



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 204924760 U

(45) 授权公告日 2015. 12. 30

(21) 申请号 201520682243. 8

(22) 申请日 2015. 09. 06

(73) 专利权人 环境保护部南京环境科学研究所  
地址 210042 江苏省南京市玄武区蒋王庙街  
8号

(72) 发明人 孔祥吉 王霞 张雪梅 吴文铸  
孔德洋 许静 单正军

(74) 专利代理机构 南京苏高专利商标事务所  
(普通合伙) 32204

代理人 肖明芳

(51) Int. Cl.

G01N 1/34(2006. 01)

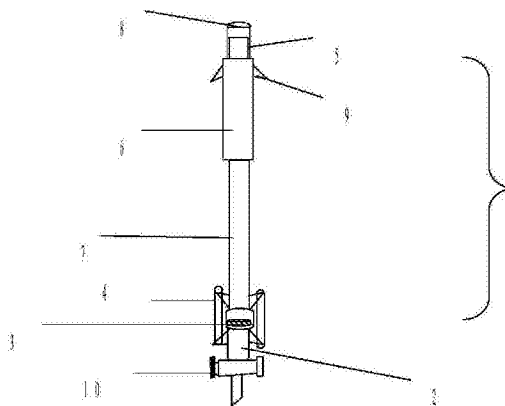
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 实用新型名称

一种中体积样品提取液的层析净化柱

(57) 摘要

本实用新型公开了一种中体积样品提取液的层析净化柱,包括从上到下相互连接的净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管,所述的净化剂盛装管上管从上到下依次为加样部、扩容部和连接部,其中,加样部、扩容部和连接部的内径比为4:5~6:3,长度比为1:3~4:5;在扩容部的上端设置有朝下的玻璃弯钩;在连接部的下端设置有向上弯的玻璃弯钩,净化剂盛装管下管的上端设置有向下弯的玻璃弯钩,下端具有活动旋塞;净化剂盛装管下管的上端嵌有石英砂垫片;所述净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管相互套接构成层析净化柱。本实用新型主要针对于中体积样品提取液的净化操作,具有密封性好、可拆卸、防短流、易清洗,经济高效,应用范围广的特点。



1. 一种中体积样品提取液的层析净化柱,包括从上到下相互连接的净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管,其特征在于:

所述的净化剂盛装管上管从上到下依次为加样部、扩容部和连接部,其中,加样部、扩容部和连接部的内径比为 4 : 5 ~ 6 : 3,长度比为 1 : 3 ~ 4 : 5,在扩容部的上端设置有朝下的玻璃弯钩,在连接部的下端设置有向上弯的玻璃弯钩;

所述的净化剂盛装管下管的上端设置有向下弯的玻璃弯钩,下端具有活动旋塞;

所述净化剂盛装管下管的上端嵌有石英砂垫片;

所述净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管相互套接构成层析净化柱。

2. 根据权利要求 1 所述的层析净化柱,其特征在于,所述的层析净化柱还包括玻璃塞,所述玻璃塞的外侧以及加样部瓶口的内壁均为磨口结构,所述的玻璃塞设置于加样部的瓶口内。

3. 根据权利要求 1 所述的层析净化柱,其特征在于,所述的净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管通过磨口连接。

4. 根据权利要求 1 所述的层析净化柱,其特征在于,所述的净化剂盛装管上管下端的玻璃弯钩与净化剂盛装管下管上端的玻璃弯钩通过弹力橡胶圈缠绕固定。

5. 根据权利要求 1 所述的层析净化柱,其特征在于,所述石英砂垫片为孔径 100 目的玻璃砂片,所述石英砂垫片的直径等于连接部下端的磨口的外径。

6. 根据权利要求 1 所述的层析净化柱,其特征在于,所述净化剂盛装管下管设有中间通孔的聚四氟旋塞。

7. 根据权利要求 1 所述的层析净化柱,其特征在于,所述净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管的长度比为 2.5 ~ 3 : 1。

