

A **PEAK** gas generation brand

**PEAK**  
SCIENTIFIC



# Peak Genius XE——可置于 实验桌下的氮气发生器

**Peak Genius XE系列氮气发生器助您提高实验室工作效率**

Peak有着几十年实验室气体发生技术的创新经验，最新的Genius XE氮气发生器定义了发生器性能的新高度。随着对实验室设备灵敏度及效率的不断提高，实验室气体的要求也越来越高，Genius XE采用最先进的MSP和创新的ECO技术，为用户提供可靠的高品质氮气。

[www.peakscientific.cn](http://www.peakscientific.cn)

您身边的气体发生器专家

在实验室里放置一台Peak气体发生器，您便无需担忧气体供应。Peak的首要目标是为您提供稳定的气体供应，因此Peak在各大洲都配备了当地的服务工程师，无论您的实验室在哪里，Peak都能为您提供快速的现场技术支持。此外，Peak还提供全面质保服务，涵盖发生器的每一个零部件，以此带给您真正的安心无忧。这是Peak对客户的承诺。

Peak气体发生器能为您的实验室带来：



**便利**

气体按需供应，无需更换钢瓶



**连续**

连续的气体供应，不会产生气体耗尽的情况



**经济**

消除不断产生的钢瓶成本，运营成本可控



**高效**

实验室内无需放置高压气体



**环保**

不涉及气体运输，减少碳排放



**优质售后**

多种全面现场维保方案

联系我们，了解更多!

[www.peakscientific.cn](http://www.peakscientific.cn)

# LC GC

2019年5月/6月

第22卷第2期

[www.chromatographyonline.com](http://www.chromatographyonline.com)

亚太地区  
分离科学家解决方案

## 筛查食品包装

一种使用2D GC-TOF-MS的全新方法

LC 故障排查  
反相LC与水

样品制备观点  
新样品制备产品

分析重点  
环保的药物分析

MERCK

# A Higher Level of Sensitivity. Every Time.

High-purity UHPLC-MS LiChrosolv® solvents for rapid and reliable results.

**Because our high standards match yours:**

**[SigmaAldrich.com/UHPLC-MS](http://SigmaAldrich.com/UHPLC-MS)**



© 2018 Merck KGaA, Darmstadt, Germany and/or its affiliates. All Rights Reserved. Merck, the vibrant M, Supelco and LiChrosolv are trademarks of Merck KGaA, Darmstadt, Germany or its affiliates. All other trademarks are the property of their respective owners. Detailed information on trademarks is available via publicly accessible resources.

2018 - 16505 12/2018

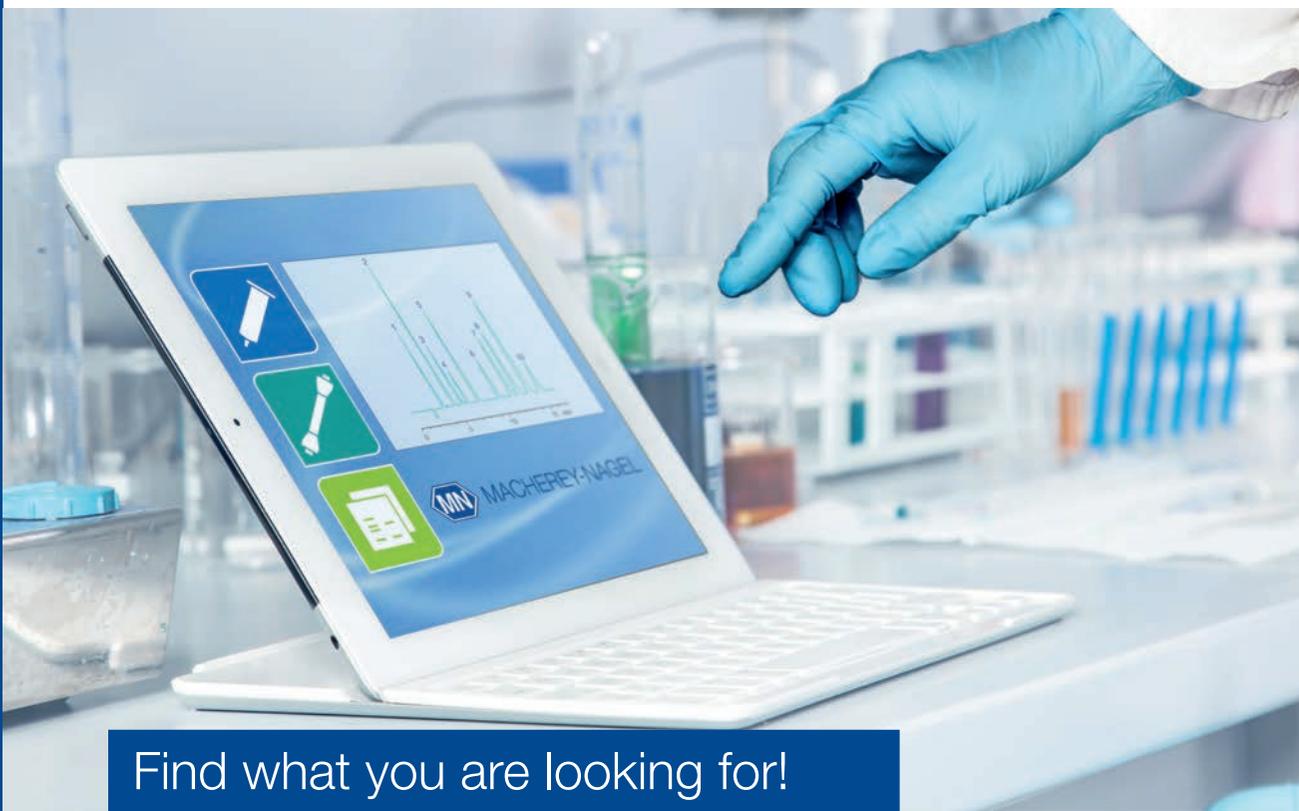
The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the U.S. and Canada.

**Supelco®**  
Analytical Products

MACHEREY-NAGEL

Manufacturer of premium  
chromatography media

Chromatography



Find what you are looking for!

- CHROMABOND® columns with classical and innovative SPE phases
- Original NUCLEOSIL®, professional NUCLEODUR® and highly efficient NUCLEOSHELL® HPLC columns
- Robust TLC glass plates, economical aluminum and polyester sheets

**MACHEREY-NAGEL**

[www.mn-net.com](http://www.mn-net.com)



5月/6月 | 2019

第22卷 第2期

LC GC

亚太地区  
分离科学家解决方案

编辑政策:

所有提交给 LC•GC 亚太地区的文章均应通过杂志编辑顾问委员会的同行评议。

封面:

原始资料来源: fottoo/stockadobe.com

## 封面故事

### 8 通过全二维气相色谱联合飞行时间质谱技术筛查食品包装塑料薄膜中的可疑化学物质

Yelena Sapozhnikova 和 Eunha Hoh

诸如塑料食品包装中的增塑剂等添加剂的出现已记录在案，但关于添加剂可能向食品中迁移的资料非常有限。在本试点研究中，2D GC-MS用于鉴定从一种常见拉伸塑料薄膜中提取的化学物质，其中该塑料薄膜含有一系列有机溶剂。初步鉴定共有91种化合物，其中包括五种PCB。



## 特色

### 30 分析重点: 药物分析 环保的药物分析

Alasdair Matheson

LCGC 亚太地区与MSD的代表Yong Liu和Adam Socia交流了在医药领域实施绿色色谱法的成本效益优势、解析方法容量强度 (AMVI) 的重要性，以及减少溶剂消耗和取代有害溶剂的有效方法，其中包括超临界流体层析法 (SFC)、快速层析法和“cocktail层析法”。

## 专栏

### 18 LC故障排查 反相液相色谱法和水，第1部分—多少是过量？

Dwight R. Stoll

何时可以使用反相固定相的完全水性洗脱液，出错时会发生什么事情？

### 25 样品制备观点 新样品制备产品和附件

Douglas E. Raynie

此份自2018年3月推出，关于新产品的年度报告涵盖样品制备仪器、用品和附件。

### 34 基本要点 解决固相萃取中的回收问题

本摘录节选自LCGC的网上学习平台 (CHROMacademy.com)，对固相萃取 (SPE) 中的回收问题进行讨论。

## 部门

### 33 产品

# 隆重推出新一代光散射仪器

为表征大分子和纳米颗粒提供解决方案



如需要了解更多信息, 请前往 [wyatt.com/NextGen](http://wyatt.com/NextGen)



**WYATT**  
TECHNOLOGY

副总裁/集团发行人  
Mike Tessalone  
mtessalone@mmhgroup.com

编辑总监  
Laura Bush  
lbush@mmhgroup.com

总编  
Alasdair Matheson  
amatheson@mmhgroup.com

执行编辑  
Kate Jones  
kjones@mmhgroup.com

助理编辑  
Lewis Botcherby  
lbotcherby@mmhgroup.com

销售经理  
Oliver Waters  
owaters@mmhgroup.com

销售主管  
Liz Mclean  
lmclean@mmhgroup.com

数字媒体部高级主管  
Michael Kushner  
mkushner@mmhgroup.com

网路直播运行经理  
Kristen Moore  
kmoore@mmhgroup.com

项目经理  
Vania Oliveira  
voliveira@mmhgroup.com

数字生产经理  
Sabina Advani  
sadvani@mmhgroup.com

特殊项目部执行编辑 Kaylynn  
Chiarello-Ebner  
kebner@mmhgroup.com

艺术总监  
Dan Ward  
dward@hcl.com

订户客服  
登陆网站  
www.chromatographyonline.com  
请求或更改订阅内容或拨打客服  
部门电话+001 218 740 6877

Hinderton Point,  
Lloyd Drive,  
Cheshire Oaks, Cheshire,  
CH65 9HQ, 英国  
电话 +44 (0)151 353 3500  
传真 +44 (0)151 353 3601

在线订阅, 网址:  
[www.chromatographyonline.com](http://www.chromatographyonline.com)

**订阅: 亚太地区有资质的读者可免费阅读LC•GC (亚太地区) 杂志。**

如想申请免费订阅或更改您的姓名或地址, 请登录 [www.chromatographyonline.com](http://www.chromatographyonline.com), 点击订阅, 按提示进行操作。如想取消订阅或订阅过期刊物, 请将要求发送至 [fulfill@hcl.com](mailto:fulfill@hcl.com), 在主题栏输入LCGC (亚太地区)。

请填写您的订阅编号 (如有)。

**原稿:** 想要了解原稿准备指南, 请登录或致电编辑 +44 (0) 151 353 3500。请谨慎检查后再提交, 出版社不对作品、照片或原稿的安全性负责。我们已采取一切预防措施以确保资料的准确性, 但出版商不对本网站所提供资料的准确性或任何表达意见承担责任。

**联系方式:** 电话: +44 (0) 151 353 3500。

再版: 本刊在当期以及往期的所有文章均可再版 (最低数量 250)。内容授权与再版: 有关更多信息, 请联系我们的官方合作伙伴Wright's Media, 发送邮件至 [Advanstar@wrightsmedia.com](mailto:Advanstar@wrightsmedia.com) 联袂获取可用用途、许可费及奖励印章作品。请注意, Wright's Media是我们与MultiMedia Healthcare材料合作的唯一授权公司。

© 2019 MultiMedia Healthcare LLC (UK) 版权所有。依照《1988年 (英国) 版权、设计和专利法》规定或版权授权机构 (地址: 英国伦敦市托特纳姆法院路 90号, 邮编: W1P 0LP) 发布的许可条款, 未经版权所有人书面同意, 不得以任何形式复制本刊物的任何部分 (包括复印或以电子形式保存本刊物, 以及暂时或顺带用于其他用途)。

版权所有者在1988年英国版权设计和专利法以外复制本出版物的任何部分, 应以书面形式申请, 并传真至+1 732-647-1104, 或发送邮件至: [jfrommer@mmhgroup.com](mailto:jfrommer@mmhgroup.com)

警告: 任何违反版权的行为可能会引起索赔和刑事诉讼。



**Daniel W. Armstrong**  
美国德克萨斯州阿林顿市, 德克萨斯大学

**Günther K. Bonn**  
奥地利因斯布鲁克大学, 分析化学和放射化学研究院

**Deirdre Cabooter**  
比利时鲁汶大学, 制药和药理学系

**Peter Carr**  
美国明尼苏达州明尼阿波利斯市, 明尼苏达大学化学系

**Jean-Pierre Chervet**  
荷兰祖特尔乌德, Antec科学

**Jan H. Christensen**  
丹麦哥本哈根哥本哈根大学植物和环保学系

**Danilo Corradini**  
意大利罗马市, CNR色谱学院

**Hernan J. Cortes**  
美国密歇根州米德兰, H.J. Cortes咨询

**Gert Desmet**  
比利时布鲁塞尔市布鲁塞尔自由大学, 运输模型和分析分离学

**John W. Dolan**  
美国俄勒冈州麦克明维尔, LC 资源

**Anthony F. Fell**  
英国布拉德福德, 布拉德福德大学, 药物化学

**Attila Felinger**  
匈牙利佩奇市佩奇大学, 分析和环境化学系, 化学教授

**Francesco Gasparrini**  
意大利罗马, 罗马一大, 生物活性物质化学与技术研究所

**Joseph L. Glajch**  
美国马萨诸塞州剑桥市仿真达制药

**Davy Guillard**  
瑞士日内瓦, 洛桑大学, 日内瓦大学, 医学院

**Jun Haginaka**  
日本西宫市武库川女子大学药学和制药学系

**Javier Hernández-Borges**  
西班牙加那利群岛拉古纳大学, 化学学院 (分析化学)

**John V. Hinshaw**  
美国俄勒冈州希尔斯伯勒, Serveron公司

**Tuulia Hyötyläinen**  
芬兰, 芬兰VVT技术研究院

**Hans-Gerd Janssen**  
荷兰阿姆斯特丹, 范特霍夫分子科学研究院

**Kiyokatsu Jinno**  
日本丰桥技术科学大学, 材料科学学院

**Huba Kalász**  
匈牙利布达佩斯市森梅威思医科大学

**Hian Kee Lee**  
新加坡国立大学

**Wolfgang Lindner**  
奥地利维也纳大学分析化学研究院

**Henk Lingeman**  
荷兰阿姆斯特丹自由大学化学系

**Tom Lynch**  
英国纽伯里分析顾问

**Ronald E. Majors**  
美国宾夕法尼亚州西彻斯特, 分析顾问

**Debby Mangelings**  
比利时布鲁塞尔自由大学, 分析化学和制药技术系

**Phillip Marriot**  
澳大利亚维多利亚莫纳什大学化学学院

**David McCallister**  
英国布里斯托尔西英格兰大学应用化学系

**Robert D. McDowall**  
英国肯特布罗姆利区McDowall咨询

**Mary Ellen McNally**  
美国特拉华州纽瓦克市, 杜邦农作物保护

**Imre Molnár**  
德国柏林 Molnar 研究所

**Luigi Mondello**  
意大利墨西拿市墨西拿大学药物化学系

**Peter Myers**  
英国利物浦市利物浦大学化学系

**Janusz Pawliszyn**  
加拿大安大略湖滑铁卢大学化学系

**Colin Poole**  
美国密歇根州底特律市韦恩州立大学

**Fred E. Regnier**  
美国印第安纳州普渡大学西拉法叶校区生物化学系

**Harald Ritchie**  
英国切斯特Advanced Materials Technology

**Koen Sandra**  
比利时科特赖克市色谱研究院

**Pat Sandra**  
比利时科特赖克市色谱研究院

**Peter Schoenmakers**  
荷兰阿姆斯特丹市阿姆斯特丹大学化学工程系

**Robert Shellie**  
澳大利亚墨尔本迪肯大学

**Yvan Vander Heyden**  
比利时布鲁塞尔市布鲁塞尔自由大学



关注我们 @ LC\_GC



喜欢我们的页面 LCGC



欢迎加入LCGC精英团队

LC•GC (亚太地区) 出版社非常感谢编辑顾问委员会委员对我们的继续支持, 以及提出的专业建议。LC•GC (亚太地区) 的高标准和编辑质量得益于他们的不懈努力。

LCGC (亚太地区) 提供与分离科学相关的故障排除信息和应用解决方案, 以提高实验室分析化学家的实践性知识, 帮助其获得竞争优势。本刊具有较高的科学质量和商业客观性, 为读者提供了解决实际问题所需的工具, 使其提高了效率、生产率和员工价值。

# Unleash the impossible

Whatever projects you're working on, from a simple test to perfecting drought-proof crops, you can count on the unparalleled Sigma-Aldrich® portfolio along the way. With proven, reliable, cutting-edge production materials, we are always expanding and perfecting our global portfolio. So we'll be right there with you from when the seed is planted to when that impossible dream eventually bears fruit.

