

产品通讯

来自赛分科技在色谱分离领域上的最新进展

■ 赛分科技新闻

■ 产品应用园地

— 阿胶

— 邻苯二甲酸单酯

— 头孢地尼

— 疫苗

— QuEchERS法提取

鱼肉中的多环芳烃

■ 产品订购信息

Better Surface Chemistry for Better Separation



Sepax Technologies

2010年第4期 总第5期

公司动态

赛分科技有限公司 (Sepax Technologies, Inc.) 自 2005 创办以来一直致力于化学与生物分离科学、生物表面科学和蛋白质组学 (Proteomics) 研究等领域的色谱产品的开发与生产。赛分科技以强大的技术研发为先导, 从事高性能色谱分离材料的生产和销售, 应用范围从实验室分析到工业化的药物纯化。目前的产品线涵盖了硅胶和聚合物为基质的一些列高品质的液相色谱填料、色谱柱、固相萃取 (SPE)、快速柱 (Flash) 等。赛分的创新科技使之生产出最高分辨率及最高效的生物分离产品, 包括体积排阻、离子交换、抗体分离和糖类化合物分离色谱填料和色谱柱, 以及应用于 DNA 测序和蛋白质分离的新型毛细管柱。在此基础上, 赛分科技进一步发展药物分离和中草药有效成份分离和筛选技术, 并拥有仪器和设备制造技术。赛分科技在分离、分析领域所取得的成就, 日益受到同行的关注。

赛分科技安排美国专家对国内市场及销售人员进行产品知识及市场技巧培训

为了给广大客户提供更优质的服务, 赛分科技特安排美国区销售及市场总监 Helen 及各产品经理为国内的市场及销售员工进行为期两天的培训, 此次培训使得国内员工对赛分旗下产品有了更深入的了解, 技术上将为客户提供更为专业的支持, 同时进一步强化了员工以客户为中心, 服务客户的理念。

赛分科技即将参加第八届山东国际科学仪器及实验室装备展览会 (PepCon-2010)

第八届山东科学仪器及实验室装备展览会将于 2010 年 7 月 22 日—2010 年 7 月 24 日在青岛国际会展中心举办。为让山东区客户及业内朋友更深入的了解赛分科技及旗下产品, 赛分科技届时将参加此次展会, 展位号为: C036。欢迎新老客户及业界朋友前来参观, 赛分科技真诚期待您的光临。

最新《Sepax-UCT 固相萃取装置》及《固相萃取产品指南》发布, 欢迎电话或通过当地赛分经销商索取!



