

北京康林科技有限责任公司 电话：010-82562233---转 138

QQ 3112688028@qq.com 季工

---

## 固相萃取真空装置 安装和使用说明书



北京康林科技有限责任公司

电话:010-82562233 转 138 季工

传真：010-82562928

邮箱 [QQ:3112688028@qq.com](mailto:QQ:3112688028@qq.com)

网址： [www.sepuke.com](http://www.sepuke.com)

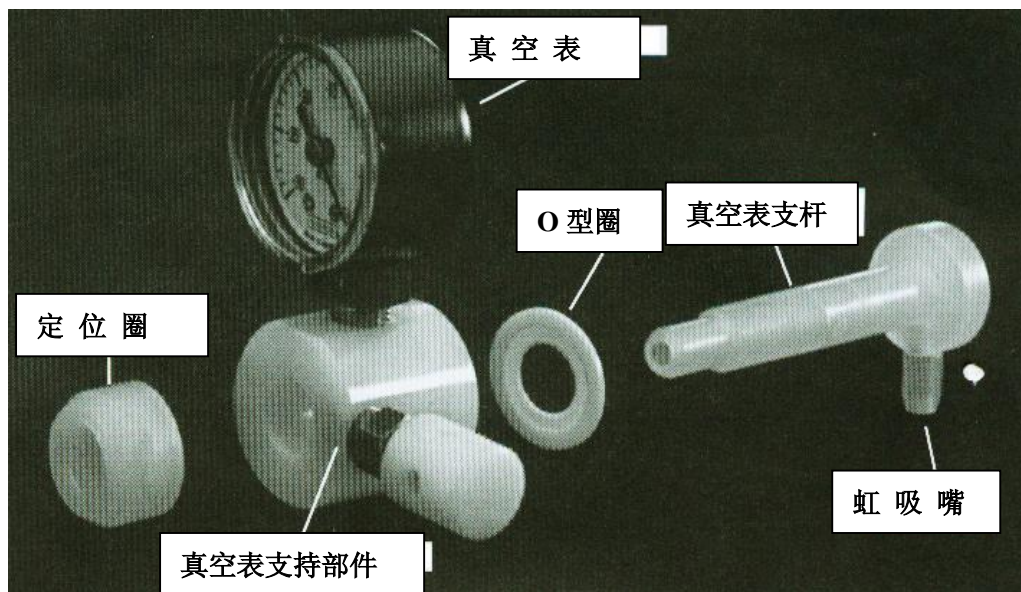
## Supelco SPE 真空固相萃取真空装置 安装和使用说明书



### 产品说明:

固相萃取真空装置配合 Supelclean™ 固相萃取小柱可以同时处理 12 或者 24 个样品。固相萃取真空装置包括化学稳定性盖子、垫圈、底座、玻璃槽、真空表、真空控制阀、12/24 流速控制阀，12/24 可置换溶剂导向管，5 个支撑板，3 个收集管支架支撑杆，一些定位夹片。

Visiprep-DL 型(可置换衬管)，当在同一个位置连续处理样品时真正的减少了样品相互污染的机会。该型号的装置配有整套的流速控制阀，该阀和常规的固相萃取真空装置相似，但是每个阀上安装了一个非常实用、可以更换的特氟龙衬管/加长该衬管长度的溶液导向管。接触了样品的导向衬管在每一样品萃取之后可以更换，连有特氟龙的鹿儿柄正好可以和流量控制阀上的夹缝配套。当安装上小柱后，可以通过拧紧或者松开衬管来控制液体流的停止或者开始。



### 真空表装置的安装

1. 将 O 型圈放入真空表支杆上。
2. 将真空表支杆插入到玻璃槽的 1/2"孔中。槽中的虹吸管口应该朝向下方。
3. 将真空表座插入到真空表支杆中，表盘朝外。
4. 将定位环拧到真空表支杆上，有斜面的朝外，然后用扳手小心正确拧紧。

### 收集管支架的安装

收集管支架可以支撑宽范围的收集管，表一中列了一些特殊的收集瓶，别的一些规格收集管也可以用。

1. 在正确的位置，每个支撑杆上安装一个定位夹片。（见表一）
2. 安装下支撑板，光滑面朝下。
3. 安装定位夹到支撑杆上，来支撑上面的支撑板。（见表一）
4. 安装支撑板到支撑杆上。
5. 安装定位夹在上支撑板的上面。
6. 将收集管放入到支撑板上。