To find out more, visit:  
[SigmaAldrich.com/UnleashTheImpossible](https://SigmaAldrich.com/UnleashTheImpossible)



Merck, the vibrant M and Sigma-Aldrich are trademarks of Merck KGaA, Darmstadt, Germany or its affiliates. All other trademarks are the property of their respective owners. Detailed information on trademarks is available via publicly accessible resources.

© 2019 Merck KGaA, Darmstadt, Germany and/or its affiliates. All Rights Reserved.



# 通过全二维气相色谱联合飞行时间质谱技术筛查食品包装塑料薄膜中的可疑化学物质

Yelena Sapozhnikova<sup>1</sup> 和 Eunha Hoh<sup>2</sup>, <sup>1</sup>美国宾夕法尼亚温德摩尔美国农业部农业研究服务局, <sup>2</sup>美国加利福尼亚州圣地亚哥市圣地亚哥州立大学公共卫生学院

本研究通过全二维气相色谱联合飞行时间质谱 (GC×GC-TOF-MS) 技术对从食品包装塑料薄膜中提取的化学物质进行初步鉴定, 其中该塑料薄膜含有一系列有机溶剂。基于与美国国家标准与技术研究院 (NIST) 质谱 (MS) 库的高度质谱匹配, 初步鉴定薄膜提取物中共有91种化合物。初步鉴定的化学物质包括常见的增塑剂: 己二酸二(2-乙基己基)酯 (DEHA)、邻苯二甲酸二乙酯和邻苯二甲酸二丁酯; 聚合物和塑料添加剂: 六氟双酚A (双酚AF)、2,4,7,9-四甲基-5-癸炔-4,7-二醇 (TMDD)、脱氢枞酸甲酯和2,4-三甲基-1,3-戊二醇二异丁酸酯 (TXIB); 紫外线 (UV) 过滤剂: 胡莫柳酯、水杨酸2-异辛酯 (水杨酸辛酯); 香料: 雪松醇和佳乐麝香; 调味剂: 水杨酸己酯和二苯甲酮。此外, 还鉴定了多环芳烃 (PAH)、烷基萘、直链烷基苯和苯基、联苯以及二苯基化合物的代表物质。在薄膜萃取物中意外发现低度氯化多氯联苯 (PCB) 表明应进一步研究多氯联苯的来源。基于塑料食品包装材料、食品或环境中的用途、来源、化学性能和先前报告的出现情况, 对初步鉴定的化合物进行表征。

食品包装在保护食品、延长其保质期以及为消费者提供处理食品的便利方面非常重要。但是, 在储存和处理过程中, 食品包装材料中的化学物质可能会转移至包装食品中。重要的食品安全问题是: 当化学物质接触到食品时, 它们是否会从食品包装材料中渗出? 如果会, 是以什么速度渗出? 这是否会对消费者构成任何风险? 缺乏答案表明存在知识鸿沟, 显然需要对该领域进行研究。

在多种类型的食品包装 (如塑料容器、纸质包装、瓶子) 中, 塑料薄膜的结构和成分最为复杂, 因为塑料薄膜由压层间具有添加剂的多层层压层构成, 以获得所需性能。拉伸塑料薄膜, 也称为保鲜膜, 是商业和消费者应用领域中最广泛使用的食品接触材料之一。

## 要点

- 对从食品包装塑料拉伸薄膜中提取至FDA食品模拟物和有机溶剂中的化学物质进行初步鉴定与表征。
- 采用全二维气相色谱联合飞行时间质谱 (GC×GC-TOF-MS) 分析进行鉴定。
- 未来的研究需要侧重于定量迁移, 以估计迁移至食品模拟物和真实食品中的化学物质数量, 从而为风险评估提供数据。

图片来源: fotoo/Shutterstock.com

# ONE GENERATOR. ENOUGH ULTRA HIGH PURITY HYDROGEN FOR UP TO 27 GCS.

## NM 1350 PLUS HYDROGEN GENERATOR



The **NEW VICI DBS NM Plus 1350 Hydrogen Generator** uses the same space saving cabinet as the existing NM range, but now with a higher flow rate of 1350 ml/min.

**With the higher flow rate and 11 bar outlet pressure, only one generator is needed to supply up to 27 GCs with detector gas.**

**Improves workplace safety and lab efficiency.**

Ultra high purity carrier grade gas with convenient software control and safety alarm capability. It gives the GC user the option for on-demand hydrogen gas while managing safety concerns.

**VICI DBS®**

[www.vicidbs.com](http://www.vicidbs.com) | [sales@vicidbs.com](mailto:sales@vicidbs.com) | +41 (41) 925 62 00

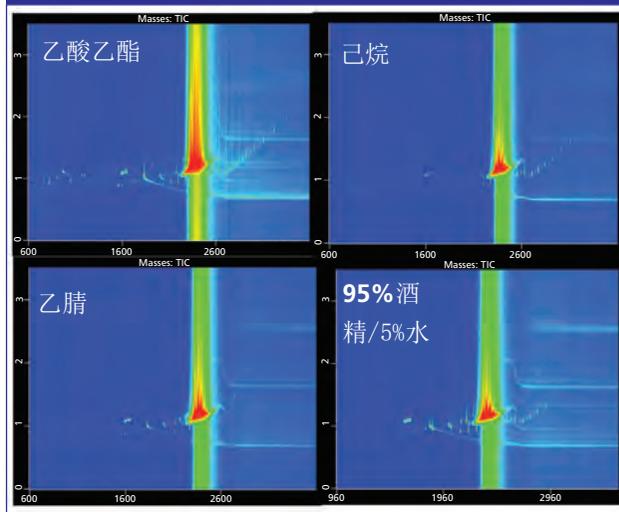
表1: 化学分析用GC×GC-TOF-MS的仪器条件

1D 柱	Rtx-5MS (30m × 0.25mm × 0.25μm), 带5m保护柱
2D 柱	Rtx-17 (0.79 m × 0.10 mm × 0.10 μm)
进样量	2μL/不分流
进样口吹扫时间	36 s
进样口衬管	单锥形进样口衬管
入口温度	300 °C
载气	氦气
载气流	1mL/min (常数)
1D升温程序	1min 60°C, 以6°C/min直至达到300°C (保持3min), 以20°C/min直至达到320°C (保持15min)
2D升温程序	比1D升温程序低20°C
调制器温度偏移量	比2D升温程序偏移15°C
调制时间	3.50 s
热脉冲时间	0.90 s
冷却时间	0.85 s
传输线温度	285 °C
溶剂延迟	10分钟
离子源温度	250 °C
质量范围	50–1000 u
采集率	150光谱/s
检测器电压	1650
电子能量	70

2009年全球市场的软塑包装量达到1130万吨, 2016年前将继续以每年4%的速度增长(1)。就成分而言, 聚乙烯和聚丙烯等聚合物材料最常用于塑料薄膜中, 而其他聚合物, 如聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚氯乙烯(PVC)和聚酰胺(尼龙)的使用则相对较少。这些塑料聚合物通常是惰性的, 但添加至聚合物薄膜中以改善其性能的化学物质(如抗氧化剂、光稳定剂、增塑剂、热稳定剂、润滑剂和抗静电剂), 以及称为NIAS的无意添加的物质(添加的化学物质在降解或反应过程中形成的化学杂质、污染物和化学物质)可能会转移至包装食品中。下列食品包装添加剂的出现情况已记录在案: 抗氧化剂、紫外线(UV)稳定剂、增塑剂(2); 印刷相关污染物(3); 塑料和纸质食品包装中的邻苯二甲酸酯、多环芳烃(PAH)、光引发剂、双酚和多氟化合物(4)。然而, 目前关于添加剂在可能迁移至食品中的资料非常有限。最近的一项回顾概述了从食品包装材料中鉴定NIAS的分析挑战(5), 其中包括缺乏关于材料成分和添加成分、复杂结构以及对复杂分析技术需求的资料。最近, 利用高分辨率质谱法(HRMS)进行了非定性研究, 以鉴定聚碳酸酯食品接触塑料(6)和纳米薄膜(7)中的化合物。

本试点研究的目的是进行一次全二维气相色谱联合飞行时间质谱(GC×GC-TOF-MS)非定性筛查, 以鉴定和表征从食品包装拉伸薄膜中提取至FDA批准的食品模拟物 and 不同极性有机溶

图1: 塑料拉伸薄膜提取物在不同溶剂中的GC×GC色谱图。x轴代表第1个GC保留时间, y轴代表第2个GC保留时间。



剂中的化合物。我们力求制定一份潜在迁移物质的名单, 以用于未来化学物质向脂肪食品, 特别是碎牛肉中转移的研究。

表2: 在己烷、乙酸乙酯 (EtAc)、乙腈和95%乙醇 (含5%水) 食品模拟物 (FSim) 拉伸薄膜提取物中初步鉴定的化合物

	鉴定出化合物	CAS	己烷	乙酸乙酯	乙腈	FSim
1	乙酸, 硝基, 乙酯	626-35-7	---	x	---	---
2	咪喃, 2-戊烷基	3777-69-3	x	x	x	---
3	己醛, 2-氯	762-39-0	---	x	---	---
4	氯化苄 (氯甲苯)	100-44-7	---	x	---	---
5	2,5-咪喃二酮, 3,4-二甲基	766-39-2	x	x	x	---
6	1-丙炔, 3-苯基-	10147-11-2	---	x	---	---
7	苯乙酮	98-86-2	x	x	x	---
8	3-羟基-3-苯基丁酮	3155-01-9	x	x	x	---
9	甲噻啉	150-76-5	x	x	x	---
10	2,3-二甲基-4-羟基-2-丁烯内酯	1575-46-8	x	x	x	---
11	苯甲酸	65-85-0	---	x	x	---
12	乙醇, 2-苯氧基	122-99-6	x	x	x	---
13	香兰素	121-33-5	---	x	---	---
14	苯-1,3-二 (乙酰)	6781-42-6	x	x	---	---
15	2,3,4,5,6-五甲基苯乙酮	2040-01-9	x	x	x	---
16	苯, 1,2,3-三甲氧基-5-(1-丙烯基)-	5273-85-8	x	x	x	x
17	3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲醛	1620-98-0	x	x	x	x
18	苯并噻唑	95-16-9	x	x	x	x
19	邻苯二甲酸酐	85-44-9	x	x	x	x
20	1,4-二氢萘	612-17-9	---	x	---	---
21	萘	91-20-3	x	x	x	x
22	萘, 2-甲基	91-57-6	x	x	x	x
23	萘, 1,7-甲基	575-37-1	x	x	x	x
24	萘, 1-(2-丙烯基)	2489-86-3	---	x	---	---
25	萘, 1-甲氧基	2216-69-5	x	x	x	x
26	萘, 1-乙基	1127-76-0	x	x	x	x
27	萘, 2-(1-甲基乙基)	2027-17-0	x	x	x	x
28	萘, 1,4,5-三甲基	2131-41-1	x	x	x	x
29	萘, 1,4,6-三甲基	2131-42-2	x	x	x	x
30	萘, 1,2,3-三甲基-4-丙烯基-	26137-53-1	x	x	x	x
31	1,3-二异丙基萘	57122-16-4	x	x	x	x
32	2,6-二异丙基萘	24157-81-1	x	x	x	x
33	萘, 1-(氯甲基)-	86-52-2	---	x	---	---
34	亚环烷	83-32-9	x	x	x	---
35	芴	86-73-7	x	x	x	x
36	二苯并咪喃	132-64-9	x	x	x	x
37	9,10-二氢菲	776-35-2	x	x	---	---
38	1H-苯那酮	203-80-5	---	x	---	---
39	菲	85-01-8	x	x	x	x
40	4-菲酚, 1,2,3,4-四氢-4-甲基	77536-58-4	---	x	---	---
41	1,4-乙炔萘, 1,4-二氢	27765-96-4	---	x	---	---
42	萘, 1,2,3,10b-四氢-	20279-21-4	---	x	---	x
43	茚并[2,1-a]茚, 5,10-二氢	6543-29-9	---	x	---	---
44	联苯	92-52-4	x	x	x	x
45	1,1'-联苯, 4-甲基-	644-08-6	x	x	x	x
46	二苯醚	101-84-8	x	x	x	x
47	二苯基甲烷	101-81-5	x	x	x	x
48	顺式二苯乙炔	645-49-8	---	x	---	---

表2 (续)：在己烷、乙酸乙酯 (EtAc)、乙腈和95%乙醇 (含5%水) 食品模拟物 (FSim) 拉伸薄膜提取物中初步鉴定的化合物

	鉴定出化合物	CAS	己烷	乙酸乙酯	乙腈	FSim
49	二苯甲酮	119-61-9	x	x	x	x
50	1,1'-联苯,2,2',5,5'-四甲基	3075-81-4	x	x	x	x
51	苯甲酸苄酯	120-51-4	x	x	x	x
52	萘, 1, 2, 3, 4-四氢-1-苯基 -	3018-20-0	x	x	x	x
53	苯, 1, 1' - (1, 3-丁二烯基)	4165-81-5	---	x	---	---
54	苯, 1, 3-二甲氧基-5 - [(1E)-2-苯基乙烯基] -	21956-56-9	x	x	x	---
55	1,1'-联苯, 2,2'-二氯	13029-08-8	x	x	x	x
56	1,1'-联苯, 4,4'-二氯	2050-68-2	x	x	x	x
57	1,1'-联苯, 2,2',6-三氯	35693-92-6	x	x	x	x
58	1,1'-联苯, 2,2',5-三氯	37680-65-2	x	x	x	x
59	1,1'-联苯, 2,3',5-三氯	37680-68-5	x	x	x	x
60	苯, (1-丁基己基)-	4537-11-5	x	x	x	x
61	苯, (1-甲基十一烷基)-	2719-61-1	x	x	x	x
62	苯, (1-丁基庚基)-	4537-15-9	x	x	x	x
63	苯, (1-丙基辛基)-	4536-86-1	x	x	x	x
64	苯, (1-乙基壬基)-	4536-87-2	x	x	x	x
65	苯, (1-戊基庚基)-	2719-62-2	x	x	x	x
66	2,2,4-三甲基-1, 3-戊二醇二异丁酸酯 (TXIB)	6846-50-0	x	x	x	x
67	肉豆蔻酸异丙酯	110-27-0	x	x	x	x
68	己二酸, 丁基戊-4-烯-2-基酯	不适用	x	x	x	x
69	己二酸二(2-乙基己基) 酯 (DEHA)	103-23-1	x	x	x	x
70	己二酸, 2-乙基己基酯	不适用	x	x	x	x
71	二异辛基己二酸酯	1330-86-5	x	x	x	x
72	三甘醇二 (2-乙基己酸酯)	94-28-0	x	x	x	x
73	己二酸, 二 (2-癸基) 酯	不适用	x	x	x	x
74	己二酸, 癸基-2-乙基己基酯	不适用	x	x	x	x
75	雪松醇	77-53-2	x	x	x	x
76	1H-茚, 2, 3-二氢-1, 1, 3-三甲基-3-苯基 -	3910-35-8	x	x	x	x
77	胡莫柳酯	118-56-9	x	x	x	x
78	环戊二烯并[g]-2-苯并吡啶, 1, 3, 4, 6, 7, 8-六氢-4, 6, 6, 7, 8, 8-六甲基 -(Galaxolide)	1222-05-5	x	x	x	x
79	13-Isopropylpodocarpa-8,11,13-三乙四胺-19-al	24035-50-5	x	x	x	x
80	10,18-Bisnorabieta-8,11,13-三烯	32624-67-2	x	x	x	x
81	脱氢枞酸甲酯	1235-74-1	x	x	x	x
82	2,4,7,9-四甲基-5-癸烯-4, 7-二醇	126-86-3	x	x	x	x
83	4,4'- (六氟异亚丙基) 二酚	1478-61-1	---	x	x	x
84	邻苯二甲酸二乙酯	84-66-2	x	x	x	x
85	水杨酸己酯	6259-76-3	x	x	x	x
86	2-乙基己基水杨酸酯 (Octisalate)	118-60-5	x	x	x	x
87	丁基邻苯二甲酸异丁酯	17851-53-5	x	x	x	x
88	邻苯二甲酸二丁酯	84-74-2	x	x	x	x
89	间苯二甲酸2-乙基己酯	不适用	x	x	x	x
90	缩水甘油基棕榈酸酯	不适用	x	x	x	x
91	4,8,12,16-四甲基十七烷-4-内酯	96168-15-9	x	x	x	x

