

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
  - 黄芩的检测
  - 头孢曲松钠的检测
  - 盐酸格拉司琼的检测
  - 猪肉中氯霉素的检测

- 产品订购信息

Better Surface Chemistry for Better Separation



Sepax Technologies

## 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与销售, 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。

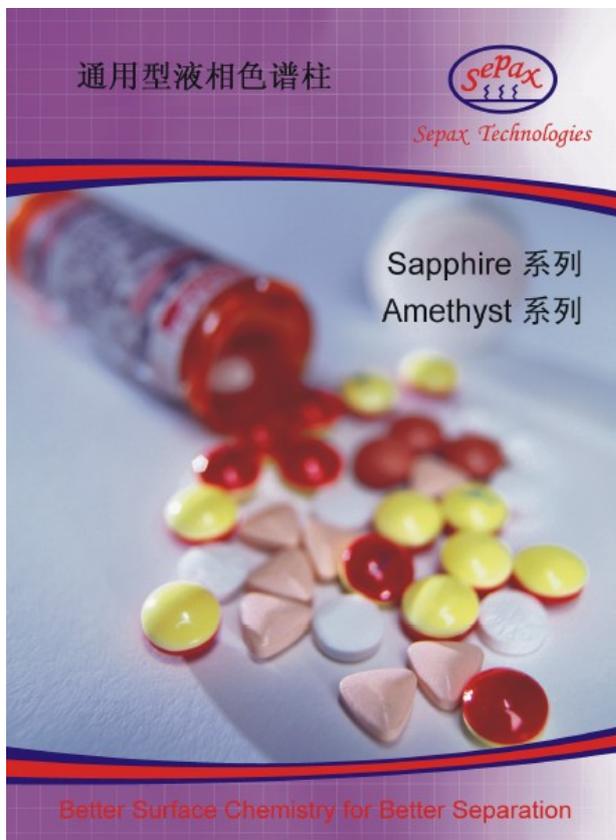
## 赛分科技在江南大学开展学术交流活动

日前, 赛分科技在江南大学国家重点实验室举办了一场色谱技术学术交流活动, 吸引了江南大学的数十位师生参加。赛分科技董事长黄学英博士借回国的机会, 专程参加了此次交流会。期间, 黄博士对赛分科技产品做了简要介绍, 并与大家就国际上分析检测领域, 尤其是生物分析领域的最新进展进行了深入的交流, 师生们反应热烈, 踊跃提问, 黄博士一一细致解答, 活动在友好和谐的氛围中圆满结束。

## 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。为了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《通用型液相色谱柱》已发布, 欢迎电话或通过当地赛分经销商索取!**



## 产品应用园地

### 1、 黄芩的检测

**别名：**山茶根、黄芩茶、土金茶根

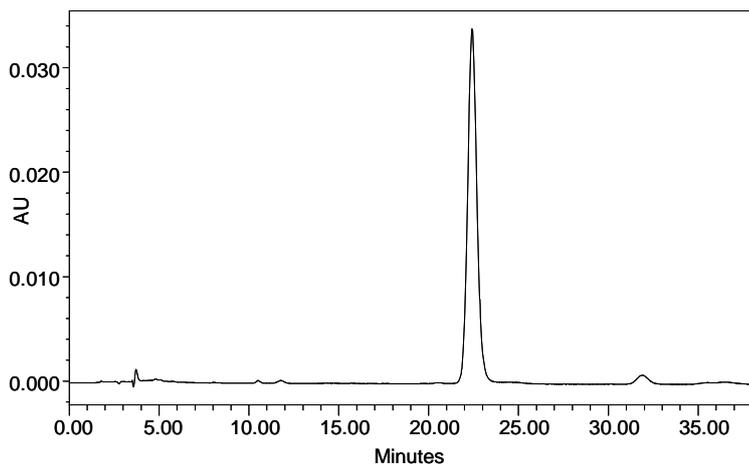
**主要有效成分：**黄芩苷、黄芩苷元、汉黄芩素等

**功能与主治：**清热燥湿，泻火解毒，止血，安胎。用于湿温、暑温胸闷呕恶，湿热痞满，泻痢，黄疸，肺热咳嗽，高热烦渴，血热吐衄，痈肿疮毒，胎动不安。



黄芩为唇形科 (*Labiatae*) 植物黄芩 (*cutenafiabaicalensisGeorg*) 的干燥根，是一种常用的中药。黄芩的有效成分主要是黄酮类化合物，主要有黄芩苷、黄芩苷元、汉黄芩素、汉黄芩苷、黄芩新素 I 和黄芩新素 II 等，其中含量较高的为黄芩苷，是黄芩及其制剂的主要质量控制成分