表一：收集管支架规格

收集管的类型	下支撑板安装 (定位夹位置)**	上支撑板安装* (定位夹位置)**
10×75mm 收集管	凹面朝上 (7)	板 A(3,4)
16×100mm 收集管	凹面朝上 (7)	板 C(3,4)

---

16×125mm 收集管	凹面朝上 (无定位夹)	板 C(3,4)
12mm 自动进样瓶	平滑面朝上 (5)	板 B(3,4)
17mm 闪烁管	平滑面朝上 (6)	板 C(1,2)
容量瓶	下支撑板不用	板 D(1,2)

---

\*板 A-小孔; 板 B-中等孔; 板 C-大孔; 板 D-平行夹槽。

\*\*数字表示从上面开始计数凹槽的位置。

### 连接真空槽和真空泵

1. 准备一个废液收集瓶 (1L 左右), 该收集瓶包括一个带孔的橡胶塞, 和一个短的玻璃嘴。或者用我们的真空聚集阱套件, (货号: 57120-U), 将该聚集阱放在真空槽和真空泵之间。
2. 用真空管连接真空表支杆的外管口, 另一端连接到废液收集瓶上。
3. 再用真空管把废液收集瓶和真空泵相连。

真空槽在使用时只需 15" (38cm) 汞柱即可。该真空装置不可超过 20" (50.8cm) 汞柱。

### 安装溶剂导管

1. 拿走真空槽的盖子, 将溶剂导管或者不锈钢导管 (Visiprep-DL models) 安装到每一个流量控制阀下端的凸鹿儿上。
2. 逆时针旋转流量控制阀, 确保每个阀都处于开放状态。

### 安装可置换阀衬管 (仅限于 Visiprep-DL 型)

1. 拿着一个连有萃取小柱的可置换性阀衬管, 将其萃取小柱的末端插入到阀体正中心的洞, 所有要保证缓慢的通过阀体

注意: 推进的太快或者用力太大, 可能会导致管线弯曲或者扭绞, 使插入更困难。用拇指和食指旋转插入更容易。

2. 列阀衬管柄以至于使它内法兰能和阀体上端椭圆形狭槽配套, 将上端的把柄牢固的按到阀体的倒钩中。
3. 用一只手握住阀座有凸边的部分, 另一只手将 SPE 小管的凸鹿儿配件插入到阀体衬管中, 固定阀座, 沿着一个方向将 SPE 管牢固的安装到管柄上。

重复 1-3 步, 安装每一个 SPE 小管。

### 真空装置的使用

1. 拿出收集瓶板, 然后将真空槽盖盖上
2. 逆时针旋转流量阀, 打开流量控制阀
3. 在流速控制阀处于关闭阀中, 缓慢将溶液加入到 SPE 小柱中。然后, 顺时针方向全部打开, 为了保证合适的真空, 在萃取过程中, 没有萃取小管的阀也应该处于关闭状态。不要将阀拧的太紧, 否则会损坏控制装置。  
注意: 在 Visiprep-DL 型阀中, 即便在那些不用于萃取的阀中也应该有衬管, 虽然控制阀没有衬管, 也可以同样保持真空, 但是安上衬管可以延缓阀的使用寿命。
4. 打开真空泵
5. 将加入溶液加入到每个萃取管中。
6. 握住每根管子的上端, 逆时针方向旋转 1/4 圈, 部分的打开流量控制阀。
7. 慢慢关闭流量控制阀直到真空表指针到 10”(25.4cm)Hg。当溶液液面接近柱床时, 顺时针旋转控制阀, 减少流速, 当溶液到达柱床时, 完全关闭流量控制阀。
8. 打开流量控制阀。
9. 根据实验的需要, 增加额外溶液或者连接一个过滤管, 或者储液瓶, 重复上面步骤 7、8 加入溶剂通过柱床。
10. 按照比例将样品转移到固相萃取小柱, 滤管或者储存瓶中。
11. 关闭真空控制阀, 打开流量控制阀到 1/4 圈, 利用真空控制阀调整溶液流经小柱的速度, 直到所需流速。一般来说滴速是最好的, 但是流速可以到 5ml/min。一定不要让真空压力超过 20”(50.8cm) 汞柱。
12. 打开流量控制阀。
13. 添加冲洗液到小柱上, 部分的关闭流量控制阀, 吸取溶液到小柱中。
14. 打开真空流量控制阀, 如果需要, 重复 13 步。
15. 拿走真空萃取装置的盖子, 将收集瓶和支撑板按照安装说明放入玻璃槽中。
16. 将盖子重新放在原位, 确定每根溶剂导管到深入到收集瓶中大约 1cm 的位置。
17. 关闭流量控制阀。
18. 添加洗脱液到每个萃取小柱中, 关闭真空控制阀打开每一个流量控制阀, 直