## 实验

分别用美国食品药品监督管理局批准的食品模拟物：水-乙醇（5%：95%）和三种不同极性的有机溶剂：己烷和乙酸乙酯（模拟含脂肪食品的亲脂性）以及乙腈对从当地商店购得的常用食品包装拉伸塑料薄膜进行取样和提取，从而提取极性与相对非极性的化学物质。将约4g薄膜样品完全浸没在40mL溶剂中，并在经过溶剂彻底冲洗的玻璃烧杯中超声提取30min。由代表性溶剂组成的试剂空白与样品一起处理，以消除玻璃器皿、溶剂和实验室设备可能造成的实验室污染。

在接下来的一个实验中，我们将从当地超市获得的、先前未暴露于任何食品包装的碎牛肉样品暴露于塑料薄膜中：1）冷冻牛肉样品微波解冻2min，2）非冷冻牛肉样品微波加热30s（大功率）。暴露后，以1g/mL的比例用己烷提取牛肉样品。对照牛肉样品（未覆盖塑料薄膜）与暴露的牛肉样品一起处理。

用LECO Pegasus 4D GC×GC-TOF-MS对塑料薄膜和碎牛肉的提取物进行分析，以鉴定提取的化合物。仪器条件总结于表1中。GC×GC-TOF-MS生成的数据由LECO ChromaTOF软件（针对Pegasus优化的4.50.8.0版本）处理。在S/N=100或以上时搜索峰值，并进行自动库搜索，以在2014年国家标准与技术研究院（NIST）电子碰撞（EI）质谱库中为每种检测到的化合物寻找最相似的质谱。选择相似性得分为700分或以上（最高得分=999）的化合物，并进一步手动审查所选化合物与NIST EI质谱库的匹配质谱的相似性。多种离子（ $n>3$ ）或独特特征必须存在，以进行比较。例如，邻苯二甲酸酯含有高丰度的质量（ $m/z$ ）149，芳香族或环式化合物或卤代化合物具有独特的质量片段模式或同位素比率模式。经人工审查后，选择了高度可鉴定的化合物。检查所选化合物在每个相应程序空白样品中的存在情况。对于最后的纳入，在相应对照样品中不得出现峰值。否则，峰面积（丰度）必须比对照样品中相应的峰面积大10倍。也以相似方法进行牛肉提取物的数据分析，唯一的差异是纳入标准，即暴露牛肉样品与对照样品的峰值丰度之比为3。应指出的是，本论文中报告的化合物均为初步鉴定，因为未使用这些化合物的真正标准对其进行确认，但2,2',5-三氯联苯除外。

## 结果和讨论

在美国，食品接触材料由美国食品药品监督管理局根据《联邦食品、药品和化妆品法案》进行监管。《联邦法规》第21篇（21 CFR）规定了可安全用作“间接食品添加剂”的物质规定，即一般认为安全（GRAS）以及在良好生产规范（GMP）条件下使用的先前核准的物质。间接食品添加剂是食品包装材料中可能与食品间接接触的物质。



**Clarity** VER. 8  
ADVANCED CHROMATOGRAPHY SOFTWARE

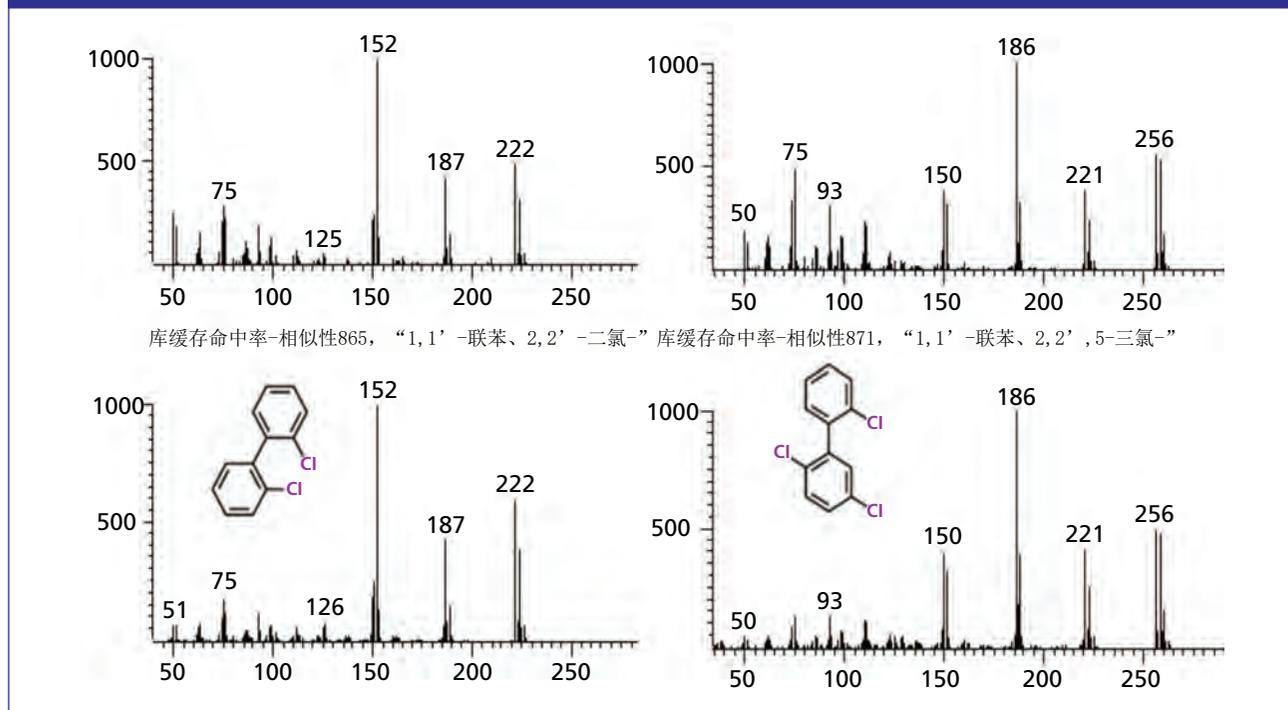
免费的演示版软件

Retention Time (min)	Abundance	Identified Compound
1.2	1000	Hexane
2.5	500	Ethyl acetate
3.8	200	Acetone
5.1	150	Methyl acetate
6.4	100	Propyl acetate
7.7	80	Butyl acetate
9.0	60	Pentyl acetate
10.3	40	Hexyl acetate
11.6	30	Heptyl acetate
12.9	20	Octyl acetate
14.2	15	Nonyl acetate
15.5	10	Tenyl acetate
16.8	8	Undecyl acetate
18.1	6	Dodecyl acetate
19.4	4	Tridecyl acetate
20.7	3	Tetradecyl acetate
22.0	2	Pentadecyl acetate
23.3	1	Hexadecyl acetate
24.6	1	Heptadecyl acetate
25.9	1	Octadecyl acetate
27.2	1	Nonadecyl acetate
28.5	1	Eicosyl acetate
29.8	1	Heneicosyl acetate
31.1	1	Docosyl acetate
32.4	1	Tricosyl acetate
33.7	1	Tetracosyl acetate
35.0	1	Pentacosyl acetate
36.3	1	Hexacosyl acetate
37.6	1	Heptacosyl acetate
38.9	1	Octacosyl acetate
40.2	1	Nonacosyl acetate
41.5	1	Triacontyl acetate
42.8	1	Triacontyl acetate
44.1	1	Triacontyl acetate
45.4	1	Triacontyl acetate
46.7	1	Triacontyl acetate
48.0	1	Triacontyl acetate
49.3	1	Triacontyl acetate
50.6	1	Triacontyl acetate
51.9	1	Triacontyl acetate
53.2	1	Triacontyl acetate
54.5	1	Triacontyl acetate
55.8	1	Triacontyl acetate
57.1	1	Triacontyl acetate
58.4	1	Triacontyl acetate
59.7	1	Triacontyl acetate
61.0	1	Triacontyl acetate
62.3	1	Triacontyl acetate
63.6	1	Triacontyl acetate
64.9	1	Triacontyl acetate
66.2	1	Triacontyl acetate
67.5	1	Triacontyl acetate
68.8	1	Triacontyl acetate
70.1	1	Triacontyl acetate
71.4	1	Triacontyl acetate
72.7	1	Triacontyl acetate
74.0	1	Triacontyl acetate
75.3	1	Triacontyl acetate
76.6	1	Triacontyl acetate
77.9	1	Triacontyl acetate
79.2	1	Triacontyl acetate
80.5	1	Triacontyl acetate
81.8	1	Triacontyl acetate
83.1	1	Triacontyl acetate
84.4	1	Triacontyl acetate
85.7	1	Triacontyl acetate
87.0	1	Triacontyl acetate
88.3	1	Triacontyl acetate
89.6	1	Triacontyl acetate
90.9	1	Triacontyl acetate
92.2	1	Triacontyl acetate
93.5	1	Triacontyl acetate
94.8	1	Triacontyl acetate
96.1	1	Triacontyl acetate
97.4	1	Triacontyl acetate
98.7	1	Triacontyl acetate
100.0	1	Triacontyl acetate

- 针对气相色谱、液相色谱和质谱的数据解决方案
- 中文版本
- 支持多种仪器控制
- OEM和仪器控制开发
- 运行环境管理工具

DataApex WWW.DATAAPEX.CN

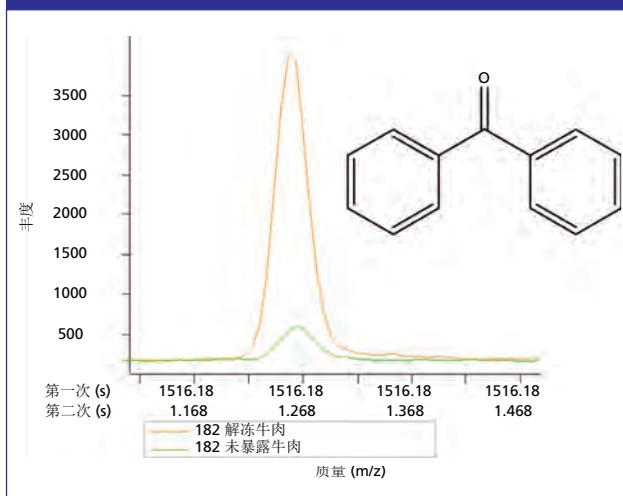
图2: 鉴定为多氯联苯 (PCB) 的质谱: 左边显示与2,2'-二氯联苯86.5%匹配, 右边显示与美国国家标准与技术研究院 (NIST) 库的2,2',5-三氯联苯87.1%匹配。通过与真正标准的匹配进一步证实了正确的光谱, 即2,2',5-三氯联苯。对于所有显示的图形, x轴是质量 (质荷比m/z), y轴是相对丰度。



在本研究中, 我们选择了FDA建议的脂肪食品 (95%乙醇: 5%水, v/v) 和有机溶剂的食品模拟物用于GC分析 (己烷、乙酸乙酯、乙腈), 以从拉伸薄膜中提取有机化学物质。根据欧盟关于迁移实验的监管条例 (8), 先前已证实, 采用索氏提取法用乙酸乙酯提取包装薄膜时, 增塑剂 (其中包括己二酸酯、柠檬酸盐和邻苯二甲酸酯) 的量与用96%乙醇食品模拟物提取包装薄膜时的量基本吻合。此外, 己二酸二 (2-乙基己基) 酯 (DEHA) 与异辛烷从薄膜转移至96%乙醇中的量无任何差异。

乙酸乙酯中初步鉴定的化学物质数为91种, 乙腈和己烷中为74种, 乙醇-水提取物中为64种 (图1)。由于其他转移的化学物质与NIST数据库的质谱匹配度较低, 因此未选择这些物质进行鉴定。表2中列出了经鉴定化合物及其CAS编号和出现情况。大多数经鉴定的化学物质均从塑料薄膜中提取至所有研究的溶剂中。但是, 其中有些化学物质选择性地转移至特定溶剂中。因此, 在乙酸乙酯提取物中鉴定出14种化合物, 但在其他溶剂提取物中并未发现 (表2)。仅在己烷和乙酸乙酯提取物中发现苯-1,3-双 (乙酰基) 和9,10-二氢菲两种化学物质 (表2, #14和37)。这两种化学物质实际上均不溶于水, 因此在提取过程中很可能仅溶解并转移至最少的非极性溶剂中。选择性迁移的另一个有趣例子是苯甲酸, 苯甲酸在乙酸乙酯和乙腈提取物中得到鉴定, 但未在乙醇基食品模拟物和己烷中得到鉴定。苯甲酸用作食品防腐剂E210-E213。最后, 仅在乙酸乙酯和乙醇-水提取物中鉴定出1,2,3,10b-四氢蒽, 证实转移的不同模式。

图3: 在微波解冻期间暴露于塑料薄膜的碎牛肉 (红线) 与对照 (未暴露的) 碎牛肉 (绿线) 样品中鉴定的二苯甲酮。x轴代表GC保留时间, y轴代表m/z为182的丰度。



总而言之, 在提取的化合物中鉴定出多类化学物质: 用作润滑剂的烷基萘; 多环芳烃 (PAH), 其中包括美国国家环境保护局 (EPA) 优先控制污染物名单上的PAH; 增塑剂、聚合物添加剂、UV过滤剂、调味剂和香料、表面活性剂、粘合剂、热降解产品和多氯联苯 (PCB)。

## 烷基萘

于萃取物中鉴定出几种烷基萘（表2）。这些化合物在包括塑料薄膜制造业在内的许多临床应用中用作润滑剂。先前已有关于塑料奶瓶（9）和食品接触纸（4）中的烷基萘迁移至食品模拟物和有机溶剂中的报告。烷基萘中的2,6-二异丙基萘为他人（4,9-11）所报告的最常发现于食品接触材料中浸出的化合物。有趣的是，这种化学物质作为植物生长调节剂用于制造农药。当于农药残留分析中使用塑料实验室器皿时，在空白试剂中经常检测到2,6-二异丙基萘。

## PAH

另一类萃取物质为PAH，共鉴定出11种化合物：萘、苊、芴、菲、氧芴、9,10-二氢菲、1H-苯基烯、1,2,3,4-四氢-4-甲基-4-苯酚、1,4-二氢-1,4-乙炔萘、1,2,3,10-四氢荧蒽，以及5,10-二氢茚并[2,1-a]茚。萘、苊、芴和菲均被列入美国环境样品中常见的优先PAH列表，但并未列入欧盟基于毒性的优先列表（12）。在对这四种PAH自食品接触纸中定量迁移的研究中并未发现苊，而菲的测定水平最高，其次为芴和萘（4）。另一方面，萘为自各种食品接触材料中迁移至食品模拟物、食物或有机溶剂中最常见的化合物。例如，据报告，低密度聚乙烯（LDPE）瓶所含乳饮料中存在萘，且其迁移含量随储存时间与乳汁含量增加而增加（13）。类似地，发现萘亦能自聚丙烯、聚酰胺与硅树脂（9，11）所制成的奶瓶中迁移至食品模拟物中。