产品应用园地

1、 阿胶的检测

英文名: Colla corii asini

别名: 驴皮胶

化学成分: 含明胶蛋白等

制法: 将驴皮浸泡去皮, 切块洗净, 分次水煎, 滤过, 合并滤液, 浓缩(可分别加入适量的黄酒、冰糖和豆油)至稠膏状, 冷凝, 切块, 晒干, 既得。

性状: 呈整齐的长方形块状, 方形块或丁状。表皮棕黑色或乌黑色, 平滑, 有光泽。对光照视略透明。质坚韧易碎, 断面棕黑色或乌黑色, 平滑, 有光泽。

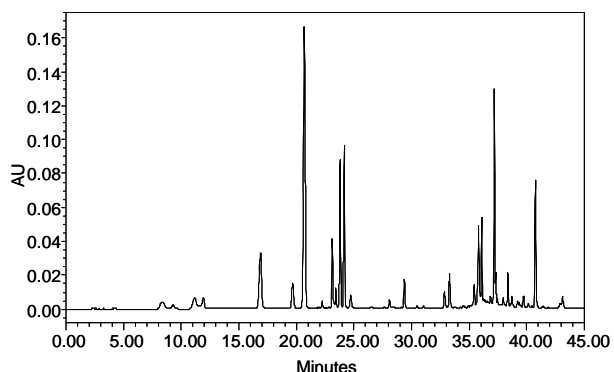
气微弱, 味微甜。



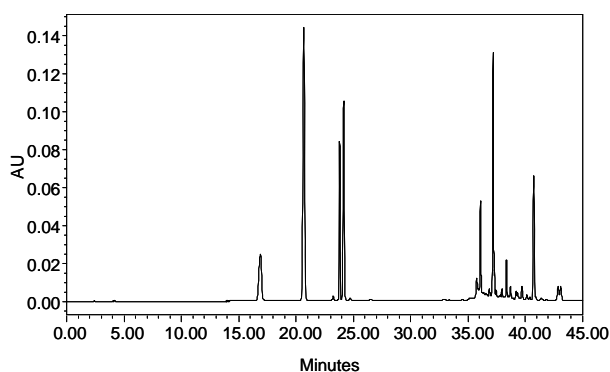
阿胶外观

阿胶为马科动物驴 *Equus asinus* L. 及其他驴皮经煎煮浓缩制成的固体胶, 为我国传统中药, 具有补血, 止血, 滋阴润燥的功效。2005 版药典以总氮量计算蛋白质的含量, 这种检测方法容易使一些不法分子为了达到检测要求, 加入一些含氮的违禁成分, 最终影响用药安全。

2010 版药典对阿胶中蛋白检测做出了更高要求, 以 L-羟脯氨酸、甘氨酸、丙氨酸、L-脯氨酸 4 种主要氨基酸为指标成分进行含量测定, 以增强阿胶质量标准的可控性。过程采用经典的氨基酸分析方法--柱前 PITC-UV 衍生化的方法, HPLC 检测。2010 版药典具体要求如下: 以十八烷基硅胶键合硅胶为填充剂; 以乙腈-0.1mol/L 醋酸钠溶液(用醋酸调节 pH 值至 6.5) (7:93) 为流动相 A, 以乙腈-水 (4:1) 为流动相 B, 梯度洗脱; 检测波长为 254nm; 柱温为 43℃。理论塔板数按 L-羟脯氨酸峰计算应不低于 4000。



阿胶样品谱图



标准氨基酸谱图

Column: 氨基酸专用柱 (5um, 4.6x250mm, 120Å)

(货号: 140185-4625)

Mobile phase: A: 醋酸钠 (pH=6.5) :乙腈 = 93: 7; B: 乙腈: 水 = 4: 1

时间: 0~11 11~13.9 13.9~14 14~29 29~30

B% : 0→7 7→12 12→15 15→34 34→100

Flow rate: 1.0 mL/min; Column tem: 43℃

Wavelength: UV 254nm; Injection Volume: 5 μL

赛分科技拥有完善的氨基酸分析方法包，对于阿胶中氨基酸的检测有良好的适用性。由图谱可见，阿胶供试品中指标氨基酸与对照品氨基酸标样的重现性好，四种氨基酸的分离度好，柱效高。2010版药典要求L-羟脯氨酸的理论塔板数不低于4000，而用赛分科技的氨基酸专用柱，其理论塔板数可达26000，远高于药典要求。高的柱效和重现性对于阿胶中蛋白的含量检测具有良好的优势。

2、邻苯二甲酸单酯的检测

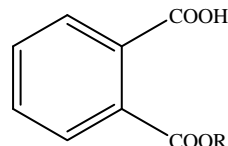
英文名: Cefodizime Sodium

别名: 杜灭芬, 消毒宁, 消毒灵,

分子式: $C_{20}H_{18}N_6Na_2O_7S_4$ (分子结构见右图)