2010 版药典规定以黄芩苷为标准物，采用高效液相色谱法进行测定。具体规定为：采用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇-水-磷酸 (47:53:0.2) 为流动相，检测波长为 280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 2500。



Column: Sapphire-C18 5um,120A, 4.6x250mm

(订货号: 801185-4625)

Mobile phase: CH<sub>3</sub>OH:H<sub>2</sub>O:H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>=47:53:0.2 (V/V)

Flow rate: 1.0 mL/min

Wavelength: 280 nm

Column tem.: RT

Injection Volume: 10 uL

上图所示为赛分 Sapphire-C18 色谱柱在黄芩检测中进行色谱条件与系统适用性实验的图谱，从图中看到黄芩苷的保留时间为 23 分钟左右，峰形对称、尖锐，理论塔板数可达到 9000 以上，远高于药典所要求的 2500 值，是分析黄芩样品的最佳选择。

### 2、 头孢曲松钠的检测

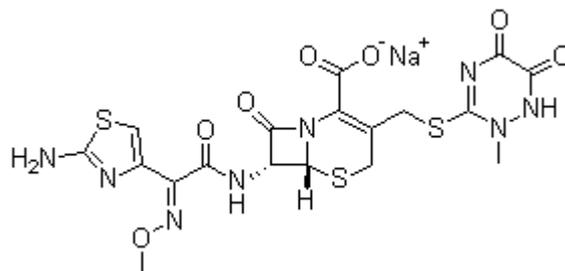
英文名: Ceftriaxone Sodium

结构式: 见右图

分子式: C<sub>18</sub>H<sub>16</sub>N<sub>8</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>7</sub>S<sub>3</sub>•7/2H<sub>2</sub>O