## 增塑剂

正如预期那样，在薄膜萃取物中鉴定出包括己二酸和邻苯二甲酸酯在内的各种增塑剂。将增塑剂添加至塑料材料（包括拉伸薄膜）中的聚合物中以获得所需性能，例如拉伸、弹性和耐久性。根据对食品包装薄膜的迁移研究，增塑剂占薄膜的3-10%（w/w）（8）。最常见的增塑剂为邻苯二甲酸盐和己二酸化合物。增塑剂的迁移

通常发生在其与食物直接接触时，且在食物脂肪较高及温度上升时增塑剂的迁移量更大（14）。最值得注意的是已鉴定出己二酸基增塑剂为己二酸二异辛酯和己二酸二（2-乙基己基）乙酯（DEHA）。两者均经美国FDA批准作为间接添加剂（15）用于食品接触物质，其中DEHA仅经批准作为粘合剂的一种成分。在萃取物中亦鉴定出五种己二酸酯。邻苯二甲酸二

乙酯和邻苯二甲酸二丁酯为常用增塑剂，且均包含于美国FDA的食品接触物质间接添加剂中。邻苯二甲酸二丁酯在欧盟中受禁止用于化妆品，并于欧盟及美国受限制用于儿童玩具。在一项关于加拿大食品中常见增塑剂（包括DEHA和邻苯二甲酸二乙酯以及邻苯二甲酸二丁酯）的研究中，在保鲜膜和袋装奶酪、牛肉、猪肉、鸡肉及鱼样品中仅检测出



## Peak Genius XE——可置于实验桌下的氮气发生器

Peak Genius XE系列氮气发生器助您提高实验室工作效率

Peak有着几十年实验室气体发生技术的创新经验，最新的Genius XE氮气发生器定义了发生器性能的新高度。随着实验室设备灵敏度及效率的不断提高，实验室对气体的要求也越来越高，Genius XE采用最先进的MSP和创新的ECO技术，为用户提供可靠的高品质氮气。

[www.peakscientific.cn](http://www.peakscientific.cn)

您身边的气体发生器专家

DEHA (16)。类似地, 据报告, DEHA自食品级薄膜中迁移至奶酪样品中 (17)。还检测到邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二乙酯自食品接触纸 (4) 中浸出, 且邻苯二甲酸二乙酯自聚丙烯奶瓶 (9) 中浸出。

### 香料与调味剂

自萃取物中鉴定出几种香料和调味添加剂。例如, 柳酸己酯是一种食品添加剂调味剂 (欧盟食品改良剂), 也是一种芳香剂。其还广泛用于个人护理产品、洗衣及洗碗以及空气清新与清洁产品。雪松醇为调味剂及食品添加剂 (欧盟食品改良剂); 在硅树脂奶瓶 (9) 的浸出液中检测出这种物质。另一种调味剂为二苯甲酮, 经欧盟批准作为食品添加剂。此外, 其亦用于粘合剂和密封剂、涂料、油墨、调色剂及着色剂产品以及个人护理产品。

佳乐麝香在许多消费品 (包括清洁、洗衣与洗碗产品、个人护理产品及塑料制品) 中用作香料。在德国的消费后塑料类包装废弃物中鉴定出佳乐麝香 (18), 但令人惊讶的是此为唯一一项报告其出现的研究。

### 紫外线吸收剂

在薄膜萃取物中鉴定出两种常见紫外线吸收剂: 水杨酸异辛酯 (水杨酸辛酯) 与胡莫柳酯。两者均广泛用于防晒霜及防晒用化妆品。塑料薄膜中已添加许多紫外线吸收剂以防止日晒; 例如氧苯酮, 其经美国FDA批准作为间接食品添加剂。

塑料与聚合物添加剂: 已鉴定出几种塑料与聚合物添加剂, 包括六氟双酚A、2,4,7,9-四甲基-5-十二烷-4,7-二醇 (TMDD)、脱氢枞酸甲酯和2,4-三甲基-1,3-戊二醇二异丁酸酯 (TXIB) 等塑料与聚合物添加剂。六氟双酚A亦称为双酚AF (BPAF), 可作为双酚A的替代品, 并用于聚合物和合成橡胶等方面的工业应用。TMDD用作非离子表面活性剂、粘合剂何塑料添加剂, 且为经美国FDA批准的间接食品添加剂。

TMDD的发现源于其于印刷油墨、油漆与再生纸中的使用, 且记录中表示曾于德国的废水与河水中 (19) 发现该物质, 但于食品中并无报告发现。2,4-三甲基-1,3-戊二醇二异丁酸酯 (TXIB) 是一种低粘度增塑剂, 也是一种经美国FDA批准的间接添加剂。关于TXIB自塑料奶瓶中迁移的报告已于先前发表 (9, 11)。

### 直链烷基苯

在萃取物中鉴定出六种直链烷基苯 (LAB) (表2, #60-65)。直链烷基苯用于生产家用洗涤剂表面活性剂的直链烷基苯磺酸盐, 并经认为是与污水污染相关的人类活动指标。直链烷基苯具有高脂水分配系数 (7-10), 且据报告其曾出现在环境样品 (20)。

### PCB

五种多氯联苯同类物的发现 (图2) 出人意料。鉴定出的多氯联苯含有两或三种氯。环境与生物样品 (例如沉淀物或组织) 中的典型PCB剖面含有30至50种氯化程度更高的同类物。由于PCB对人类及动物均具有致癌性, 因此美国于1979年禁止使用该物质 (21)。然而PCB因其持久性仍在环境中普遍存在。PCB暴露对人类健康造成的风险得到积极监测, 例如通过游钓鱼消费调查。我们猜想此次实验中鉴定出的PCB为薄膜制造过程中产生的副产品。最近的一项研究发现, 在油漆颜料 (22) 中的50种PCB同类物的大多数丰度中检测出含一个或两个氯原子的PCB (通常用于包括塑料在内的几种产品)。薄膜萃取物中PCB的发现表明, 应进一步调查其来源。

### 其他

我们认为, 所鉴定的化合物10,18-bisnorabieta-8,11,13-triene和13-isopropylpodocarpa-8,11,13-trien-19-al (一种多环芳烃菲衍生物) 基于其与1-methyl-10,18-bisnorabieta-8,11,13-triene (经鉴定为一种于食品包装粘合剂热降解过程中形成的中间化合物) 的结构相似性可能为热降解产物 (5)。此外, 萃取物中亦鉴定出苯基/联苯基/二苯基化合物。

### 碎牛肉暴露

在对从塑料薄膜迁移到牛肉样品的化学物质鉴定数据进行分析的同时, 我们在解冻和微波暴露样品中分别鉴定出实际面积比对照面积大三倍的182个和102个色谱峰。一些初步鉴定的化学物质包括先前已在薄膜萃取物中发现的二苯甲酮 (图3) 和2,4,7,9-四甲基-5-癸炔-4,7-二醇。后者为经FDA批准的间接添加剂。有趣的是, 在暴露的牛肉样品中初步鉴定出的两种化合物并未在薄膜萃取物中发现: 用于制造聚合物的1,2,3,4-四氢-1,1,6-三甲基萘与可生物降解洗涤剂前体1-苯基-5-甲基庚烷。这一发现可能是由于引入了两个附加变量, 即微波加热与牛肉脂肪含量。类似地, 据报告食品包装聚合物中的抗氧化剂Irganox 1076自塑料至食品与食品模拟物的迁移程度随着温度和脂肪含量的增加而增加 (23)。这一发现表明应于受控条件下尽可能研究迁移至真实食物样品中的重要性。

### 结论

我们已于本研究中初步鉴定并表征进入FDA食品模拟物与有机溶剂的自食品包装塑料拉伸薄膜中萃取的化学物质: 己烷、乙酸乙酯与乙腈。基于≥70%标准NIST质谱库匹配相似度的GC×GC TOF-MS分析及质谱匹配的人工审查用于鉴定。对不同萃取溶剂的比较致使于乙酸乙酯中鉴定出91种化合物, 且于乙腈和己烷中鉴定出74种化合物, 以及于乙醇-水萃取物中鉴定出64种化合物, 而一些化合物相对于其他化合物显示出选择性迁移至一些溶剂中的现象。

总体而言，已于所萃取化合物中鉴定出几类化学物质：用作润滑剂的烷基萘；多环芳烃（包括于美国EPA优先控制污染物名单上的PAH）；常用增塑剂、聚合物添加剂、紫外线吸收剂、调味剂与香料、表面活性剂、粘合剂、热降解产品以及低氯化多氯联苯。于我们的研究中初步鉴定出的几种化合物先前并无经早期研究报告有自塑料材料迁移的行为，这可能归因于所研究塑料薄膜的特殊性。未来的研究应侧重于定量迁移，以估计迁移至食品模拟物和真实食品中的化学物质数量，从而为风险评估提供数据。

### 参考文献

1. L.W. McKeen, 塑料食品包装膜, S. Ebnesajjad, Ed. (英国牛津William Andrew出版社, 2013), pp. 1–15.
2. B. Li, Z.W. Wang, Q.B. Lin, C.Y. Hu, Q.Z. Su和Y.M. Wu, 色谱科学杂志 **53**, 1026–1035 (2015).
3. M.A. Lago 和 L.K. Ackerman, 食品添加剂和污染物A部分 **33**, 518–529 (2016).
4. A. Vavrouš, L. Vápenka, J. Sosnovcová, K. Kejlová, K. Vrbík和D. Jírová, 食品控制 **60**, 221–229 (2016).
5. C. Nerin, P. Alfaro, M. Aznar和C. Domeno, 分析化学学报 **775**, 14–24 (2013).
6. C. Bignardi, A. Cavazza, C. Corradini和 P. Salvadeo, 色谱杂志A辑 **1372**, 133–144 (2014).
7. M.J. Martínez-Bueno, M.D. Hernando, S. Ucles, L. Rajska, S. Cimmino和A.R. Fernandez-Alba, 塔兰塔 **172**, 68–77 (2017).
8. M. Bonini, E. Errani, G. Zerbinati, E. Ferri和S. Girotti, 微量化学杂志 **90**, 31–36 (2008).
9. M. Onghena, E. van Hoeck, P. Vervliet, M.L. Scippo, C. Simon, J. van Loco和 A. Covaci, 食品添加剂和污染物A部分 **31**, 2090–2102 (2014).
10. M. Boccacci Mariani, E. Chiacchierini和C. Gesumundo, 食品添加剂和污染物 **16**, 207–213 (1999).
11. C. Simoneau, L. Van den Eede和S. Valzacchi, 食品添加剂和污染物A部分 **29**, 469–480 (2012).
12. 应欧洲委员会就食物中的多环芳烃提出的要求, 关于食物链污染问题小组的科学意见, 欧洲食品安全署杂志 **724**, 1–114 (2008).
13. O.W. Lau 和 S.K. Wong, 色谱杂志A辑 **882**, 255–270 (2000).
14. I.S. Arvanitoyannis 和 L. Bosnea, 食品科学评论 **44**, 63–76 (2004).
15. 美国食品药品监督管理局. 用于食品接触物质的间接添加剂. <https://www.accessdata.fda.gov/scripts/fdc/?set=IndirectAdditives> 2018年5月11日访问.
16. X.L. Cao, W. Zhao, R. Churchill和C. Hilts, 食品防护杂志 **77**, 610–620 (2014).
17. A.E. Goulas, K.I. Anifantaki, D.G. Kolioulis和M.G. Kontominas, 乳业科学杂志 **83**, 1712–1718 (2000).
18. M. Strangl, T. Fell, M. Schlummer, A. Maeurer和A. Buettner, 分离科学杂志 **40**, 1500–1507 (2017).
19. A.A. Guedez 和 W. Püttmann, 全环境科学 **468–469**, 671–676 (2014).
20. K.O. Isobe, M.P. Zakaria, N.H. Chiem, L.Y. Minh, M. Prudente, R. Boonyatumanond, M. Saha, S. Sarkar和H. Takada, 水研究 **38**, 2449–2459 (2004).
21. PCB对健康的影响. 美国国家环境保护局. 2013年6月13日. [https://en.wikipedia.org/wiki/Polychlorinated\\_biphenyl](https://en.wikipedia.org/wiki/Polychlorinated_biphenyl)
22. D.F. Hu 和 K.C. Hornbuckle, 环境科学与技术 **44**, 2822–2827 (2010).
23. G. Beldi, S. Pastorelli, F. Franchini 和 C. Simoneau, 食品添加剂和污染物A部分 **29**, 836–845 (2012).

**Yelena Sapozhnikova** 于美国宾夕法尼亚州温德穆尔的美国农业部农业研究局工作。直接通信邮箱: [yelena.sapozhnikova@usda.gov](mailto:yelena.sapozhnikova@usda.gov)

**Eunha Hoh** 于美国圣地亚哥州立大学公共卫生学院处工作。

## LC|GC's CHROMacademy

powered by [crawfordscientific](http://crawfordscientific.com)

Become the lab expert with our interactive  
**HPLC Troubleshooter**

Get answers fast. Reduce downtime. Increase efficiency.



Try it now for FREE @

[www.chromacademy.com/hplc\\_troubleshooting.html](http://www.chromacademy.com/hplc_troubleshooting.html)

For more information contact:

Glen Murry: +1 732.346.3056 | [GMurry@mmhgroup.com](mailto:GMurry@mmhgroup.com)

Peter Romillo: +1 732.346.3074 | [PRomillo@mmhgroup.com](mailto:PRomillo@mmhgroup.com)

Jacqueline Robertson: +44 (0)1357 522961 | [jacqueline@crawfordscientific.com](mailto:jacqueline@crawfordscientific.com)

# 反相液相色谱与水

## 第一部分：多少是过量？

Dwight R. Stoll, LC故障排查编辑

何时可以使用反相固定相的完全水性洗脱液，出错时会发生什么事情？

反相液相色谱法是一种非常强大的分离模式，且其适用于自小有机酸分离到150 kDa蛋白质的广泛应用。然而，反相分离具有局限性且其中最大的一个局限性为对高度水溶性（即亲水性）化合物的低保留性。了解反相分离的一般趋势，即保留率随着洗脱液中水的比例增加而上升，以及遇到对分析物影响而言保留率太低的情况促使我们使用含水量愈发高的洗脱液。由此，此处引出一个问题，“多少水才算太多？”跳至本文结尾，简短回答便是“视情况而定”。

在某些情况下使用完全水性洗脱液（即不含如甲醇或乙腈等有机溶剂）可能是完全可以接受的情况，且事实上其亦可提供非常实用的高亲水性分子分离。在其他情况下，完全水性洗脱液可能导致一些反相色谱填料以非理想方式运行，因此应避免使用。无论如何，这并不是一个新的话题（1, 2），但我们处理此类情况的选项是不断变化的。我们有必要在色谱柱制造商引入新的固定相化学物质及粒子形态时，花些时间更新我们对该主题的观点，以及通过基础研究提高对色谱柱内部发生情况的理解。

在本主题第一部分中，本人将回顾高度水性洗脱液中反相分离的重要基本概念，总结我们对色谱柱内部发生情况的理解的研究进展，并提供不良色谱柱特性和潜在补救措施的示例。

### 水性洗脱液反相分离的基本概念

自液相色谱早期便已观察到，于完全水性洗脱液中操作典型的C18型反相柱会导致保留时间的逐渐或突然减少（3）。至少几十年内的流行观点似乎为，观察到的保留时间减少是由于自高度伸展链（即垂直于基底表面）至铺于自身的链（即平行于表面）于水性洗脱液中键合至粒子衬底上的C18链构象的变化。后一种状态通常称为“相空间塌缩”（1-3）。这些观察亦引出这样一种观点，即在完全水性洗脱液中操作反相柱通常是一个非常糟糕的观点，以至于此观点致使五年前Ron Majors将其列入其所提出的LC十大误区（4）。但大约在20世纪90年代后期，实验证据导致许多小组接受保留时间减少并非由于固定相“去湿”的观点（5）。具体而言，该观点为与疏水表面接触的水性洗脱液的高表面张力导致洗脱液自固定相粒子的孔隙中挤出。