分子量: 628.63

性质: 白色或微黄色的粉末或结晶性粉末; 无臭或稍有特异性气味。在水中极易溶解, 在无水乙醇或乙醚中几乎不溶。



邻苯二甲酸单酯

MMP: R = CH₃

MEP: R = CH₂CH₃

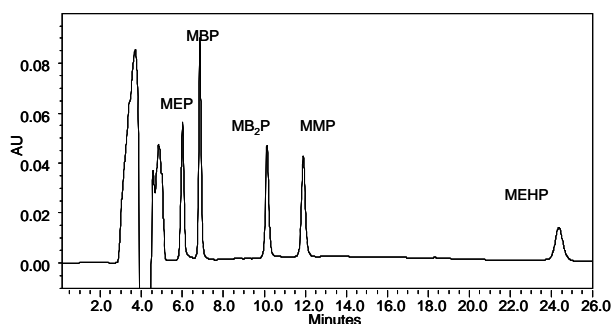
MBP: R = CH₂CH₂CH₂CH₃

MEHP: R = CH₂CH(CH₂CH₃)CH₂CH₂CH₂CH₃

MBzP: R = CH₂C₆H₅

邻苯二甲酸酯是一类能起到软化作用的化学品。它被普遍应用于玩具、食品包装材料、医用血袋和胶管、乙烯地板和壁纸、清洁剂、润滑油、个人护理用品(如指甲油、头发喷雾剂、香皂和洗发液)等数百种产品中。邻苯二甲酸酯在人体和动物体内发挥着类似雌性激素的作用, 可干扰内分泌, 使男子精液量和精子数量减少, 精子运动能力低下, 精子形态异常, 严重的会导致睾丸癌, 是造成男子生殖问题的“罪魁祸首”。目前欧盟、美国、日本等大多数国家和地区都对其添加量做出了明确的规定。

赛分科技 GP-Phenyl 系列色谱柱采用的填料上键合有苯丙基团, 可与带环状结构的化合物发生相互作用, 具有独特选择性。下图为采用赛分科技 GP-Phenyl 色谱柱对五种邻苯二甲酸单酯的检测谱图, 从图谱中可以明显看到 GP-Phenyl 色谱柱对所测试的五种邻苯二甲酸单酯具有对称的峰形和良好的分离度。



Column: (GP-Phenyl, 5μm, 4.6x250mm, 120A)

(货号: 111365-4625);

Mobile phase: 乙腈(0.2%乙酸) : 纯水(0.2%乙酸)
= 45 : 55 (V/V);

Flow rate: 0.8 mL/min;

Wavelength: 228 nm;

Column tem.: RT(25°C);

Injection Volume: 10 UL

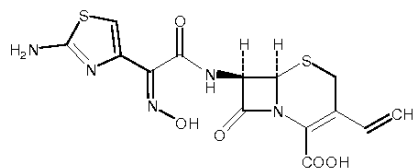
3、头孢地尼的检测

1. 英文名: cefdinir

2. 分子式: $C_{14}H_{13}N_5O_6S_2$

3. 分子量: 395.42

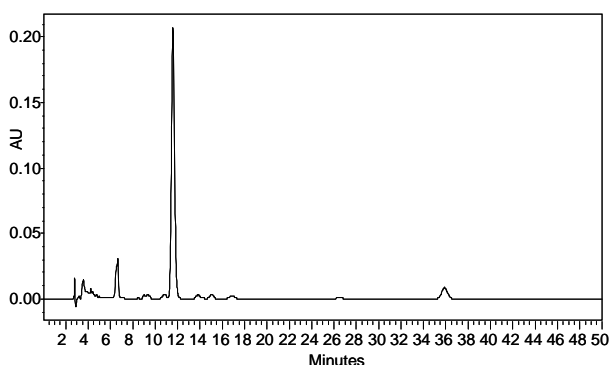
4. 性状: 本品为微黄色至黄色结晶性粉末, 有微臭。在 0.1mol/L 的磷酸缓冲液中略溶, 在水、乙醇或乙醚中不溶。



头孢地尼结构式

2010 版药典对头孢地尼的有关物质检查具体要求如下：以十八烷基硅胶键合硅胶为填充剂；流动相 A 为 0.25% 四甲基氢氧化铵(用磷酸调节 pH=5.5)，每 1000ml 中加入 0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液 0.4ml；流动相 B 为 0.25% 四甲基氢氧化铵（用磷酸调节 pH=5.5）-乙腈-甲醇（500:300:200），每 1000ml 中加入 0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液 0.4ml，按下表梯度进行梯度洗脱；检测波长为 254nm；柱温为 40℃。头孢地尼峰保留时间约为 22 分钟，头孢地尼峰与其相对保留时间 0.95 和 1.1 处的杂质峰的分离度均不应小于 1.0。

