分子尺寸大小的差异来分离的液相色谱方法。

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

凝胶渗透色谱原理

根据溶质分子大小进行分离的色谱技术。当被分析的试样随着淋洗溶剂引入柱子后，溶质分子即向填料内部孔洞扩散。较小的分子除了能进入大的孔外，还能进入较小的孔；较大分子则只能进入较大的孔；而比最大的孔还要大的分子就只能留在填料颗粒之间的空隙中。因此，随着溶剂的淋洗，大小不同的分子就得到分离，较大的分子先被淋洗出来，较小的分子较晚被淋洗出来。



QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

主要组成部件

- ◆ 输液泵
- ◆ 进样阀
- ◆ GPC 净化柱
- ◆ 紫外检测器
- ◆ 馏分收集器

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

工作原理

输液泵将流动相与样品带入净化柱，试样中各组分按照分子大小顺序洗脱，大分子油脂、色素、生物碱、聚合物先淋洗出来农药等较小分子后淋洗出来，检测器检测出信号，组分收集器收集含有目标组分的洗脱液。

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

应用领域--农产品、食品、环保

二氧杂环：奶类

黄曲霉素：奶类、食油

多环芳烃（PHAs）：污水、土壤

多氯联苯（PCBs）：废水

农残：蔬菜、水果、谷物、饲料、肉类、茶叶、水产品、蜂蜜

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

主要特点--输液泵、检测器、收集器、填料

- ◆ **输液泵**选用进口柱塞杆、密封圈及单向阀，并采用浮动柱塞设计，保证高压密封圈使用寿命；双柱塞设计，优化的凸轮推动，采用电子阻尼控制（Electrical Damp Control）技术有效控制流量脉动；具有多点流量校正曲线，保证全流量范围内流量精度。
- ◆ **检测器**采用双光路光学系统，全波长检测，可同时检测 2 路波长信号；单色器采用进口高精度步进电机数字化控制，有效降低机械误差，提高了波长精度。全新的波长自动校准方式，保证波长的重复性与精度。
- ◆ **全自动组份收集器**采用进口高精度三通阀的同时运用切瓶技术，废液通道独立，切换瓶过程无滴漏；可设置时间、体积、阈值、斜率组合多种收集条件，可在多组合条件收集模式下，设立定峰收集、顺序收集和循环收集 3 种手机模式。
- ◆ **Bio-Beads S-X3**为EPA推荐填料，Quiksep层析柱柱头密封采用PTFE材质，耐有机溶剂性强。

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

适用法规及推荐方法

方法	目标物质	样品基质	流动相	填料
USEPA 3640A USEPA 625-S	半挥发有机物、BNA`s (Bases Neutral Acid), 多氯联苯、有机氯杀虫剂	环境样品、土壤、底泥等	100% 二氯甲烷	S-X3 Gel
FDA Pesticide Analytical Methods	有机氯杀虫剂、有机磷杀虫剂、多氯联苯、各种杀真菌剂等	脂肪、谷物、植物材料	50/50 乙酸乙酯/环己烷	S-X3 Gel
FDA Pesticide Analytical Methods	各种杀虫剂和除草剂	脂肪食品、羊毛脂	50/50 正己烷/二氯甲烷	S-X3 Gel
AOA Cmethods of Analysis	有机氯农药	动物、鱼、家禽、植物油品	50/50 环己烷/二氯甲烷	S-X3 Gel
AOAC Methods of Analysis	有机氯和有机磷杀虫剂、三嗪化合物、氨基甲酸盐化合物	动物、鱼、家禽、植物油品	15/85 二氯甲烷/环己烷	S-X3 Gel
FDA Pesticide Analytical Methods	有机氯 有机磷杀虫剂、多环芳烃	脂肪、谷物、植物材料	70/30 乙酸乙酯/环戊烷	S-X3 Gel
GB/T 19650-2005 动物组织中农药多残留分析	农药	动物组织	50/50 乙酸乙酯/环己烷	S-X3 Gel

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

系统配置-分析型

序号	部件号	产品描述	数量
1	P0010	QuikSep 高压半制备泵, 双柱塞, 最大流量 9.99ml/min, 最大压力 42MPa	1
2	UV-100D	QuikSep UV 全波长检测器, 190~400nm, 同时检测 2 个波长, 标配氙灯	1
3	FC-10	316L 不锈钢流通池, 最大流量 10mL/min	1
4	HP-3000	QuikSep 中文色谱工作站	1
5	7725i	不锈钢六通进样阀, 分析半制备型	1
6	DC-XY	全电脑控制 X-Y 轴定位组分收集器	1
7	HG0011-0300	QuikSep HG 玻璃中压层析柱, 耐压 10bar, 10um 不锈钢筛板, 内径 11mm, 长度 300mm	1
8	152-2750	Bio-Beads S-X3 聚苯乙烯凝胶填料, 分子量排阻范围 400 - 14,000	1