## 一种中体积样品提取液的层析净化柱

### 技术领域

[0001] 本实用新型涉及一种液体样品前处理装置,具体地涉及一种中体积样品提取液的层析净化柱。

### 背景技术

[0002] 目前环境样品的有机提取液的净化操作大多依靠商品化的净化柱完成的,如 C<sub>18</sub> 柱,氨基柱,氰基柱等,其所填净化剂的种类相对较固定(通常为 1~2 两种填料),主要是对提取液中的杂质有较强的选择性吸附,达到去除的目的,且提取液中的目标物在净化剂中的吸附性较低,不会因净化操作而损失。商品净化柱对某些杂质如蛋白、色素的去除效果较好,但存在如下缺陷:1) 通常环境样品中含多种杂质,而净化柱的填充剂多为去除单一杂质的功能性净化剂,要达到理想的净化目的,必须串接不同类型的净化柱,增加了处理成本;2) 商品净化柱的填料通常压实度较高,密度大,当净化的提取液含有腐殖酸等大分子的有机物时,净化速率大大降低,甚至堵塞;3) 对于吸附性较强的目标有机物,塑料材质的净化柱更会引起目标物的吸附残留,造成目标物损失;对于某些增塑剂类目标物,塑料净化柱则会产生引入外源污染,出现假阳性的结果。

[0003] 此外,现有的自制的净化层析柱多为一体式,不可拆卸,样品提取液净化后,净化柱的清洗成为难题,一部分原因净化管较长,填充剂经脱水、去蛋白,去脂等操作后,压的较实,没有合适的器具很难清除净化剂,仅靠倒置后从进口端振动或抖动清除废弃净化剂费时费力,且容易造成净化管破损,事倍功半。同时净化管长度设计不合理还容易导致有效净化体积减少,净化效率降低等弊病;或者,要保证足够的净化效率,需将提取液进行预浓缩,以减少净化剂的使用量,使样品前处理的操作变的繁琐。

### 实用新型内容

[0004] 本实用新型的目的在于提供一种密封性好、操作简单、可重复使用、便于清洗的中体积样品提取液的层析净化柱。

[0005] 为实现上述目的,本实用新型的中体积样品提取液的层析净化柱,包括从上到下相互连接的净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管,其中:

[0006] 所述的净化剂盛装管上管为一体化的结构,从上到下依次为加样部、扩容部和连接部,其中,加样部、扩容部和连接部的内径比为 4:(5~6):3,长度比为 1:(3~4):5,扩容部的管径明显粗于加样部,目的用于容纳提取液的主体;在扩容部的上端设置有朝下的玻璃弯钩,主要用于在无支架情况下将层析净化柱挂靠于其它设备或物体上完成净化操作;在连接部的下端设置有向上弯的玻璃弯钩。连接部的管径小于扩容部,且其长度大于扩容部,从而可以保证填充足够量的净化剂。

[0007] 所述的净化剂盛装管下管的上端设置有向下弯的玻璃弯钩,下端具有活动旋塞;

[0008] 所述净化剂盛装管下管的上端嵌有石英砂垫片,主要作用为承载净化剂、预防净化剂流失及堵塞系统;

[0009] 所述净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管相互套接构成层析净化柱。

[0010] 所述的层析净化柱还包括玻璃塞,所述玻璃塞的外侧以及加样部瓶口的内壁均为磨口结构,所述的玻璃塞设置于加样部的瓶口内,通过设置玻璃塞可减少液体的挥发。

[0011] 优选地,所述的净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管通过磨口连接。

[0012] 在一种优选的实施方案中,所述的净化剂盛装管上管下端的玻璃弯钩与净化剂盛装管下管上端的玻璃弯钩通过弹力橡胶圈缠绕固定,通过弹力橡胶圈将净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管对应的玻璃弯钩拉紧,从而固定层析柱整体。

[0013] 优选地,所述石英砂垫片为孔径 100 目的玻璃砂片,所述石英砂垫片的直径等于连接部下端的磨口的外径。

[0014] 优选地,所述净化剂盛装管下管设有中间通孔的聚四氟旋塞,通过转动所述的聚四氟旋塞,可以控制层析净化管中液体的净化速率。

[0015] 优选地,所述净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管的长度比为 (2.5 ~ 3) : 1。

[0016] 有益效果:与现有技术相比,本实用新型的中体积样品提取液层析净化管具有如下优点:

[0017] (1) 通过将净化管分为两部分,并以磨口嵌套技术连接,实现净化管的可拆卸,便于废弃净化剂的清除;

[0018] (2) 通过净化管的各部分的管径设计成不同尺寸,实现中体积提取液的一次性添加(保证可容纳)、提取液的高效逐层净化防短流,和净化流速可调的目的,使整个操作合理、流畅;