在含量测定项中采用的流动相与相关物质检测不同，为 0.25% 四甲基氢氧化铵溶液（用磷酸调节 pH=5.5）-乙腈-甲醇（900:60:40），每 1000ml 中加入 0.1mol/L 乙二胺四醋酸二钠溶液 0.4ml。



头孢地尼相关物质检测图谱

Column: Sapex GP-C18, 5 μ m, 4.6x250mm, 120A,
(货号:04170917541)

Mobile phase:

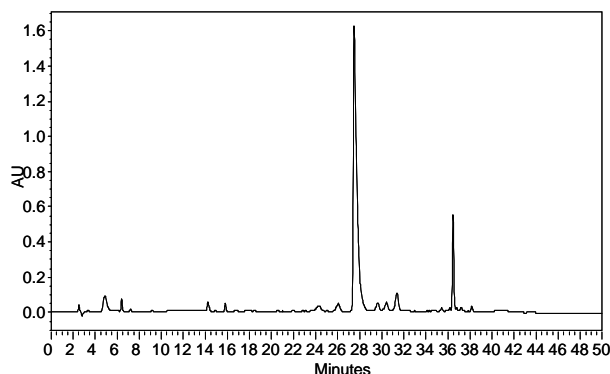
A: 0.25% 四甲基氢氧化铵 (pH=5.5, 加 0.1mol/L 的 EDTA 0.4ml/L) ;

B: 0.25% 四甲基氢氧化铵 (pH=5.5, 加 0.1mol/L 的 EDTA 0.4ml/L) : 乙腈: 甲醇 =500: 300: 200

梯度 (min): 0~2 2~22 22~32 22~37 37~38 38~48
B% : 5→5 5→25 25→50 50→50 50→5 5→5

Flow rate: 1mL/min, Column tem.: 40 °C,

Wavelength: 254nm, Injection Volume: 20 μ L



头孢地尼破坏后检测图谱

Column: Sapex GP-C18, 5 μ m, 4.6x250mm, 120A,
(货号:04170917541)

Mobile phase: 0.25% 四甲基氢氧化铵 (pH=5.5) -乙腈-甲
醇(900:60:40), 每 1000ml 中加入 0.1mol/L
乙二胺四醋酸二钠溶液 0.4ml

Flow rate: 1mL/min, Column tem.: 40 °C

Wavelength: 254nm, Injection Volume: 20 μ L

从检测图谱可以看出，头孢地尼峰保留时间约为 11.5 分钟，头孢地尼峰与其相对保留时间 0.9 和 1.2 处的杂质峰的分离度均大于 1.2，检测效果符合并超过药典要求。

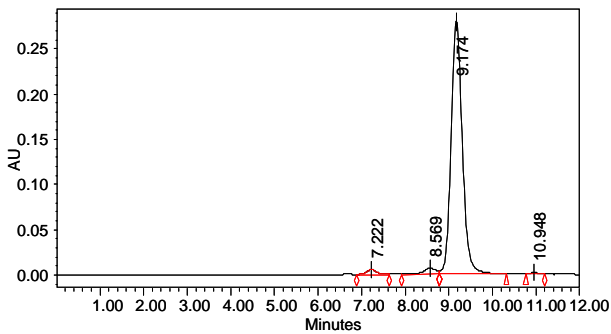
4、 疫苗的检测

继山西疫苗事件之后，近日江苏常州问题疫苗再次曝光，加之去年河北、辽宁的疫苗造假事件，引起了人们对生物制品安全性的高度关注。疫苗是指为了预防、控制传染病的发生、流行，用于人体预防接种的疫苗类预防性生物制品，疫苗可分为以下八大类：减毒活疫苗、灭活疫苗、多糖疫苗、组分疫苗基因工程疫苗、合成肽疫苗、抗独特型抗体疫苗、基因疫苗。