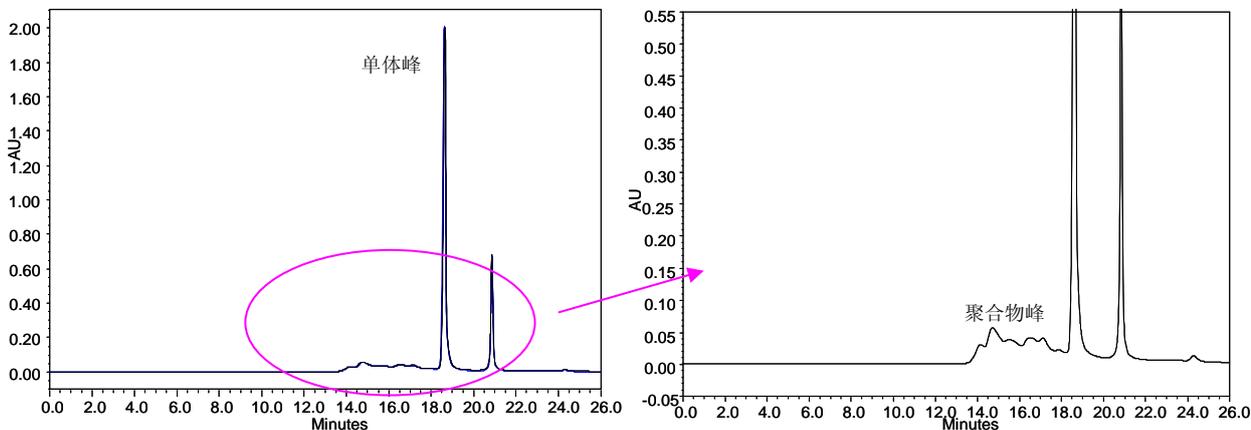
分子量: 661.59

性质: 本品为白色或类白色结晶性粉末; 无臭。本品在水中易溶, 在甲醇中微溶, 在氯仿或乙醚中几乎不溶。



头孢曲松钠结构式

头孢曲松钠为第三代头孢菌素类抗生素，对肠杆菌科细菌有强大活性。由于头孢类抗生素分子本身聚合成多价半抗原后（即高分子聚合物）可引发过敏反应，所以药典历来对该类药品的聚合物含量有严格的要求。2010版药典规定对头孢曲松钠的聚合物的检测采用分子排阻法进行，即采用葡聚糖 G-10(40-120 μm)装填内径 1.0-1.4cm、柱长 30-40cm 的玻璃管柱检测。但这种方法面临填料粒径大、柱效低，柱子大、费溶剂，自行装柱差异大的缺点。而赛分科技所开发的检测方法采用 Zenix SEC-150 预装柱，以 3μm 经特殊处理的表面硅胶做填料，完全克服了以上问题，是头孢类抗生素检测的新趋势。



Column: Zenix SEC-150 3μm, 150Å, 7.8x300mm,

(订货号: 213150-7830)

Mobile phase: 10 mM CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> pH=6.5

Flow rate: 0.5 mL/min

Wavelength: 254 nm

Column tem.: RT

Injection Volume: 10μL

Pressures: 785-825psi

从上图可以看出，Zenix SEC-150 色谱柱可使聚合物峰与头孢曲松钠单体峰完全分离，而且不同聚合度的样品峰也有明显的分离趋势。

Zenix 色谱柱采用 3μm 改性硅胶作为固定相，有 100、150、300Å 三种孔径选择，是目前世界上分辨率最高的体积排阻柱，广泛应用于世界各大研究机构及制药企业中。

### 3、 盐酸格拉司琼的检测

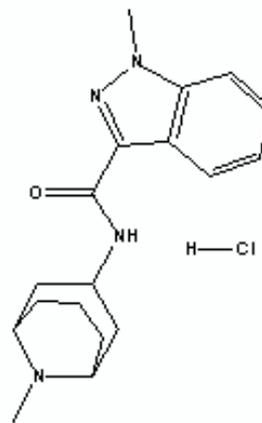
英文名: Granisetron Hydrochloride

结构式: 见右图

分子式: C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>N<sub>4</sub>O•H<sub>2</sub>O

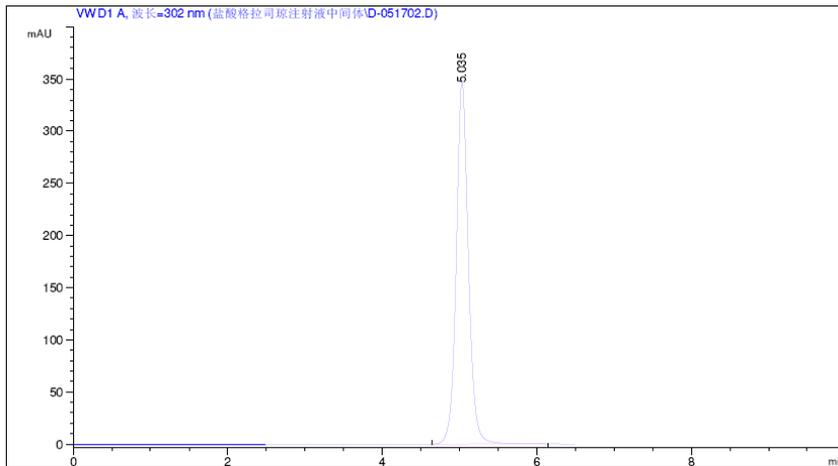
分子量: 348.87

性质: 本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭、味苦。本品在水中易溶，在甲醇中略溶；在 0.1mol/L 盐酸溶液中略溶。



盐酸格拉司琼

盐酸格拉司琼主要用于放射治疗、细胞毒类药物化疗引起的恶心和呕吐，最初由英国 Beecham 公司开发于 80 年代中期。2010 版药典所规定的检测方法较 2005 版药典稍作修改，由 C18 反相柱改为氰基柱，流动相为含 0.25% (ml/ml) 三乙胺的 0.05mol/L 醋酸钠溶液（用冰醋酸调节 pH 值至 6.0）-甲醇（50:50），检测波长为 302nm。



Column: HP-CN 5 $\mu$ m, 120A, 4.6x250mm

(订货号: 113315-4625)