如果粒子的孔隙中并无液体，这将有效减少柱总体积（即柱内流动相的体积， $V_m$ ）以及易进入分析物的固定相的体积。事实上，自富含有机物的洗脱液切换至完全水性洗脱液时，C18型相的 $V_m$ 显著下降且此类下降与所观察分析物影响的保留率下降相关（3, 6）。洗脱液在实际分离条件下的挤出程度取决于多种因素，包括粒子孔径、固定相化学、柱温与操作压力（我们可通过最后一个因素假定去湿取决于粒子尺寸与流速）。十多年来，Siepmann、Schure和同事们一直在使用蒙特卡罗分子模拟来研究流动相和固定相的微观细节，以便更好地理解反相分离的工作方式（7）。此类研究结果为实验工作提供了补充，并提供实验不易获得的见解。

# The FFF - MALS Platform

Next Level Nano, Bio and Polymer Analysis



POSTNOVA

**NEW  
Electrical Asymmetrical  
Flow FFF Option!**

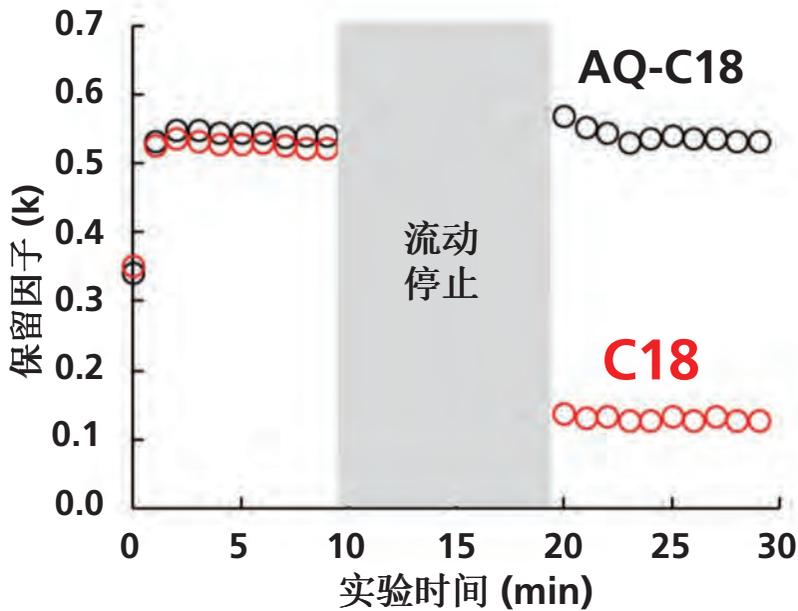


NovaFFF Software

MALS	DLS	UV	RI	ICP-MS

Contact us for more information: [www.postnova.com](http://www.postnova.com)

图1: 在停止流动10分钟前后的尿嘧啶保留因子。色谱条件: 色谱柱, HALO AQ-C18 (黑点)或HALO C18 (红点) (两者均取自Advanced Materials Technology, Inc.), 50 mm × 2.1 mm, 2.7μm表面多孔颗粒; 洗脱液, 10 mM磷酸水溶液; 流速, 0.40 mL/min; 温度, 40℃。使用作为死亡时间标记的硫脲来计算保留因子, 且每分钟注射一次硫脲和尿嘧啶分析物混合物。



在若干主题中, 他们已解决在水性洗脱液中反相固定相会发生什么问题。他们发现模拟结果支持这样一种观点, 即其观察到的保留因子下降的情况一定是由于颗粒孔中洗脱液的损失所导致的, 而非固定相链自身的物理崩溃所导致的(8)。

最常用杨氏方程和拉普拉斯方程将不同色谱变量对去湿现象的影响合理化(1, 5, 6, 9)。该方程(如方程1中所示(10))提供了迫使液体进入毛细管所需的压力(P)、该液体在毛细管内表面上的接触角( $\theta$ )、该液体的表面张力( $\gamma$ )和毛细管半径( $r$ )之间的关系:

$$P = \frac{-2\gamma\cos\theta}{r} \quad [1]$$

由于水位在疏水表面(如C18改性二氧化硅)上的接触角大于 $90^\circ$ , 因此需要一个正压来迫使水进入颗粒的孔隙。在现代液相色谱分离的典型条件下, 推动洗脱液通过颗粒床所需的压力将超过在沿柱长的大多数点上推动洗脱液进入颗粒孔所需的压力。但当停止流动时(例如, 如果不彻夜运作液相色谱), 水性洗脱液可自发地从疏水固定相颗粒的孔中挤出, 且下次使用色谱柱时, 保留行为将会非常不同。拥有此框架, 我们可考虑不同的色谱变量将如何影响这种行为。随着固定相疏水性降低, 水的接触角将减小。当该角度小于 $90^\circ$ 时, 方程1所示的压力变为负, 这意味着洗脱液将会自发地吸入颗粒的孔中。在色谱仪中, 我们将其称之为孔的“润湿”。方程1还表明, 随着孔径的减小, 迫使洗脱液进入孔中所需的压力增加, 颗粒孔径应该发挥作用(即通过 $r$ )。

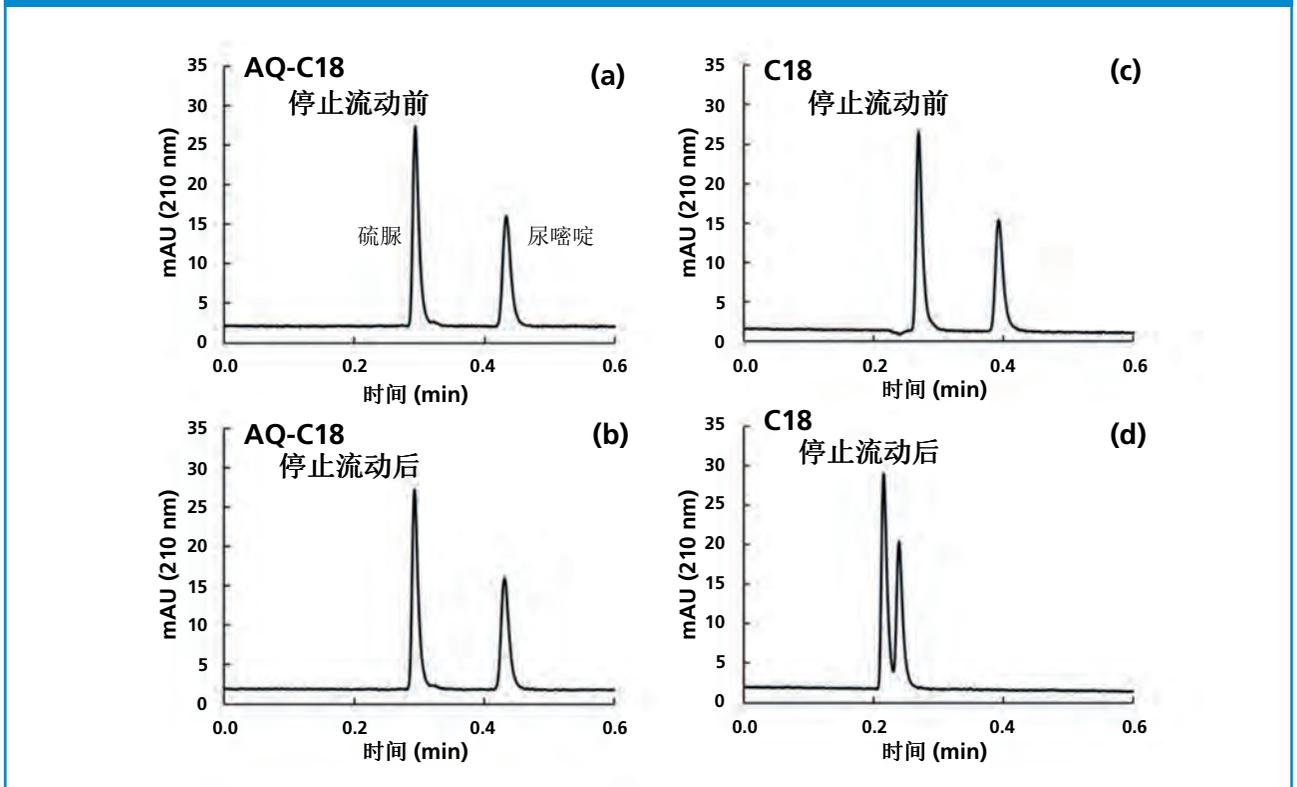
虽然Washburn方程为思考此类参数的影响提供了一个有用的框架, 但色谱颗粒的孔隙无论如何均不理想。孔结构本身是异质的, 直径和形状分布不均, 且该孔表面的化学性质为局部异质的, 具有一些未结合的硅烷醇位点、固定相配体(例如C18)和封端官能团(例如三甲基硅烷基)。因此, 我们期待从实验结果中确定“多少为过量?”这一问题的答案色谱文献提供了有用的数据, 即使结果无法准确地转移至特定的感兴趣的条件下, 但至少可以确定趋势。例如, Bidlingmeyer与Broske展示的结果已表明颗粒孔径、固定相化学和柱温对水性洗脱液中去湿程度的影响(11)。他们发现, 对于一种C18固定相, 其孔径为 $80 \text{ \AA}$ 的颗粒存在80%的保留损失, 但直径为 $150 \text{ \AA}$ 且固定相相同的颗粒, 无明显的固位损失。另一方面, 他们发现苯基型固定相的保

# Decade Elite

电化学检测器适用于任何(U)HPLC系统



图2: 停止流动前后硫脲和尿嘧啶分析物混合物的代表性色谱图。条件与图1相同。(a) 停止流动前的AQ-C18, (b) 停止流动后的AQ-C18, (c) 停止流动前的C18, (d) 停止流动后的C18。



留损失很小, 甚至对于80 Å孔的颗粒亦是如此。Walter及其同事观察到了类似的趋势, 且还描述了保留损失对固定相结合密度、洗脱液中甲醇浓度以及使用柱后限流器增加柱内压力的依赖结果(5)。

### 去湿测试及一些补救措施

评估反相固定相在特定条件下是否易去湿的一个好方法是: 首先在固定相高度溶剂化或完全润湿的条件下平衡色谱柱。就大多数反相固定相而言, 这可能是含高甲醇或乙腈的洗脱液。以适度的流速冲洗色谱柱, 相当于约20倍色谱柱容积的冲洗时间应该足够。然后, 切换至水性洗脱液(或任何对当前应用有用的洗脱液), 在此类条件下开始注射具有合理保留的两种或三种探针化合物的混合物, 并监测色谱柱处于平衡状态时其保留因子(k)的变化。我们可以先等待20

个柱容积通过后再注射测试样品, 但如果我们立即开始注入, 我们亦可了解到当从富含有机物的洗脱液切换至水性洗脱液时, 柱平衡的速度有多快。一旦保留因子在初始平衡步骤后保持稳定, 关闭流动, 等待10分钟, 然后重新打开流动, 并开始再次注射测试混合物。如果停止流动前后的保留因子之间存在显著差异, 则在此类条件下, 去湿可能是一个严重的问题。根据系统中柱后流动的限制, 保留因子每天会发生变化, 且峰形可能会恶化并变得可变。

图1和图2显示了此类测试的代表性结果, 该测试是用两个非常相似的C18型固定相进行的(也就是说, 它们使用相同的碱式二氧化硅), 但其中一个(AQ-C18)设计在高度水性洗脱液中使用。换言之, 将AQ-C18设计成可用于避免完全水性洗脱液中的去湿现象。图1显示在完全水性洗脱液中的

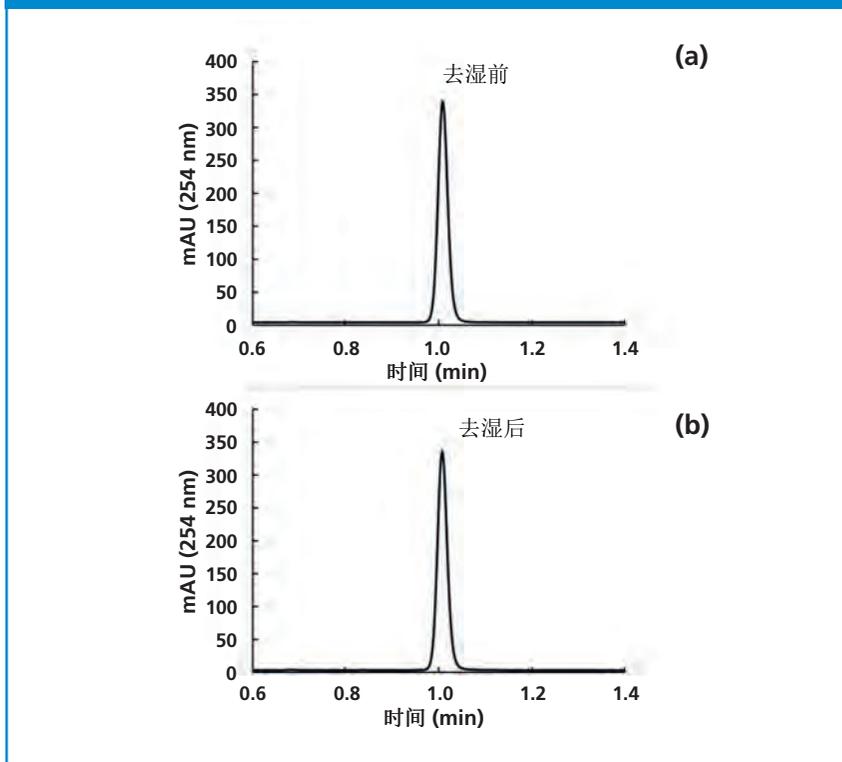
这两个柱上用尿嘧啶测得的保留因子, 在停止流动10分钟前后, 每分钟注射一次样品。第一次注射时, 因为色谱柱并未从50:50的有机水冲洗溶剂平衡至完全水性洗脱液, 所以其保留因子略低于其余点。平衡后, 在两相上尿嘧啶的保留非常相似。

在关闭该流10分钟后, 我们观察到这两相的行为非常不同。就AQ C18而言, 尿嘧啶的保留因子无统计学上的显著变化。另一方面, 在C18柱上尿嘧啶的保留因子减少约75%。

停止流动前后两个色谱柱的代表性色谱图如图2所示。如预期一样，无法区分AQ-C18色谱柱的色谱图。但在C18色谱柱的色谱图中，我们发现尿嘧啶的保留因子不仅发生了变化，而且测得的死亡时间减少23%。这与上述讨论的观点一致，即当发生去湿时，洗脱液从固定相颗粒的孔中挤出，有效地减少了柱的死体积。

好消息是，反相色谱柱的去湿不一定意味着“判予死刑”。如同回收在储存期间干燥的柱的情况（12）一样，可用几个柱容积富含有机物的洗脱液冲洗来回收已去湿的柱。图3显示在图1和2中总结的去湿实验前后获得的分析物丁二酮的色谱图的比较。在该情况下，简单地以0.4 mL/min的速度将50:50乙腈-水泵送入色谱柱中5分钟（色谱柱上的压降约为100 bar）便足以将色谱柱的保留因子和峰形恢复至“类似新”的状态。