赛分科技作为纯化、分析领域的世界领先者，可提供在抗体、免疫球蛋白、疫苗等领域分析、检测的完整产品线，并积累了丰富经验，希望与业界同仁一道为保证中国生物制品的安全性共同努力。

Sepax Zenix SEC: 采用 3 μ m 粒径球形硅胶做基质, 以独有的化学键合技术在其表面完全键合一层亲水性涂层, 因此不仅具有优异的稳定性, 而且对蛋白等生物样品的非特异性吸附作用也非常小, 是目前世界上分辨率最高的体积排阻型色谱柱。孔径有 100 \AA 、150 \AA 、300 \AA 、500 \AA 、1000 \AA 、2000 \AA 六种选择。

下图为采用赛分 Zenix SEC-300 色谱柱对某疫苗的检测图谱, 可以看到主峰峰形对称, 与杂质分离度高, 是疫苗检测的理想选择。



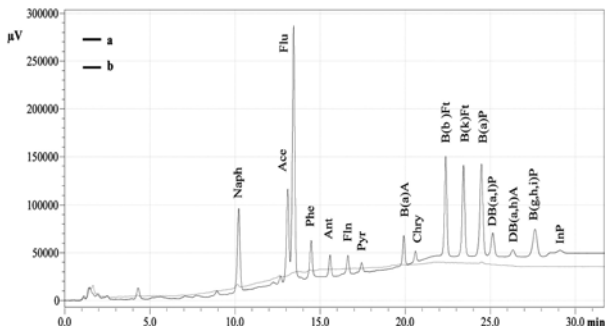
Column: Zenix SEC-300,3 μ m,300A, 7.8x300mm,
(货号: 213300-7830)
Mobile phase: 150mM Phosphate Buffer, pH=7.0
Flow rate: 1.0 mL/min
Wavelength: 280 nm
Column tem.: 25 $^{\circ}$ C
Injection Volume: 10 UL

5、 QuEChERS 法提取鱼肉中的多环芳烃

多环芳烃 (PAHs) 由于致突变和致癌性质而成为欧盟和美国环保署头等污染物名单中的一大有机物家族。除了吸烟者和职业接触人员, 大多数人接触多环芳烃的机会主要来自饮食。在海洋环境中, 通过漂浮化合物和污染沉积物等食物链, 多环芳烃被海洋生物利用。作为亲脂性化合物, 多环芳烃很容易穿过脂膜, 可能在水生生物体内积累。虽然对于大多数人来说, 鱼和海鲜只是全部饮食中的一小部分, 然而对于那些对这类食物非常依赖的人们, 每日摄入多环芳烃将成为一个严重问题。

采用 Sepax-UCT 所提供的 ECMSSA50CT (6 g 无水硫酸镁和 1.5 g 醋酸钠) 和 ECMPSC1815CT (900 mg 无水硫酸镁、300 mg PSA 和 150 mg 封尾 C18) 可以精确的对鱼肉中的多环芳烃残留进行精准的测定, 方法如下:

- 1、取 5 g 均质化的鱼肉, 添加 2mL 工作标准液 (含 16 种多环芳烃), 加标样品可静置 30 分钟, 需避光。将加标鱼肉样品分别加入 ECMSSA50CT 中, 并加入 6 mL 乙腈;
- 2、旋涡 3 分钟, 3400 rpm 下离心 3 分钟;
- 3、取适量体积上清液加入到 ECMPSC1815CT 中, 旋涡 3 分钟, 3400 rpm 下离心 3 分钟;
- 4、取上清液用 0.20 μ m PTFE 滤膜过滤, 用 LC-FLD 进行分析。



Column: C18 柱 (150 x4.6, 5 μ m,
Mobile phase: 0 - 5min 50%ACN
5 - 20min 50% - 100%ACN
20 -33min 100%ACN
33 -34min 100%-50%ACN
Detection: 荧光检测
Flow rate: 0.8ml/min
Inj.Vol. : 15 μ L

各种药物残留回收率的比较:

样品	加标水平			加标回收率		
	加标水平I (ng/g)	加标水平II (ng/g)	加标水平III (ng/g)	加标水平I	加标水平II	加标水平III
萘	200.6	100.0	19.0	108.8 ±1.5	105.9 ±1.9	110.5 ±1.2
蒽	200.6	100.0	19.0	94.2 ±1.6	96.0 ±3.8	97.3 ±3.1
芴	39.6	19.7	3.8	101.7 ±1.8	97.3 ±1.1	100.7 ±2.9
菲	20.0	10.0	1.9	92.0 ±0.4	99.2 ±2.3	92.9 ±2.2
蒽	20.0	10.0	1.9	95.3 ±1.1	94.5 ±1.4	95.0 ±1.9
荧蒽	39.5	19.7	3.7	91.8 ±1.9	94.4±0.5	91.7±4.8
芘	19.4	9.7	1.8	95.0±1.0	93.1±0.4	96.3±3.7
苯并[a]蒽	19.7	9.8	1.9	93.8±1.5	91.0±0.4	90.0±1.9
屈	19.8	9.9	1.9	92.9±1.3	92.0±0.9	91.6±1.6
苯并[b]荧蒽	40.2	20.0	3.8	98.8±1.1	90.5±0.3	93.7±3.5
苯并[k]荧蒽	20.0	10.0	1.9	93.9±1.1	90.2±0.4	89.8±3.6
苯并[a]芘	20.1	10.0	1.9	90.1±1.5	87.5±0.5	87.3±1.0
二苯并[a, 1]芘	40.0	19.9	3.8	93.2±1.6	86.6±0.2	89.3±1.1
二苯并[a, h]蒽	40.0	19.9	3.8	103.6±1.5	96.8±1.9	101.5±1.0
苯并[g, h, i]芘	39.8	19.8	3.8	94.5±2.0	90.0±0.5	86.0±1.6
茚并 [1, 2, 3-cd]芘	20.1	10.0	1.9	89.6±2.0	84.8±0.4	89.2±3.4

相关产品订购信息

Sepax GP-C18 分析柱订购信息

长度 x 内径	粒径 (μm)	孔径 (\AA)	订货号
10mm x 4.0mm (保护柱)	3	120	101183-4001
150mm x 4.6mm	3	120	101183-4615
250mm x 4.6mm	3	120	101183-4625
10mm x 4.0mm (保护柱)	5	120	101185-4001
150mm x 4.6mm	5	120	101185-4615
250mm x 4.6mm	5	120	101185-4625

Sepax 氨基酸 (AA) 分析柱订购信息

长度 x 内径	粒径 (μm)	孔径 (\AA)	订货号
10mm x 4.0mm (保护柱)	5	120	AA185-4001
250mm x 4.6mm	5	120	AA185-4625

Sepax Zenix SEC 分析柱

长度 x 内径	粒径 (μm)	孔径 (\AA)	订货号
50mm x 4.6mm (保护柱)	3	100	213100-4605
50mm x 7.8mm (保护柱)	3	100	213100-7805
300mm x 4.6mm	3	100	213100-4630
300mm x 7.8mm	3	100	213100-7830
50mm x 4.6mm (保护柱)	3	150	213150-4605
50mm x 7.8mm (保护柱)	3	150	213150-7805
300mm x 4.6mm	3	150	213150-4630
300mm x 7.8mm	3	150	213150-7830
50mm x 4.6mm (保护柱)	3	300	213300-4605
50mm x 7.8mm (保护柱)	3	300	213300-7805
300mm x 4.6mm	3	300	213300-4630
300mm x 7.8mm	3	300	213300-7830



Sepax Technologies

Sepax Technologies, Inc.
5-100 Innovation Way, Newark, Delaware, USA
Tel: 302-3661101
Fax: 302-3661151

苏州赛分科技有限公司
地址：苏州工业园区生物纳米科技园
电话：0512-69369056
传真：0512-69369025

上海办事处
地址：上海市浦东新区东昌路600号东昌大楼214室
电话：021-50322360, 50322361
传真：021-50322361

全国免费咨询电话：
400-636-8880