Mobile phase: 含 0.25% (ml/ml) 三乙胺的  
0.05mol/L 醋酸钠溶液 (用冰醋酸调节 pH 值  
至 6.0) - 甲醇 (50:50)

Flow rate: 1.0 mL/min

Wavelength: 302nm

Column tem.: RT

Injection Volume: 20  $\mu$ L

赛分 HP-CN 色谱柱固定相键合有氰丙基官能团, 可与极性化合物发生相互作用。该固定相采用单分子层官能团和全封尾化学键合技术, 具有高的选择性和分离效率。采用赛分 HP-CN 柱检测盐酸格拉司琼, 样品峰理论塔板数达 5476, 远高于药典规定的色谱条件与系统适用性实验所要求的 2000 值, 是盐酸格拉司琼检测的最佳选择。

#### 4、猪肉中氯霉素残留的检测

氯霉素 (Chloramphenicol, CAP) 曾作为广谱抗生素广泛应用于养殖业。但由于其具有严重的毒副作用, 残留于动物性食品中的氯霉素严重威胁着人类健康。我国农业部于 2002 年 12 月明文规定, 氯霉素及其盐、脂等在所有食品动物的所有可食用组织中不得检出。但由于氯霉素的低廉价格和稳定的抗菌性, 在畜牧养殖业中仍存在有违法使用的现象。赛分科技可提供动物组织中氯霉素残留检测的整套方法及相关产品。

##### 检测方法

###### (一) 样品准备

- 1、称取 10g 待检猪肉样品于 50mL 具塞离心管中;
- 2、加入 2~3g 无水硫酸钠和 30 mL 乙酸乙酯, 均质 1 min, 以 5000rpm 离心 5min 后, 用吸管吸出上层乙酸乙酯于浓缩瓶中, 残渣用 15 mL 乙酸乙酯重复提取, 合并提取液;
- 3、提取液在 50 $^{\circ}$ C 水浴中旋转蒸发 (或氮气吹干);
- 4、加入 1mL 甲醇-氯化钠溶液 (20% 甲醇: 4g/100mL 氯化钠溶液=20:80, v/v) 和 4 mL 正己烷, 充分振荡后, 转移至 10mL 具塞离心管中, 用 1mL 甲醇-氯化钠溶液清洗浓缩瓶, 合并清洗液;
- 5、涡旋 0.5min, 经 3000rpm 离心 3min 后, 用吸管吸去正己烷, 加入 4 mL 正己烷, 重复以上操作;
- 6、加入 4mL 乙酸乙酯提取水相 2 次, 将乙酸乙酯提取液在 50 $^{\circ}$ C 下浓缩至干 (或氮气吹干), 用 10mL 水溶解残渣。

注: 本步骤参考《GB/T 9695.32-2009 肉与肉制品 氯霉素含量的测定》

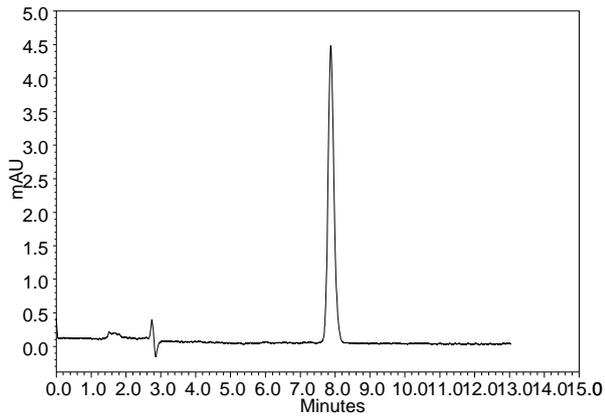
###### (二) SPE 净化

1. 活化: 取固相萃取小柱 H2P 60mg/3mL (订货号: SSH2P063), 用 2mL 甲醇, 2mL 水活化。
2. 上样: 取 1mL 提取液上样
3. 淋洗: 1mL 的 20% 甲醇
4. 洗脱: 2mL 甲醇
5. 浓缩: 氮气吹干, 1mL 流动相溶解, 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤

###### (三) 液相检测

采用赛分 BR-C18, 120 $\text{\AA}$ , 5 $\mu$ m, 4.6x250mm 色谱柱 (订货号: 102185-4625) 进行检测, 流动相为 50% 甲醇, 流速为 1ml/min, 检测波长为 278nm, 进样量为 20 $\mu$ L。