图3：使用C18（a）在去湿实验之前和（b）在去湿实验之后的数据来比较在50:50乙腈-10mM磷酸水溶液中获得的分析物丁二酮的色谱图。所有其他条件与图1相同。







- Dextran
- PEG
- PEO
- PMMA
- Polystyrene
- Polystyrene (High Temp)
- Pullulan

## When Standard means Superior

# GPC/SEC ReadyCal Calibration Kits



**PERFECT  
SEPARATION SOLUTIONS**  
[www.pss-polymer.com](http://www.pss-polymer.com)

## 总结

在这一期的“LC故障排查”中，本人已说明了反相色谱中称为“去湿”的现象。本人已讨论并解释该情况发生的原因和时间的基本原则，因此可在方法开发过程中将其用作指南。由于去湿程度取决于许多因素（包括颗粒孔径、固定相化学和操作条件），因此如果去湿与含有少于5%有机溶剂的洗脱液共同使用，则在涉及烷基键合相（例如C8或C18）的应用方法开发过程中，最好使用停流测试去湿程度。这一部分在等度条件（即使用具有反相固定相的完全水性洗脱液）下受到限制。在以后的文章中，本人将讨论使用溶剂梯度洗脱液对此类高度水性洗脱液的影响。

## 鸣谢

本人特此感谢高级材料技术的Stephanie Schuster博士提供了本工作中所使用的色谱柱，并感谢Mark Schure博士和Richard Henry博士就去湿主题进行了有益的讨论。

## 参考文献

- (1) M. Przybyciel and R.E. Majors, *LCGC 北美* **20**, 516–523 (2002).
- (2) J.W. Dolan, *LCGC 欧洲* **21**(12), 624–627 (2008).
- (3) P. McDonald, 色谱法的发展(美国纽约 Marcel Dekker, 2003) pp. 323–375.
- (4) R.E. Majors, *LCGC 亚太地区* **16**(4), 26–32 (2013); R.E. Majors, *LCGC 欧洲* **26**(11), 630–636 (2013).
- (5) T.H. Walter, P. Iraneta and M. Capparella, *色谱法杂志A辑* **1075**, 177–183 (2005). DOI:10.1016/j.chroma.2005.04.039.
- (6) K. Nakamura, H. Nakamura, S. Saito and M. Shibukawa, *分析化学* **87**, 1180–1187 (2015). DOI:10.1021/ac503802q.
- (7) M.R. Schure, J.L. Rafferty, J.I. Siepmann and L. Zhang, *LCGC 欧洲* **27**(1), 18–27 (2014).
- (8) L. Zhang, L. Sun, J.I. Siepmann and M.R. Schure, *色谱法杂志A辑* **1079**, 127–135 (2005). DOI:10.1016/j.chroma.2005.03.124.
- (9) M. Schure, N. Devitt, R. Moran, J.M. Godinho and B. Wagner, *色谱法杂志A辑* (2019).
- (10) A.W. Adamson and A.P. Gast, *表面物理化学* (美国纽约 Wiley, 第6辑, 1997).
- (11) B.A. Bidlingmeyer and A.D. Broske, *色谱科学杂志* **42**, 100–106 (2004). DOI:10.1093/chromsci/42.2.100.
- (12) D.R. Stoll, *LCGC 欧洲* **30**(7), 352–357 (2017).

Dwight R. Stoll 是“LC故障排查”的编辑。Stoll是美国明尼苏达州圣彼得的古斯塔夫阿道夫学院教授和化学联合主席。他的研究主要是二维液相色谱在定向和非定向分析中的发展。他是60多篇同行评审论文和三篇分离科学专著章节以及100多份会议简报的作者或共同作者。他也是LCGC编辑顾问委员会成员。可直接发送邮件至：[LCGCedit@mmhgroup.com](mailto:LCGCedit@mmhgroup.com)

LC | GC's **CHROM**academy

powered by crawfordscientific



When it all goes wrong...  
you can “Ask the Expert”

Premier members can ask our  
panel of experts and get a reply  
within 24 hours.



Find out more about CHROMacademy Premier membership contact:

Glen Murry: +1 732.346.3056 | [GMurry@mmhgroup.com](mailto:GMurry@mmhgroup.com)

Peter Romillo: +1 732.346.3074 | [PRomillo@mmhgroup.com](mailto:PRomillo@mmhgroup.com)

[www.chromacademy.com](http://www.chromacademy.com)



## 新样品制备产品和附件

Douglas E. Raynie, “样品制备观点”编辑

此份自2018年3月推出的关于新产品的年度报告涵盖样品制备仪器、用品和附件。

在2018年底, LCGC编辑人员向样品制备产品供应商提交了一份调查报告。在本次综述中对此次调查的回应以及过去12个月中观察到的其他新产品介绍进行了汇编。请注意, 这是本人自1990年以来第二次未出席匹兹堡分析化学与应用光谱会议 (Pittcon), 所以在今年的综述中缺乏通常在展会期间获得的额外信息。

去年引入的新样品制备技术有些被动。用于固相萃取 (SPE) 的吸附剂和附件以及样品制备与气相色谱的多平台集成均处于领先地位。

本综述分为三个部分。首先, 我们讨论气相色谱专用的样品制备平台和附件。接下来, 介绍新型固相吸附剂和吸附剂基产品。最后, 我们介绍其他样品制备附件和支持技术。为了帮助读者了解此类新产品背后的一些细节, 均在每个部分提供相关产品的表格摘要。在所有情况下, 我们会把发现的新产品在注释表中列出, 并将相应的文本突出显示。

### 气相色谱法-特定样品制备

介绍了由Markes International开发的气相色谱多平台取样浓缩系统Centri。机器人技术和分析物采集的结合使用, 可适应多种采集模式, 其中包括吸附萃取、顶空取样、固相微萃取 (SPME) 和热解吸。Centri的HiSorb吸附提取使用在坚固

图1: 显示 (a) 用HiSorb探针进行浸入式吸附法对葡萄酒中的异味进行高分离度 (50 mL/min) 气相色谱分析。在 (b) 低分流 (5 mL/min) 底部色谱图中, 以低分流注入重新收集的样品, 以提高灵敏度 (由Markes International提供)。

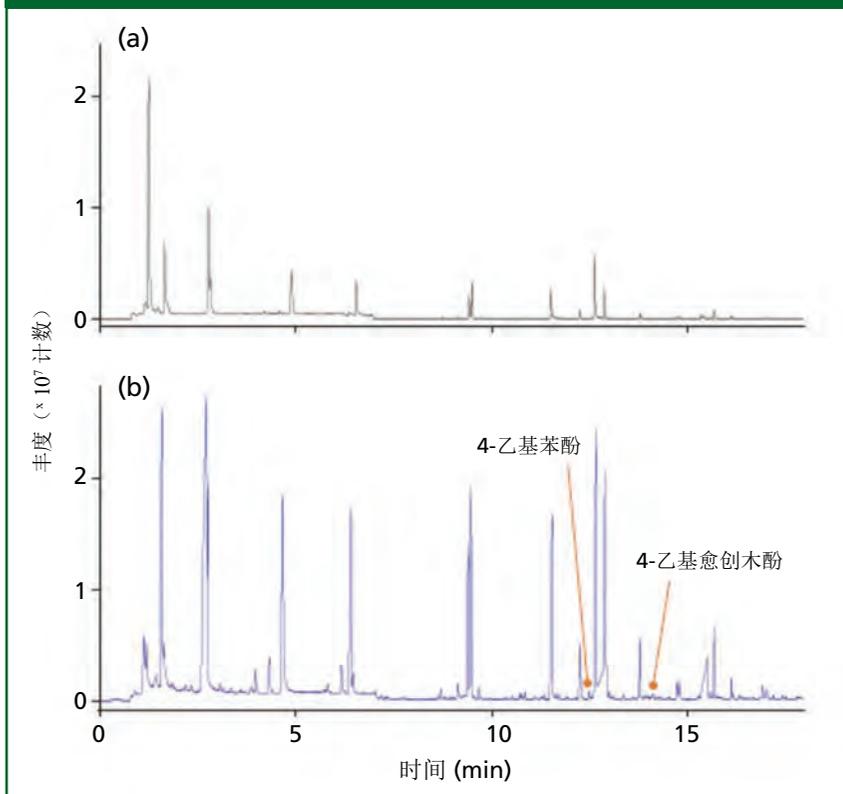


表1: 样品制备仪器

产品名称	供应商	应用	主要用途	重要特征	备注
Centri	Markes International www.markes.com	气相色谱法的多种取样模式	气相色谱取样和样品注射	增强灵敏度的再收集陷阱	冷冻剂和无溶剂操作

表2: 固相吸附剂产品

产品名称	供应商	产品类型	模式	基材	功能组	尺寸	备注
Strata-X Drug B Plus	Phenomenex	96-孔板	强阳离子	聚合物	专有	96孔, 每孔10mg或30mg	从尿液中清除基本药物滥用的样品
SiliaPrep PAH	SiliCycle Inc.	SPE 柱	双模: 反相和离子交换相	二氧化硅	专有	范围: 30 mg/1 mL-100 g/276 mL	从废水中提取多环芳烃
bioZen N-聚糖清除	Phenomenex	微溶解96孔板	样品清理	二氧化硅	专有	96-孔板	在使用液相色谱技术前清除标记的、释放的n-聚糖
β-Gone Plus β-葡萄糖醛酸酶去除	Phenomenex	96-孔板	酶净化	专有	专有	96-孔板	尿液中提取的滥用药物
SiliaFast FaPEX	SiliCycle Inc.	QuEChERS	分散固相萃取	二氧化硅	专有	7.0 × 1.5 cm	农药残留分析
Strata-X 肽筛选微量析出96-孔板	Phenomenex	微溶解96孔板	混合吸附剂: 弱阳离子交换和强阴离子交换	聚合物	离子交换	2 mg/well	小体积肽提取
BioPureSPN 石墨	Nest Group	柱, 96孔板	吸收	石墨	活性炭	20 mg、50 mg、100 mg 旋转柱和旋转板	聚糖脱盐, 磷酸肽富集
BioPureSPN HIL-PSA	Nest Group	柱, 96孔板	HILIC, 阴离子交换, ERLIC	二氧化硅	胺	20 mg、50 mg、100 mg 旋转柱和旋转板	蛋白质组分馏
HisSep套件	Nest Group	旋转柱	样品清理	专有	专有	10-50 mg 和 200-500 mg 的容量	从抗体制剂中除去组胺酸
BioPureSPN TARGA C18	Nest Group	柱, 96孔板	水可湿性反相	二氧化硅	C18	20 mg、50 mg、100 mg 旋转柱和旋转板	脱盐
不含邻苯二甲酸盐的SPE柱	Applied Separations	SPE柱	各种	各种	各种	1、3、6、12、20、35 和 60 mL	痕量分析EPA方法525.2

金属尖上大量聚二甲基硅氧烷吸附剂, 以获得顶部空间或浸入式模式下的强度和强化敏感度, 用于挥发性和半挥发性有机化合物的萃取和表征。Centri的另一个特征是重新采集陷阱。高分流可用于挥发性样品的初始气相色谱分离, 以最大限度减

少样品过载。为了得到高敏感度, 可输注更低分流比率的重新的采集样品, 如图1所示。Centri的热解吸可出现在被动采样、泵送采样、动态顶空取样或直接解析模式中。

### 固相吸附剂和产品

尽管固相萃取 (SPE) 技术足够成熟, 但各种模式的发展仍在继续, 以提高方法开发的便利性、适用范围以及各种技术形式的其他待决鉴定。今年的发展似乎比往年的发展出现更多限制, 且主要面向生物分析方面。

# Adsorbents Strong Enough to Separate a Tiger From Its Stripes.

## Woelm Adsorbents

Leading the adsorbent  
industry for over 60 years

- Alumina
- Silica
- TLC
- DCC
- HPLC
- Low-pressure chromatography
- Industrial-scale separation
- Custom variations and bulk availability
- Used in production of many blockbuster drugs
- Often imitated, never replicated



*Adsorbents for your toughest  
chromatographic separations*

**LEARN MORE**

[www.mpbio.com/adsorbents](http://www.mpbio.com/adsorbents)

MP Bio APAC

✉ [enquiry\\_ap@mpbio.com](mailto:enquiry_ap@mpbio.com)

☎ 65.6775.0008



表3: 固相萃取和样品制备配件

产品名称	供应商	应用范围	产品类型	建议用途	备注
BioChromato 间隙式孔板密封	BioChromato	生物分析	96-孔板盖	配合96孔板自动处理使用	PET和硅酮结构可防止溶剂挥发
Presston 1000 正压歧管	Phenomenex	固相萃取	SPE 歧管	SPE和类似萃取形式的96孔板加工	用于一致的孔对孔样品加工的全气动正压力歧管
EZpress 144 EXP 正压固相萃取装置	Orochem Technologies	固相萃取	SPE 歧管	SPE和类似萃取形式的96孔板加工	可在不同的三个区域加工成48、96或144个柱
EZpress 96 EXP 正压固相萃取装置	Orochem Technologies	固相萃取	SPE 歧管	SPE和类似萃取形式的96孔板加工	可在不同的三个区域加工成48或96个柱
EquaVap	Analytical Sales & Service	生物分析	孔板蒸发器	24-、48-、54-和 96-孔板	所有孔之间的干燥时间相等且一致
智能蒸发器	BioChromato	样品浓度	溶剂蒸发	少量溶剂蒸发	适用于高沸点溶剂的专利技术
Pulverisette 11 刀式搅拌捣磨仪	Fritsch Milling and Sizing	粒度缩小	刀式搅拌捣磨仪	样品类型范围: 湿润、油性、多脂肪、干燥和纤维状	可以混合、均质化和SOP
Vial 离心机	MicroSolv Technology	层析样品	离心机	少量GC、LC和其他样品的离心分离	配合 12 × 32 mm 样品瓶使用
Milli-Q IQ 7003/05/10/15	MilliporeSigma	液相色谱	水净化	高纯度LC流动相的制备	紧凑型设计、无汞UV技术、更加精确总有机碳测量
SolvFil 1000 尼龙瓶顶溶剂过滤器	Chrom-Supply	流动相过滤	溶剂过滤	流动相制备	设计可防止倾析期间吸入的氧气中出现溶剂
MicroLiter Certified ULTRAPure Septa	Wheaton	自动抽样仪 样品瓶盖	11-mm 卷曲盖	层析样品	多个注射器穿透。极少的硅氧烷污染

Phenomenex、SiliCycle和Nest 均引进了一系列新的吸附剂。表2中指出基于新吸附剂系列的产品说明。主要开发Strata-X系列的Phenomenex开发了Strata-X Drug B Plus、bioZen N-聚糖清

除、β-Gone Plus β-葡萄糖醛酸酶去除和Strata-X肽筛选微量析出96孔板产品。这些产品的交易集中在滥用药物或酶水解的分析中。每种酶水解产品均为微量析出96孔板形式，可在孔内水解和过滤。萃取物

比稀释后样品更干净，洗脱物数量少且分析时间更短。同时，SiliCycle系列产品专为环境市场而开发。SiliaFast FaPEX是一种加强QuEChERS型柱，可通过比传统方式更快的方法来测

定各种农药残留物。SiliaPrep PAH采用专有封端，不规则二氧化硅为40–63 $\mu\text{m}$ ，60 $\text{\AA}$ ，500 $\text{m}^2/\text{g}$  13% $\text{C}$ ，pH范围为2.0–10.0。这种精确的二氧化硅提供散装、SPE柱和快速色谱柱形式。