[0019] (3) 装置各个部件之间的连接大多采用磨口即磨砂口设计,同步实现了装置的气密性和可拆卸性;承载净化剂的玻璃砂片为独立单元,既可在置入后有效承载净化剂,又可在取出后快速清除净化剂;

[0020] (4) 对于中体积样品(30 ~ 70ml)提取液的净化,可免除预浓缩一步;且可根据提取液杂质的预分析,针对性的添加 3 种以上的复合净化剂填料,实现净化的高效性。

## 附图说明

[0021] 图 1 为本实用新型的结构示意图。

## 具体实施方式

[0022] 下面结合结构示意图对本实用新型作更进一步的说明。

[0023] 如图 1 所示,本实用新型提供了一种中体积样品提取液层析净化柱,包括净化剂盛装管上管 1,净化剂盛装管下管 2,净化剂承载用石英砂垫片 3,连接用弹力橡胶圈 4。净化剂盛装管上管 1 为一体式结构,其包括三个部分,分别为加样部 5、扩容部 6 和连接部 7,其中,加样部 5 即作为层析净化柱的瓶口,在本实施例中,瓶口的长度为 3cm,内径为 2.4cm,壁厚 2.5mm,瓶口为磨口设计,里面设置有玻璃塞 8,玻璃塞 8 的外侧以及加样部 5 瓶口的内壁均为磨口结构,玻璃塞 8 设置于加样部的瓶口内。扩容部 6 的管径为 2.9cm,长度为 10cm,其作为容纳提取液的主体,在扩容部的上端设置有朝下的玻璃弯钩 9,主要用于在无支架情况下将层析净化柱挂靠于其它设备或物体上完成净化操作。连接部 7 的管径为 1.8cm,长度为 15.5cm,其下端为磨口设计,用于与净化剂盛装管下管 2 通过磨口连接,在连接部的下端

设置有向上弯的玻璃弯钩,在净化剂盛装管下管 2 的上端均设置有向上弯的玻璃弯钩。净化剂盛装管下管 2 的长度为 10cm。

[0024] 净化剂承载用石英砂垫片 3 活动嵌入净化剂盛装管下管 2 的上端,净化剂盛装管上管 1 和净化剂盛装管下管 2 通过磨口嵌套连接、密闭,然后用弹力橡胶圈 4 将净化剂盛装管上管 1 和净化剂盛装管下管 2 的玻璃弯钩连接,使其为一个整体,同时净化剂盛装管下管 2 具有聚四氟材质的活动旋塞 10,可控制提取液净化的速度。

[0025] 本实用新型的中体积样品提取液的层析净化柱的使用过程分为四个部分:

[0026] (1) 组装。将净化剂承载石英砂垫片平整放入净化剂盛装管下管后,将净化剂盛装管上管的经磨口端插入净化剂盛装管下管,用适度的力旋紧磨口,以保证密封。将弹力橡胶圈套住对应的净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管的玻璃弯钩,使净化柱成为一体,将净化剂盛装管下管的聚四氟旋塞插入,旋紧活塞,以防漏液。

[0027] (2) 装柱,根据提取液的体积,将适量的不同类型的净化剂分段填充到层析净化柱中,从层析净化柱的上端加入与提取液成分相同的溶剂,对净化剂进行润洗和活化(同时减少溶剂吸收造成的损失),待溶剂浸湿净化剂后,旋开下端的聚四氟旋塞,使润洗液逐滴流出,待层析净化柱溶剂液面即将低于净化剂顶端时,关闭下端的聚四氟旋塞,同时以磨口玻璃塞盖住净化柱,防止溶剂挥发;

[0028] (3) 净化,打开顶端封口塞,将中体积样品提取液全部倒入,调节净化柱下端的旋塞,控制净化速率在 1 滴/秒,使全部提取液流经净化柱,完成净化操作,待提取液全部净化后,再以少量的溶剂过净化柱,以洗出可能吸附在净化剂上残留的目标物。

[0029] (4) 清洗系统,打开用于连接的弹力橡胶圈,旋开净化剂盛装管上管的和净化剂盛装管下管磨口连接部分,取出玻璃纱片,轻轻抖动净化剂盛装管上管,将用过的净化剂取出丢弃,将净化剂盛装管下管的聚四氟旋塞去除,清洗中体积样品提取液的层析净化柱的各个组件,完成样品提取液的层析净化操作。