到洗脱液滴速通过小柱。

19. 打开真空控制阀，如果需要，重复 17 和 18 步。在真空装置完全去真空之前，不要拿走 SPE 小柱，否则会导致洗脱液溅入道玻璃槽中。
20. 转移收集瓶支撑板，根据需要到样品进行稀释、蒸发浓缩、分析等处理。

#### 移走可置换阀隔垫（仅限于 Visiprep-DL 型）

1. 移走固相萃取装置的盖子。
2. 用吸水纸或毛巾等擦净每一个衬管的末端和不锈钢导管。
3. 重新放上盖子
4. 逆时针旋转 SPE 小柱，确保所有的阀体都处于打开状态。
5. 握住每个小柱的顶端，缓慢的垂直拉出，可以摆动抽出，但不要扭曲。直到衬管毂离开阀座，如果阀处于正确的开放状态，特氟龙管应该连着衬管毂，这样衬管和衬管毂就可以作为一个整体拿出。有些情况，特氟龙管会和衬管毂分离，这种情况，需要从下面拿出特氟龙管。

#### 注意：

确保在样品收集瓶中溶剂的液面不要接触导管或者衬管，否则会污染下一个样品。

当用小内径的收集瓶时（例如：1ml 自动进样瓶），用低流速（如：1 滴/秒），确保所有的液体都流入收集瓶中。

真空装置的真空压不要超过 20”(50.8cm)Hg

不要改变流速控制阀体，为确保紧密度，每一个阀体都和它原来所处的位置配套。

※固相萃取装置配置实物图片：

#### 1. 防交叉污染传输线（SPE 小柱连接管）：



2. 大体积取样器:



3. 小柱连接适配器:



4. 干燥装置：



5.SPE 固相萃取装置工作示意图：





## Supelclean™ 固相萃取小柱使用说明

Supelclean 固相萃取可置换小柱, 包括吸附剂或者键合固定相的硅胶床, 当溶液通过真空负压或者正压流过小柱。我们的真空萃取装置具有内鹿儿锁可以同时处理 12 个样品, 或者对连有储存瓶或者滤管的样品进行前处理。

### 第一步: 安装小柱

安装上小柱, 样品萃取之前活化柱床, 溶剂的选择根据小柱的填料和应用。下面的方案仅提供建议:

1. 反相填料小柱 (Supelclean LC-8, LC-18, ENVI™-18, LC-CN, LC-Ph, ENVI-8, ENVI-Carb 和 ENVI-Chrom P 填料) 先用 2ml 乙腈或者甲醇, 然后用 2ml 水或者和样品溶液相似的水和溶液 (如: 相似的 pH、盐度、溶剂含量等), 当用水溶性溶剂冲洗小柱后, 填料上会附着一层水溶性溶液。这将使水溶性样品和疏水性固定相连接。
2. 正相填料小柱 (Supelclean LC-Si, LC-Diol, LC-CN, LC-NH<sub>2</sub>, LC-Alumina-A, LC-Alumina-B, 和 LC-Alumina-N 填料) 用 2ml 的样品溶剂。
3. 离子交换填料小柱 (Supelclean LC-SAX, LC-SCX, LC-WCX, LC-NH<sub>2</sub>, LC-Alumina-A 和 LC-Alumina-B 填料), 活化程序依照样品溶剂的极性。如果样品是非极性溶剂 (例如: 正己烷、二氯甲烷) 活化小柱用 2ml 的相同的溶剂即可。萃取水溶性样品的小柱, 先用 2ml 的甲醇溶液, 然后用 2ml 水溶液, 用 2ml 根据样品溶液配置合适比列的溶液, 如 pH、有机溶剂含量, 盐度等。