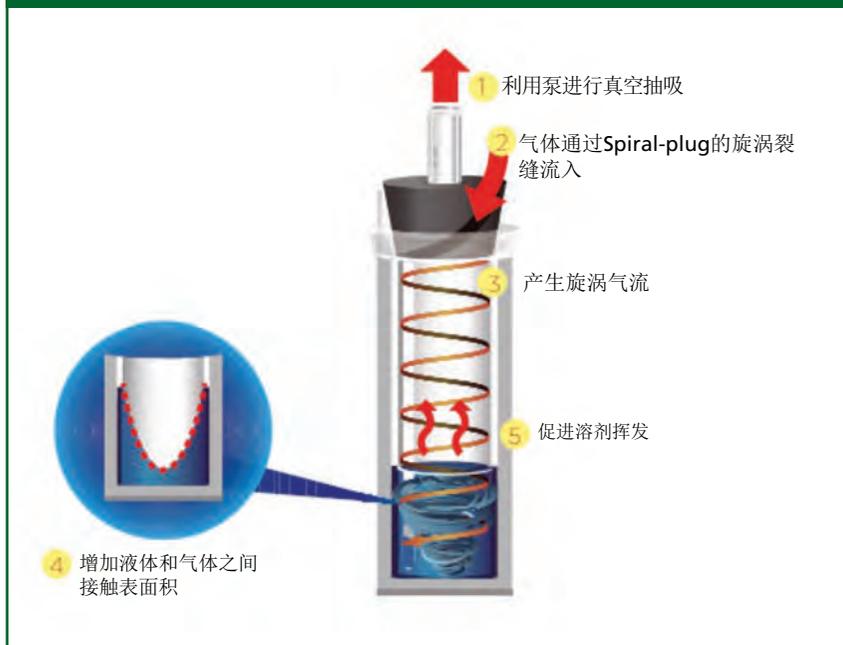
Nest Group提供的产品适用于 $\mu\text{-spin}$ 柱或96孔板。脱盐作用是这些产品的一个特点，且用于蛋白质组分离的产品（BioPureSPN HIL-PSA）为二维分析提供无盐的第一维，还可获得多聚磷酸化酶肽。HisSep套件可用于在聚丙烯酰胺凝胶电泳前，从抗体制剂中去除组胺酸，容量为20–50 $\mu\text{L}$ 或75–150 $\mu\text{L}$ 。水可湿性反相产品（BioPureSPN TARGA C18）可以承载100%的水以除去聚糖和磷酸肽的盐分。尽管尚未研发出新式吸附剂的相位或化学作用，但Applied Separations已推出一种不含邻苯二甲酸盐的SPE柱，该柱有多种尺寸，可填充任何吸附剂。针对使用96孔板的情况，BioChromato提供BioChromato Slit Seal孔板密封，其特点是三层聚乙烯对苯二甲酸酯和硅树脂结构，便于注射器穿透和防止溶剂蒸发。

SPE加工的恒定正压力歧管是Phenomenex和Orochem的主题产品。使用正压力代替真空歧管，实现歧管中每一位置恒定流量。Phenomenex的Presston 1000歧管具有高低压表，可用于各种压力条件中。将Orochem EZpress开发成为两种产品，最多可容纳96或144个一毫升的柱，在两个或三个区域中进行加工。

### 样品制备配件和相关的产品

表3中总结了样品制备配件（含前面所讨论的配件）。去年引入了两套新的溶剂蒸发系统。Analytical Sales&Services的EquaVap系列可执行24、48、54和96孔板的溶剂蒸发。排污蒸发器配有一个内部流量均衡器，可使所有针型端口均衡输出。BioChromato智能蒸发器可容纳单一样品或不多于10个

图2：专利真空辅助旋涡浓缩技术配合BioChromato智能蒸发器使用的图解（由BioChromato提供）。



样品瓶。Spiral Plug专利技术可实现二甲基亚砆、二甲基甲酰胺和其他高沸点溶剂的蒸发，方法是將溶剂置于大气压力下的真空漩涡中以消除冲击。该项技术的图解见图2。

其他样品制备配件涉及多个领域。Fritsch引入Pulverisette 11刀式搅拌捣磨仪，可用于多种样品类型，范围为从湿润、油性和多脂肪样品至干燥和纤维状样品。MicroSolv Technology的样品瓶离心机用于与层析法相关的少量样品。MilliporeSigma的下一代Milli-Q系统（IQ 7003/05/1015）包括在占地面积小于以往超高纯度水净化器的系统中，去除胶体、微粒、离子和游离氯、反渗透、UV细菌灭活和UV氧化。在制备流动相时，可从Chrom-Supply中得到一种大型薄膜溶剂过滤装置，SolvFil 1000尼龙瓶顶溶剂过滤器。下一代的Wheaton样品瓶盖（由Microliter认证的UltraPure septa）可实现多个注射器穿透，且硅氧烷的转移最少，以延缓样品蒸发。

### 结论与未来方向

去年出现的趋势（如有）似乎面向生物分析，特别是通过SPE技术的趋势。问题是，未来几年的趋势是否针对食品、环境和相关分析的工具开发或问题解决。

“样品制备观点”编辑 Douglas E. Raynie 是美国南达科他州立大学系主任兼副教授。他的研究方向包括绿色化学、替代溶剂、样品制备、高解析度层析法和超临界流体中生物处理。1990年，在Milton L.Lee的指导下，Raynie在杨百翰大学取得博士学位。Raynie是LCGC的编辑顾问委员会成员。有关本专栏的信函，直接发送邮件至LCGCedit@mmhgroup.com

## 环保的药物分析

LCGC亚太地区与MSD的代表Yong Liu和Adam Socia交流了在医药领域实施绿色色谱法的成本效益优势、解析方法容量强度（AMVI）的重要性，以及减少溶剂消耗和取代有害溶剂的有效方法，其中包括超临界流体层析法（SFC）、快速层析法和“cocktail层析法”。

Alasdair Matheson（LCGC 亚太区 总编）的采访

**问：什么是绿色色谱法？**

**Yong Liu：**绿色色谱法是绿色分析化学的重要组成部分，起源于12项绿色化学原理，其旨在减少化学合成与分析对环境的影响（1）。绿色色谱法合并实践主要通过分离和样品制备来减少溶剂消耗及废物产生的数量。

**问：利用何种绿色方法来减少液相色谱法（LC）中使用的溶剂量？**

**YL：**从我们的角度出发，第一步是提供一个度量工具，以测量液相色谱法中的“绿色度”。Hartman、Helmy和共同研究者开发了分析方法的容量强度（AMVI），这种简单度量可提供溶剂消耗总量的快速测量，用于高效液相色谱法（HPLC）（2）。AMVI提高了对绿色色谱法的认识，更重要的是，使这一概念成为工作台分析科学家方法开发的一个组成部分。

从技术的角度出发，Welch、Wu和共同研究者的评论文章中为层析法的主要绿色方法提供出色的总结（3）。首先是通过高压的常规HPLC、超高效液相色谱法（UHPLC）或稍加修改的常规HPLC系统（如用于绿化分离的小型直径柱）或新层析柱技术（如熔融核颗粒柱），实现快速

层析法的溶剂缩小。第二种方法是利用微流和毛细管HPLC。第三种选择是溶剂替换，可通过利用乙醇取代乙腈、过热水层析法和基于二氧化碳的层析法来实现。近期，Welch、Regalado和共同研究者的一项工作表明，HPLC和LC-质谱测定法（MS）实验可利用蒸馏酒精（如cachaça、rum、vodka和aguardiente），以及其他常见的家庭用品（包括醋和氨水）充当流动相和添加剂（4）。前者别名叫做“cocktail层析法”。这种方法在LC中提供低成本且环境可持续性的替代方法，不依赖于危险有机溶剂（例如乙腈）的使用。超临界流体层析法（SFC）利用亚临界或超临界状态中加压的二氧化碳作为色层分析的流动相，并用于分离制备和分析目的。

**问：您近期是否发表了一篇关于固体药物制剂分解测试的绿化层析法的文章？您的方法有哪些新颖之处，能够给分析者带来什么好处？**

**Adam Socia：**10多年来，绿色色谱法一直应用于支持制药工业中的小分子药物合成与释放。但是，绿色色谱法在药物制剂开发方面的应用并不常见。我们的工作代表着药物开发中绿色色谱法的首批应用（5）。

我们提供一种改进的色层分离方案，结合了较小内径层析柱的利用、表面多孔层析柱技术、梯度再平衡的注射周期时间、系统停留容量理解以及基本的优化分离概念，以实现更绿化、更迅速和更稳健的分解测试方法。基于我们行业中常用的现行LC仪表，该方法可以减少溶剂消耗和废物产生70-80%，且运行时间同样准确、细致与稳健。

**问：是否有将这种方法应用于“现实生活”的样品？**

**AS：**有的，我们已将该方法实施在几个第I阶段的方案中。我们坚信，这种方法应在药物开发的最早可能阶段采用，以实现最大的节约。

**问：在实验室中开发的绿色色谱法是否有其他示例可以说明其在可持续性和成本效益方面的优势？**

**YL：**有的。从样品制备角度来看，同时在Nowak和Regalado领导下，我们开发了一种方法，显著减少了残留溶剂分析标准制备中有机溶剂的使用，残留溶剂分析是监管机构对制药工业中开发药物所要求的测试（6）。通常，分析师给容量瓶制定新的残留溶剂标准，每次提交新样品时只使用一小部分溶液（例如高效液相色谱小瓶）。

## 离心分配色谱

### 高效纯化解决方案

- 无硅胶技术, 环境友好
- 流程简单, 一步纯化
- 高回收率, 纯度高



我们发现，多溶剂标准混合物可在-10℃的卷曲HPLC小瓶中储存至少31个月，全部25种溶剂的回收率都很高（超过97%的溶剂总体相对标准偏差[RSD]低于5%）。卷曲HPLC小瓶中的多溶剂标准是大量生产的，并提供给分析师用于本部门的几乎所有项目。这种做法大大减少了重复性标准制备、减少有机溶剂消耗和废物产生，以支持过程中样品的残留溶剂分析。

**问：**气相色谱采用什么绿色色谱技术？

**YL：**在MSD，采用小口径气相色谱柱和短气相色谱柱，以缩短快速色谱分析时间，降低仪器能耗和气体消耗（6）。改进仪器的推出还提供使用更少仪器的可能性。

GC采用的另一种做法是前面提到过的标准样品制备。GC中绿色色谱法的另一个目的是使用可再生清洁气体（如氢气）取代载气氦气。Bernardoni等人最近公布了一种GC-火焰离子检测（FID）方法，该方法使用氢气作为载气，对药物合成中30种常见溶剂进行分析（7）。

**问：**超临界流体层析法（SFC）被广泛吹捧为一种更环保的技术。该方法是否更多地用于制药行业？

**YL：**SFC使用加压二氧化碳代替己烷或庚烷，它们是正相色谱法中常用的非极性洗脱剂。SFC首先被广泛用于手性分子的制备纯化（8）。最近，分析性SFC已越来越多地用于手性分离，以支持合成工艺开发、监控手性纯化，甚至作为分析性释放试验来支持监管申报（9-11）。几年前，在MSD，SFC是过程化学发展领域台式分析师手性分离的“入门”分析工具（12）。

**问：**您们组织中还有其他例子可以说明绿色色谱法在制药行业的优势吗？

**AS：**纯度和含量分析，主要通过高效液相色谱法进行，是所有剂型开发和释放药物产品的必要测试。绿色色谱法仍然是相对较新的，我们正争取把现有最佳做法（如AMVI和快速色谱法）带入该领域。

**问：**绿色色谱法似乎时兴时衰。这是为什么？它是否又流行起来？

**YL与AS：**变得环保，通过做好科学来保护我们的环境应该是分析科学家永远关注的社会问题。科学和技术的进步总是为更环保的色谱法提供新的机会，例如UHPLC的发明、分析性比例SFC、微流和毛细管HPLC等等。色谱法广泛应用于制药工业中药物发现和开发的不同领域。在支持药物特别是小分子药物的化学合成方面已取得很大成就。在配方开发、PK测定、疫苗和生物制品领域大量使用LC。但是，绿色色谱法并不常见。作者认为在这些领域有很大机会可实现绿色色谱法。

### 参考文献

- (1) J. Namiesnik和M. Tobiszewski, *LCGC*欧洲 **27**(8), 405-408 (2014).
- (2) R. Hartman, R. Helmy, M. Al-Sayah和C.J. Welch, *绿色化学* **13**, 934-939 (2011).
- (3) C.J. Welch, N. Wu, M. Biba, R. Hartman, T. Brkovic, X. Gong, R. Helmy, W. Schafer, J. Cuff和Z. Pirzada, *分析化学的趋势* **29**(7), 667-680 (2010).
- (4) C.J. Welch, T. Nowak, L.A. Joyce和E.L. Regalado, *ACS可持续化学与工程* **3**(5), 1000-1009 (2015).
- (5) A. Socia, Y. Liu, X. Gong, O. White, A. Abend和P. Wuelfing, *ACS可持续化学与工程* **3**(5), 1000-1009 (2015).
- (6) T. Nowak, G.C. Graffius, Y. Liu, N. Wu, X. Bu, X. Gong, C.J. Welch和E.L. Regalado, *绿色化学* **18**(13), 3732-3739 (2016).
- (7) F. Bernardoni, H.M. Halsey, R. Hartman, T. Nowak和E.L. Regalado, *医药和生物医学分析杂志* **165**, 366-373 (2019).
- (8) C.J. Welch, W.R. Leonard Jr., J.O. Da Silva, M. Biba, J. Albaneze-Walker, D.W. Henderson, B. Laing和D.J. Mathre, *LCGC*欧洲 **18**(5), 264-272 (2005).

- (9) R. Helmy, M. Biba, J. Zang, B. Mao, K. Fogelman, V. Vlachos, P. Hosek和C.J. Welch, *手性* **19**(10), 787-792 (2007).
- (10) W. Schafer, T. Chandrasekaran, Z. Pirzada, C. Zhang, X. Gong, M. Biba, E.L. Regalado和C.J. Welch, *手性* **25**, 799-804 (2013).
- (11) A.G. Perrenoud, C. Hamman, M. Goel, J.L. Veuthey, D. Guillaume和S. Fekete, *色谱法杂志A辑* **1314**, 288-297 (2013).
- (12) M. Hicks, E.L. Regalado, F. Tang, X. Gong和C.J. Welch, *医药和生物医学分析杂志* **117**, 316-324 (2016).



**Adam Socia**是美国宾夕法尼亚州美国西点军校Merck & Co., Inc.分析科学小组的副首席科学家。他完成了德雷塞尔大学的博士学位，圣

心大学的硕士学位，专注于氨基酸和其他带电分析物的新型分离技术的开发。Adam目前的任务是为固体剂量和无菌液体早期药物提供分析支持。他曾在一些同行评议的期刊上发表研究报告，也在许多会议上发表口头和海报报告。



**Yong Liu**是美国宾夕法尼亚州美国西点军校Merck&Co., Inc.分析科学系的首席科学家。

他在Merck工作已有17年，主要负责药物和药物产品的小分子药物、siRNA、脂类、肽和蛋白质的分析化学和质量控制领域。目前，他正领导一个团队，为第一至第三阶段的药物产品开发提供分析性支持以及通过质谱分析阐明药物产品降解杂质结构。他发表了40篇论文，研究领域包括分离科学、药物分子降解杂质的结构阐明以及通过MS研究药物-药物和药物-赋形剂的相互作用。他获得武汉大学的学士学位、中佛罗里达大学的硕士学位和罗格斯大学的博士学位，其中后两个学位均为有机化学专业。

## QuEChERS 混合物

Anastassiades等人开发后的几年内,“QuEChERS”方法在GC-MC或LC-MC测定食品样品中的农药残留方面取得领先地位,使得人们可以“快速、简便、廉价、有效、可靠、安全”地清除强基质污染的样品。Macherey-Nagel根据EN 15662和AOAC 2007.01法提供了一系列的预称重Chromabond QuEChERS混合物。



[www.mn-net.com](http://www.mn-net.com)  
德国Düren, Macherey-Nagel GmbH & Co. KG

## FID加气站

据公司所述, VICI FID加气站将VICI DBS氮气和零级空气发生器的稳定性与紧凑而方便的包装结合在一起。适用于所有GC检测器和运载气体应用的高纯度及超高纯度。发生器有两种类型:用在GC下的扁平式;或塔式。H<sub>2</sub>流速高达1 L/min,压力可达10.5巴。



[www.vicidbs.com](http://www.vicidbs.com)  
瑞士Schenkon, VICI AG International

## CPC系统

据该公司称, Gilson Verity紧凑型CPC系统将PLC纯化与离心分配色谱(CPC)柱相结合,以简化工作流程,同时还能生产高产量和高纯度产品。基于液-液净化技术,离心分配色谱法不会改变易碎分子。据该公司称,这是天然产物分离的理想选择,回收率达到95%,纯度大于99%。