[0030] 下面以中华圆田螺样品中的莠去津提取液的净化为例介绍本实用新型装置的使用方法,具体的流程包括如下步骤:

[0031] (1) 净化柱的组装:将净化剂承载石英砂垫片平整放入净化剂盛装管下管后,将净化剂盛装管上管经磨口端插入净化剂盛装管下管,用适度的力旋紧磨口,以保证密封。将弹力橡胶圈套住对应的净化剂盛装管上管和净化剂盛装管下管的玻璃弯钩,使净化柱成为一体,将净化剂盛装管下管的聚四氟旋塞插入,旋紧活塞,以防漏液。

[0032] (2) 净化剂的选择:中华圆田螺中莠去津的提取主要是采用乙腈和乙酸乙酯混合溶剂进行的,提取液的体积为 30 ~ 50mL,提取液中可能存在的主要的干扰杂质为水分、蛋白质和油脂,针对此三类杂质,选用的净化剂分别为无水硫酸钠,无水硫酸锌和中性氧化铝。

[0033] (3) 净化剂的填装:参照现有的资料关于该生物基质中这几类杂质的组成,按照 2 : 3 : 3 的质量比填充无水硫酸锌、无水硫酸钠和中性氧化铝。

[0034] (4) 净化剂的活化:移取 10ml ~ 20ml 的乙腈到净化柱中,润洗、活化净化剂,调整净化柱底部旋塞的开度,使净化液逐滴流出,待溶剂界面即将低于净化剂顶端时,再移入 10ml ~ 20ml 的乙酸乙酯,调整净化柱底部旋塞的开度,使净化液逐滴流出,待溶剂界面即将低于净化剂顶端时,关闭旋塞,用磨口玻璃塞盖住净化柱的上口端。

[0035] (5) 提取液的净化 :打开顶部玻璃塞,将螺的提取液一次性全部倒入净化柱,调整净化柱下端的旋塞,使净化液的滴出速率维持在 3ml/min,收集净化液。待提取液全部通过净化柱后,再以 5ml 的 1 : 1 的乙腈乙酸乙酯混合溶剂洗脱柱中残存的提取液,完成净化操作。

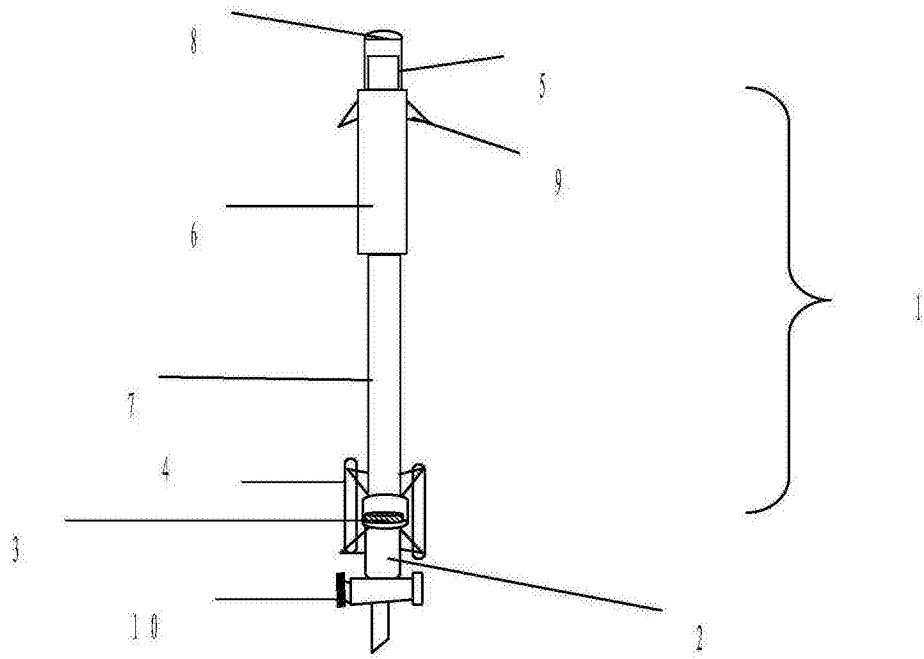


图 1