### 一般活化步骤

为了确保 SPE 填料在活化后和处理样品之间不会干燥, 一般保留在填料上 1mm 的活化液, 如果在进样前发现小柱干燥, 重复活化过程。在重新导入有机相之前, 用水冲洗小柱中盐缓冲溶液。如果样品是从储存瓶中导入, 请在 SPE 小柱 (1ml, 2ml, 3ml, 4ml, 6ml 小柱) 中加 0.5ml 的最后的活化液, 然后和储液瓶连接。

### 第二步: 添加样品

- A. 如果有必要, 调整 PH、盐浓度、和样品溶液中有机溶剂的浓度, 来增加所需化合物的保留力或者沉淀调不需要的化合物。为了避免堵塞小柱管,

对含有颗粒物的样品在萃取前最好先过滤或者离心。在加入小柱或者储存瓶前后可以加入内标。

- B. 用移液管或者微量加样枪等准确转移样品到小柱或者储存瓶中。
- C. 用正压或者负压使样品慢慢通过萃取小柱，流速会影响一些特定化合物的保留量，一般说来，不应该超过 5ml/min。

### 第三步：冲洗填料

- A. 如果你所需要的化合物保留在小柱上，用不会冲洗掉所需化合物的一种溶液或者多种溶液冲洗调不需要的化合物，一般不用超过一个柱的体积即可。为了冲洗掉不需要的物质或者保留力很弱的物质，用中等极性的溶液冲洗小柱（例如：比样品的极性更强比洗脱液极性弱），选择冲洗液时要小心，只确保把不需要的物质冲洗掉，一个典型的冲洗液可以包括比洗脱液更少的有机溶剂或者无机盐，也可以调整为不同的 pH。纯的溶剂或者溶剂的混合物和最终的洗脱液在极性上有充分的不同也可以用作清洗液。
- B. 如果所需化合物不被保留在小柱上，用大约和小柱同体积样品溶剂从小柱中冲洗残留的所需样品即可，冲洗的步骤完全等同于洗脱的步骤。

### 第四步：目标化合物的洗脱

用小体积（一般 200  $\mu$ L 到 4mL）洗脱液清洗小柱，但是在清洗步骤中残留的杂质也会在洗脱过程收集，所以有时需要进一步处理。

在洗脱目标化合物时，一般说来，两小份洗脱液要比一大份洗脱液更有效。当每份洗脱液和柱床接触 30s-1min 时，回收率最好。

**SPE 萃取小柱示意图：**



北京康林科技有限责任公司 电话：010-82562233---转 138

QQ [3112688028@qq.com](mailto:3112688028@qq.com) 季工

---

### 北京康林科技有限责任公司简介：

北京康林科技有限责任公司，以经营进口色谱、质谱仪器和耗材、实验设备、化学试剂和标样为主的科技企业。公司经过十多年的发展，已成为国内色谱和生化产品的主要供应商，在业内享有极佳的声誉。

康林公司不仅代理 Sigma-Aldrich 集团旗下 Supelco, Sigma, Aldrich, Fluka, Riedel-deHaën, 还代理 Hamilton, Rheodyne, Upchurch, Tosoh, ChromTech, Corning, Gast, Organomation, Waters 等世界著名品牌。在负责以上各公司产品在中国的销售和市场开发外，我们还结合公司的技术专长、人才优势，提供色谱技术、质谱技术、样品前处理技术的咨询和维修服务。主要经营产品为氮吹仪、溶剂过滤器、样品瓶、固相萃取、固相微萃取、稀释培液仪、液相柱、液相配件、毛细柱、气相配件、加样枪、平口移液器、电动稀释仪、Hamilton 注射器、树脂、填料、标准品、化学试剂等。

电话：010-82562233 转 138 季工 传真：010-82562928

邮箱 [QQ:3112688028@qq.com](mailto:QQ:3112688028@qq.com)

网址：[www.sepuke.com](http://www.sepuke.com)

地址：北京市海淀区长春桥路 5 号新起点嘉园 10 号写字楼 1107