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

系统配置-制备型

序号	部件号	产品描述	数量
1	P0050	QuikSep 高压半制备泵, 双柱塞, 最大流量 49.99ml/min, 最大压力 30Mpa	1
2	UV-100D	QuikSep UV 全波长检测器, 190~400nm, 同时检测 2 个波长, 标配氙灯	1
3	FC-50	316L 不锈钢流通池, 最大流量 50mL/min	1
4	HP-3000	QuikSep 中文色谱工作站	1
5	S6021	不锈钢六通进样阀, 制备型	1
6	DC-XY	全电脑控制 X-Y 轴定位组分收集器	1
7	HG0022-0300	QuikSep HG 玻璃中压层析柱, 耐压 10bar, 10um 不锈钢筛板, 内径 22mm, 长度 300mm	1
8	152-2750	Bio-Beads S-X3 聚苯乙烯凝胶填料, 分子量排阻范围 400 - 14,000	1

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

系统技术参数

分析型输液泵：

流量范围 0.001–9.999ml/min, 流量增量 0.001ml, 最大压力 42Mpa, 流量精度 0.5%, 流量重复性 (%) RSD≤0.1, 单行程排液体积 28.5ul;

制备型输液泵：

流量范围 0.01–49.99ml/min, 流量增量 0.01ml, 最大压力 30Mpa, 流量精度 0.5%, 流量重复性 (%) RSD≤0.1, 单行程排液体积 120ul;

分析/制备检测器：

波长范围 190–400nm (氙灯) 400–700nm(钨灯), 标配氙灯; 波长精度 1nm, 波长重复性 0.2nm; 基线噪声 1×10^{-5} AU (254nm, TC=1s), 基线漂移 $\pm 2 \times 10^{-4}$ AU;

分析/制备收集器：

标配接收容量 120 支试管 (高度 180mm、直径 15mm), 三通阀相应时间 28ms, 切换速度 0.1s, 流量最大 100ml/min;

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

应用实例--大米中吡虫啉残留量测定

凝胶净化系统净化条件

仪器：QuikSep GPC-50H 凝胶纯化系统

净化柱：Bio-Beads S-X3, 200~400 目

流速：5.0 mL/min

紫外检测波长：270 nm

进样量：2mL

流动相：乙酸乙酯：环己烷=1:1

收集时段：14–18min

HPLC 色谱条件

仪器：QuikSep LC-10

色谱柱：ODS-100Z (4.6*250mm 5um)

流速：1.0 mL/min

检测波长：270 nm

进样量：20 uL

柱温：20℃

流动相：乙腈：水 = 4：6

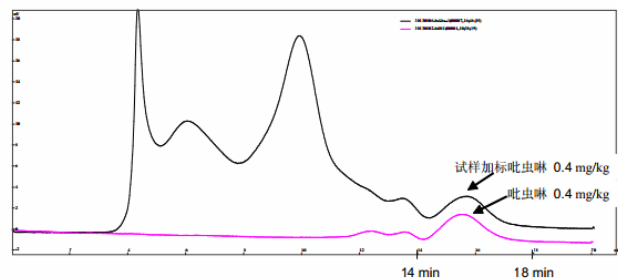


图1 吡虫啉的标样和试样加标过 GPC 谱图

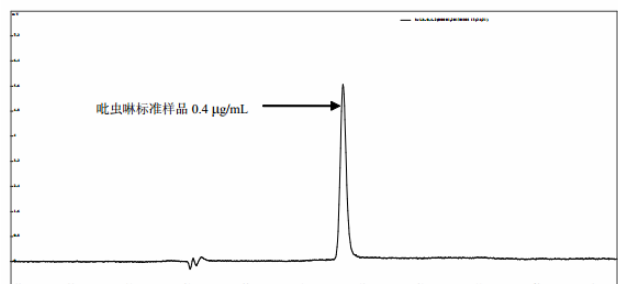


图2 吡虫啉的标准品色谱图

QuikSep GPC系列凝胶纯化系统

注意事项及日常维护

- ◆ 溶剂必须要 0.45um 的膜过滤和脱气；
- ◆ 输液泵的维护：最常见的问题是滤头或单向阀的污染导致流量不准，压力波动比较大，出液不正常，出现这些情况后可以将单向阀取出用丙酮或异丙醇超声即可；另外如果压力上升比较大，要逐一排除整个管路系统，找出堵塞点更换管路或部件；
- ◆ 紫外检测器的维护：常见问题是检测池受到污染，导致光能量透光率差，可以用丙酮清洗，清洗后用 THF 大量冲洗即可；
- ◆ 进样阀在 LOAD 位置进样，必须使用专用的平头进样针，进样前应用纯 THF 清洗流路。

更多产品信息请浏览公司网站