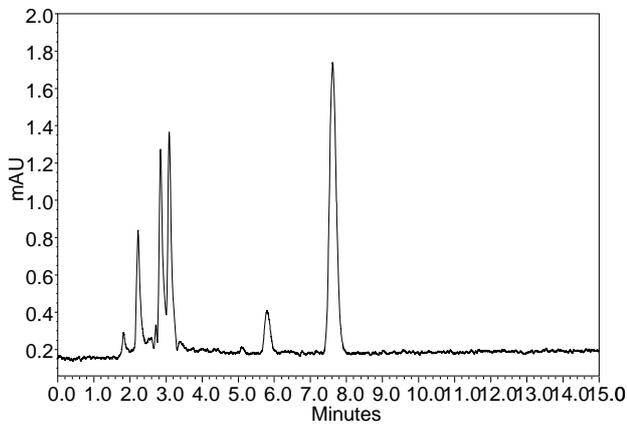
## 实验结果



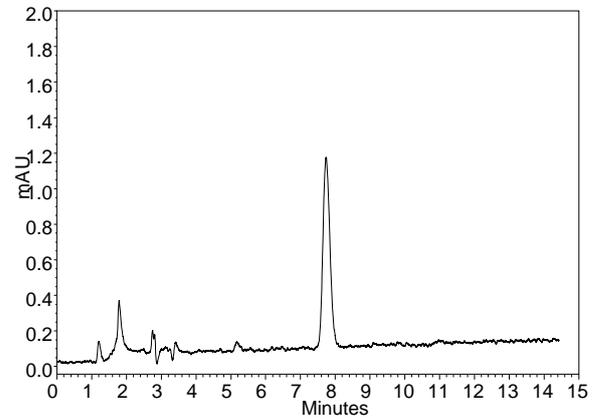
氯霉素标品进样图谱

如氯霉素标品进样图谱所示，氯霉素样品在赛分 BR-C18 色谱柱上保留时间为 8 分钟左右，峰形对称，柱效高，非常适合氯霉素的检测。

Sepax BR-C18 柱使用的是被完全覆盖的键合硅胶填料，专为各种碱性化合物的分离而设计，在高的 pH 环境下仍具有优异的化学稳定性，适用 pH 范围可达 1.5-10.5，非常适合抗生素类药物的检测。



SPE 净化前的样品色谱图



经 H2P 固相萃取柱净化的样品色谱图

比较上面赛分 H2P 固相萃取小柱净化前后的样品谱图可以看出：H2P 固相萃取小柱可除去样品中大部分的杂质，避免了杂质对实验结果的干扰，同时延长了色谱柱的使用寿命。回收率测定表明氯霉素的回收率保持在 95%-105% 的高水平上。

## 相关产品订购信息

### Sepax Sapphire C18 订购信息

长度 x 内径	粒径( $\mu\text{m}$ )	孔径 ( $\text{\AA}$ )	订货号
100mm x 4.6mm	5	100	801185-4610
150mm x 4.6mm	5	100	801185-4615
250mm x 4.6mm	5	100	801185-4625

### Sepax HP-CN 订购信息

长度 x 内径	粒径( $\mu\text{m}$ )	孔径 ( $\text{\AA}$ )	订货号
100mm x 4.6mm	5	120	113315-4610
150mm x 4.6mm	5	120	113315-4615
250mm x 4.6mm	5	120	113315-4625

### Sepax BR-C18 订购信息

长度 x 内径	粒径( $\mu\text{m}$ )	孔径( $\text{\AA}$ )	订货号
100mmx4.6mm	5	120	102185-4610
150mmx4.6mm	5	120	102185-4615
250mmx4.6mm	5	120	102185-4625

### Sepax Zenix SEC-150 订购信息

长度 x 内径	粒径( $\mu\text{m}$ )	孔径( $\text{\AA}$ )	订货号
300mmx4.6mm	3	150	213150-4630
300mmx7.8mm	3	150	213150-7830

### Sepax-UCT SPE 柱订购信息

产品描述	产品规格	订货号	包装
H2P	60mg/3mL	SSH2P063	50 支



*Sepax Technologies*

赛分（美国）科技有限公司  
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：400-636-8880