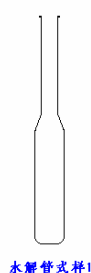


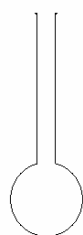
水解氨基酸样品前处理方法

酸水解 (HCl 法)

1. 准确称取固体样品 50—200mg (根据氨基酸的大体含量, 如鱼粉可以少称, 水果等可以大量称样), 小心加入水解管中, 注意: 尽量防止挂壁。



水解管式样1



水解管式样2

左图是水解管的两种式样, 其中**式样 1** 是一次性使用, 管壁要求至少 0.5mm 厚, 如果太薄, 水解过程中有发生炸管可能, 但出现较少; 水解管**式样 2** 可以多次使用, 其管颈较长。

2. 小心加入 1: 1 的分析纯盐酸 (约 6M) 10ml
3. 酒精喷灯封管后置烘箱中于 110℃ 水解 22-24 小时。

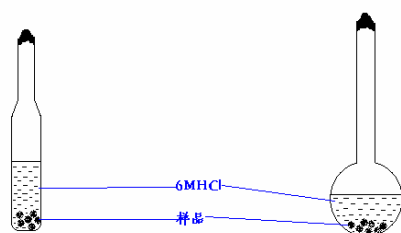
封管的三种方式:

第一: 液态氮冷冻后封管 (注意: 冷冻时不能将水解管直接置液氮中, 否则容易冻裂)

第二: 真空泵抽真空后封管 (注意: 如果真空泵抽力太大, 则容易在封管的过程中将软化的玻璃抽碎)

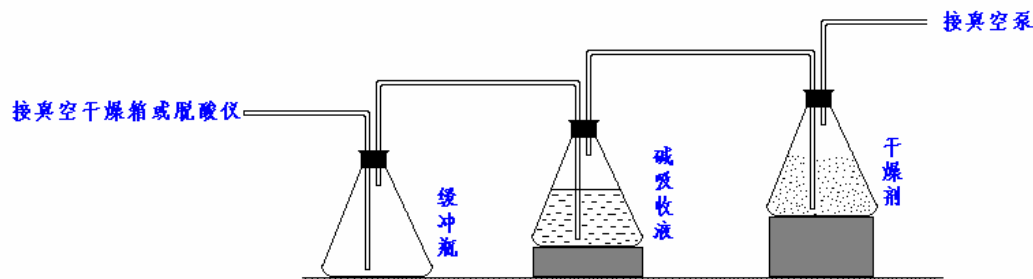
第三: 氮吹仪吹氮气 15 分钟后封管。

推荐: 第三种方法, 比较简单。



左图为封管后的式样, 将封管的样品置烘箱中 110 度水解 22-24 小时后, 取出冷却、开管。

4. 样品过滤和定容。水解后的样品取出冷却至室温, 开管后用小漏斗和滤纸过滤到 25 或 50ml 小容量瓶中, 水解管用去离子水洗涤三次, 洗涤液过滤到容量瓶中, 用去离子水洗涤滤纸, 洗涤液也收集到小容量瓶中。定容至刻度线。
5. 吸取定容后的样品 1-2ml, 置真空脱酸仪上脱酸。温度 60℃, 脱至干燥, 底部留有少许固体或痕迹为止。



脱酸缓冲装置示意图

6. 脱酸后的样品，加入 1-2ml 样品缓冲液，置震荡混合器上混合均匀，针管吸取少量，通过 0.22um 过滤器过滤后，上机分析。

附录：

关于蛋白水解前处理的方法主要是三种：

第一种是液氮冷冻后抽真空的方法，这种方法用到的设备有：

水解管、液氮灌、真空泵、酒精喷灯（或手持式煤气灯）、电烘箱、脱酸仪、缓冲瓶（一般采用厚壁锥形瓶，至少三个）

第二种：水解管、真空泵、酒精喷灯（或手持式煤气灯）、电烘箱、脱酸仪、缓冲瓶

第三种：水解管、氮吹仪、酒精喷灯（或手持式煤气灯）、电烘箱、脱酸仪、缓冲瓶。

推荐第三种方法：原因是好多单位有氮吹仪，充氮气比液氮冷等成本低廉，液氮容易挥发，安钵瓶中装的液氮即使不用，段时间也会挥发完毕；充氮气不用抽真空，抽真空的方法因为水解管烧结的过程中容易抽碎，但是充氮气则无此麻烦。