<http://bit.ly/2w0w0dC>  
美国威斯康星州, Gilson, Middleton

## MALS 检测器

引进下一代DAWN多角度静态光散射(MALS)探测器,用于探测摩尔质量的绝对表征和大分子的尺寸以及溶液中的纳米粒子。DAWN提供高灵敏度、宽范围的分子量、大小和浓度,以及大量配置与可选模块用以增强功能。



<https://www.wyatt.com/dawn>  
美国加利福尼亚州圣巴巴拉市, Wyatt Technology

## 制氮机

该公司表示, Genius XE Nitrogen是一款先进的结合先进技术和精密性与稳健性设计的氮气发生器。有两种型号可供选择:高达35 L/分钟的XE 35和高达70 L/分钟的XE 70。据报道,该发生器为高性能LC-MS和其他对性能及可靠性具有严格要求的任务关键型实验室应用提供了独立的优质氮气解决方案。



[www.peakscientific.com/genius](http://www.peakscientific.com/genius)  
英国苏格兰Peak Scientific

## GC-MS的TD系统

MPS热解吸是用于自动热解吸、热萃取和动态顶空(DHS)分析的专用采样器。MPS TD与Gerstel TDU、TD 3.5+和DHS兼容,最多可处理240个样品。包括GC-MS在内的整个系统仅通过一种集成方法和一个序列列表进行操作。



[www.gerstel.com](http://www.gerstel.com)  
德国Mülheim an der Ruhr, Gerstel GmbH & Co. KG

## 解决固相萃取中的回收问题

在此节选自LCGC电子学习平台（CHROMacademy.com）的摘录中，讨论了固相萃取中的回收问题。

固相萃取（SPE）中的定量问题可能与无法从萃取吸附剂中回收目标分析物或内标物有关。这些问题可能是方案化学性质选择不当的结果，或由方法处理问题造成的。吸附剂化学性质的选择非常重要，为了获得最佳的萃取选择性，需要根据分析物和基质成分化学性质来选择吸附剂。尽可能地了解LogP/LogD值和pKa值非常有用。一般而言，吸附剂-分析物相互作用的特异性按以下顺序增加：

- 非官能化聚合物吸附剂
- 疏水吸附剂（例如C18、C8、CN；极性越强的吸附剂选择性越强）
- 极性能化聚合物吸附剂
- 强或弱离子交换吸附剂
- 混合模式吸附剂（具有离子交换官能团的二氧化硅或聚合物疏水材料）

分析物和吸附剂之间的静电相互作用强度比约为简单疏水相互作用强度的15倍，这意味着在大多数情况下，含有离子交换基团的吸附剂可能提供最具选择性的萃取。当然，尽管吸附剂保留分析物的能力非常重要，但也需要考虑选择性洗脱分析物的要求，这同样需要了解分析物化学性质和与吸附剂的相互作用。为免生疑问：在固相萃取中，选择性的能力总是等同于分析物回收率的程度。

为了确保最佳的分析物保留，应同时考虑样品稀释剂和吸附剂平衡溶剂。如果分析物装载在高度洗脱溶剂中，则可能会出现分析物穿透，或者导致最终洗脱体积可能会大于所需体积。对于疏水吸附剂（和分析物），使用含有尽可能少有机溶剂的样品稀释剂，以确保样品溶解性。如果吸附剂需要调整（润湿）步骤，通常是用100%有机溶剂，则确保在样品装载步骤前使用平衡步骤来降低吸附剂床层内溶剂的洗脱强度。

如果使用离子交换吸附剂，则应调整样品稀释剂的pH，以确保目标分析物在装载前处于离子化状态。同样，应调节平衡溶剂的pH，以确保任何弱离子交换配体均处于带电状态（弱离子交换吸附剂的pKa值可从制造商的文献中获得），从而促进目标分析物的有效保留。此外，应考虑比比通常更低的流速装载样品，因为离子交换中静电相互作用的点对点性质，会产生一定程度的分子取向，因此本质上会比其他保留机制慢。可能需要加上“浸泡”时间，在此期间停止流动，样品在吸附剂床层内保持静止，以最大限度地保留分析物，并防止分析物低回收率。为确保达到最佳回收率，浸泡时间为30s至几分钟，且适用于所有类型的吸附剂。

在保留分析物的同时，用于选择性洗脱吸附剂干扰清洗溶剂的强度应足以获得尽可能干净的萃取物。

但是，需小心避免分析物穿透。清洗溶剂强度的优化应通过在含有相同标称分析物量的几根管或几个孔上逐级滴定洗脱强度，绘制溶剂强度与回收分析物的对比图，选择不含任何分析物反应的最高溶剂强度。也请记住，有机溶剂的类型和组成可与溶液pH和离子强度一起使用，以获得“强”清洗溶剂，来去除大量样品基质成分，却不会导致分析物穿透。“混合模式”相在该方面特别有用，由于使用了pH和溶剂强度，因此主要的保留机制可在疏水和亲水/静电之间“翻转”，从而提高样品清洁度和回收率。

同样，洗脱溶剂的强度应通过连续评估更强的溶剂来执行优化，直至在最终洗脱液中观察到不可接受的干扰量或杂质。重申一下，为了优化洗脱强度，应考虑溶剂强度、pH和离子强度，并且也可能需要利用浸泡步骤来优化回收率。

导致回收率低的另一个更隐秘的原因则是去湿现象。如果将不易混溶的溶剂装载至吸附剂床层上（例如，在水性溶剂中加己烷），则可能需要在高真空（或正压）环境下将吸附剂床层完全干燥几分钟，以避免第一溶剂将第二溶剂从吸附剂孔结构中排除。

▶ 登录网站了解更多信息:

登录

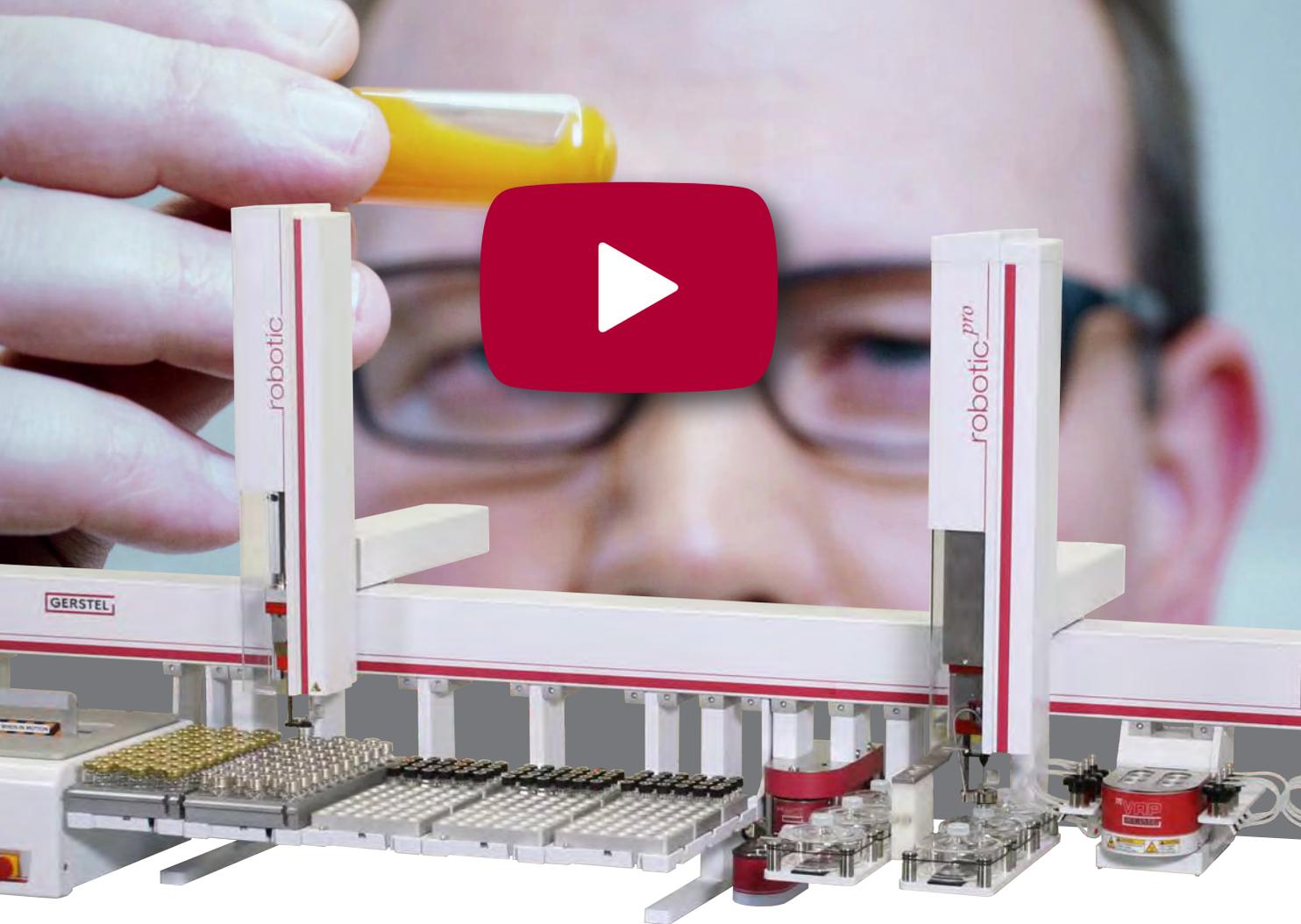
[www.CHROMacademy.com/Essentials](http://www.CHROMacademy.com/Essentials)  
获取完整教程（4月20日前免费）。

# The Column

**LCGC's global digital magazine** provides unique and timely applications, news, and interviews especially relevant to separation scientists across industry sectors.



**SIGN UP FOR FREE AT**  
[chromatographyonline.com/column-subscribe](http://chromatographyonline.com/column-subscribe)



萃取, 衍生,  
加标样



固相萃取 (SPE),  
过滤



分批蒸发浓缩  
(*mVAP*)



搅拌混合,  
*quickMIX*



离心



**MAESTRO**  
重叠制样更高效



请关注我们的  
微信公众号

## 出色的表现

使用GERSTEL MPS进行自动化的样品制备和对GC/MS 和 LC/MS 的样品引入: 高效, 精确和可靠—符合您对自动化的要求。

方法的建立和启动只需鼠标点击: 您的MPS自动进样器为您日夜工作, 减少了溶剂的使用, 并且无需监控。

GERSTEL为 GC/MS 和 LC/MS 提供智能化的自动解决方案: 可靠的生产力, 减少实验室工作人员的压力, 对生产车间和环境更加友好。

我们可以为您做些什么?

**GERSTEL**

# Organomation®

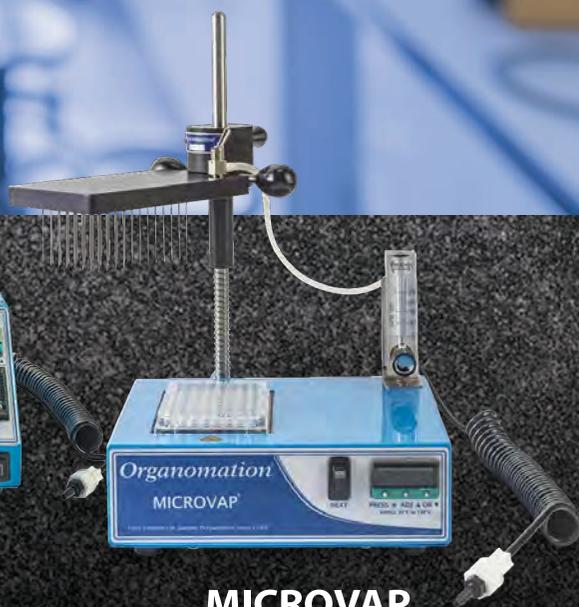
您的样品制备伙伴，始于1995年



**N-EVAP**



**MULTIVAP**



**MICROVAP**

## 氮吹蒸发器目录

# 满足您的样品制备需求的灵活性与个性化

作为当前市场上最受欢迎的氮蒸发器之一，N-EVAP继续成为Organomation最畅销的产品系列。每个N-EVAP都能够一次性处理不同规格的样品瓶，这在大批量相同样品不标准的情况下是一种非常宝贵的特性。此外，每个位置的针阀都允许对每个样品的气体流量进行个性化控制。通过为化学家提供对其蒸发过程的完全控制，以及提供一个易于使用的设计和耐久的结构，所以，难怪N-EVAP已经成为世界范围内各实验室中的一个主要手段。



**24位N-EVAP**  
目录编号11250



**45位N-EVAP**  
目录编号11645

- 24位N-EVAP是Organomation最受欢迎的仪器
- 样品架接受直径为10-30mm的样品瓶。使用前装旋转特性，很容易插入和取出样品
- 通过一个易于使用的加热池有效施加了均匀热量，其中该加热池受一个机械温控器进行控制
- 虽然水浴是最广泛使用的，但是干浴模式可能对于要求高温的应用是非常合适的
- 34 & 45位N-EVAP结合了N-EVAP的标志性特征与一个数字控制面板和额外的样品容量
- 通过使用LED温度控制器，对浴温度进行更精确的调整和监测
- 我们的QUICK DRAIN（快速排放）功能允许您通过按一个按钮，将水浴快速且容易地排放掉

N-EVAP产品系列包含各种各样型号的仪器，从六个到四十五个样品位置不等。对于腐蚀性溶剂产品，可使用抗酸型号来确保在具有挑战性的环境下持久耐用。

## 更快处理大批量蒸发

从为九个50 mL烧杯设计的干式块状蒸发器到为多达100个小容量样本设计的水浴，MULTIVAP产品系列对于需要轻柔有效地对各批类似样品进行集中的实验室是非常合适的。一排针或玻璃吸管将氮气直接输送到样品表明，从而加速了蒸发。您只需载入样品，放下歧管，然后开始进行蒸发。



**48位MULTIVAP**  
目录编号11848



**64位MULTIVAP**  
目录编号11364

- MULTIVAP干块型号可达到浴温30°C到120°C
- 干块型号可用于9、30、48和80个样品
- 64 & 100位MULTIVAP具有一个加热水浴，可达到温度范围为30°C到100°C
- 使用一个定制架，很容易一次性插入和取出所有样品

每个MULTIVAP都是针对您的样品瓶进行准确定制的，以确保最佳热传递。高容量型号包括一个用于容易将针与小样品进行对准的针导 – 无需逐个将每个针导入其样品瓶！

所有这四种MULTIVAP都包括一个内置计时器，以关闭热气和氮气，从而实现最大效率。如果并未填满所有样品位置，那么用户能够通过关闭特定排的手工制造的气体流量歧管，来对氮气进行保存。

# 易于使用的让您掌控的微板蒸发器

MICROVAP对于寻求用于微板和小批量管样品的低成本蒸发器的实验室来说，是一个理想选择。重量约7 kg并且长度不足30 cm，MICROVAP能够很容易根据需要进行移动，以充分利用宝贵的内部空间。与我们的MULTIVAP一样，我们对所有的热块都进行了专业的加工，以配合用户的样管尺寸。有可用的模型，其中没有用于室温下进行蒸发的热源。



**96位MICROVAP**  
目录编号11801



**三位MICROVAP**  
目录编号11803

- 在同一个加热平台上，很容易将96位MICROVAP在微板和管样品中进行转换
- 数字温度控制器保护热敏样品
- 非加热型号可用于需要在环境温度下蒸发的样品
- 三位MICROVAP将三个96针歧管和三个热块合并到一个用于高量微板蒸发的单一平台上
- 铝加热在所有三个板上都提供一致的温度
- 使用一个或所有三个带有气体流量切换开关的歧管，很容易进行切换

使用同一个加热平台，蒸发24个微型离心管、15个较大样品管、或者一个96孔板。如果您空间有限、预算有限或者正在蒸发微板和试管，那么MICROVAP就是适合您的蒸发器。

**Organomation®**

马萨诸塞州柏林西河路266号，邮编：01503 | [www.organomation.com](http://www.organomation.com)

