

葡聚糖凝胶 LH-20 使用说明书

货号: AC15747

规格: 25g/50g/100g

保存: 室温存储

产品简介:

适用于有机溶剂分离嗜脂性分子, 天然产物在有机溶剂中的纯化。可以非常经济的大规模制备各种天然产物, 尤其在中药有效成分提取中作为大孔吸附树脂解析物的纯化。结合凝胶过滤、分配色谱及吸附层析于一身, 能分离结构相近的分子, 因此使用中要考略几种色谱的作用机制。

最高载量可达 250mg 样品/ml 凝胶、极少需要再生、使用得当, 重复使用分离效果可保持不变。

上样量视被分离物的结构性能的差异而定: 差异大, 则大; 差异小, 则小。凝胶过滤的上样量一般为 5-7% 的床体积, 我们建议初次上样量控制在 1-2% 的床体积, 视分离情况可以逐步增加; 柱高的选择也与分离要求相关——难分物质要有一定柱高和流速控制; 流动相可参考 TLC 的条件, 正确的流动相可以提高分离度并缩短分离时间。

流动相的常用溶剂为: 水、甲醇、丙酮、乙酸乙酯、二氯甲烷。这些溶剂的极性依次降低, 对极性的被分离物而言, 保留值和分离度依次递增; 同理选用的凝胶柱高可依次降低, 流速可以增大 (或上样量可以增加, 树脂体积在低极性溶剂中明显收缩)。

溶剂的溶解性, 极性, 沸点, 毒性都是要考虑到的, 二氯甲烷通常在被分离物质间的极性和碱性差异比较小时采用。甲醇通常对带环状 (包括苯环) 物质分离适用, 葡聚糖凝胶对环状物质有强烈吸附。LH-20 同时具备亲水和亲脂双重性质, 且被分离物质的极性在分离过程中起着重要作用。

使用说明:

1 葡聚糖凝胶 LH-20 的原理

葡聚糖凝胶 LH-20 的分离原理主要有两方面: 以凝胶过滤作用为主, 兼具反相分配的作用 (在反相溶剂中)。因为凝胶过滤作用, 所以大分子的化合物保留弱, 先被洗脱下来, 小分子的化合物保留强, 最后出柱。如果使用反相溶剂洗脱, 葡聚糖凝胶 LH-20 对化合物还起反相分配的作用, 所以极性大的化合物保留弱, 先被洗脱下来, 极性小的化合物保留强, 后出柱。如果使用正相溶剂洗脱, 主要靠凝胶过滤作用来分离。

2 葡聚糖凝胶 LH-20 洗脱溶剂

葡聚糖凝胶 LH-20 洗脱溶剂分为两类: 反相和正相两种。用得最多的是反相溶剂洗脱, 以甲醇——水系统最为常见, 先用水, 逐渐增加甲醇比例, 最后用 100% 甲醇冲柱。正相系统以氯仿——甲醇最为常见, 先用 50% 氯仿——甲醇, 逐渐增加甲醇比例, 最后用 100% 甲醇冲柱。

3 样品的处理和洗脱溶剂的选择

如果样品极性大, 选用反相溶剂洗脱 (甲醇——水), 样品用最少体积的甲醇——水 (尽可能甲醇少一些) 溶解, 过滤后, 湿法上样 (必须要进行过滤! 否则把葡聚糖凝胶 LH-20 堵塞, 就必须将葡聚糖凝胶 LH-20 的柱头部分弃去, 造成不必要的浪费)。如果样品极性小, 这选用正相溶剂洗脱 (氯仿——甲醇), 样品用最少体积的氯仿——甲醇溶解, 过滤后, 湿法上样。

4 葡聚糖凝胶 LH-20 的使用方法

将干粉浸泡于 60-70% 乙醇中过夜 (充分搅拌), 洗去可能存在的残留物, 抽干然后湿态不间断装柱, 绝对不能出现凝胶断层 (否则要重新装柱), 动态用一倍柱体积的 60-70% 乙醇淋洗, 再用水洗净乙醇即根据自己选用洗

脱液平衡层析柱至少两个柱体积直到基线变得平稳为止，如改变溶剂应该注意凝胶在新溶剂中的溶胀性质，并根据性质确定柱高。如使用相同的溶剂，在以后的层析中柱平衡可以省略。

(1) 选择条件：

梯度洗脱在葡聚糖凝胶 LH-20 使用中并不象在正相柱层析中那么重要。首先你的样品须要能溶解在尽量少量的洗脱剂中。极性在的用甲醇水系统；极性小者一般用不含水的系统，常用正己烷二氯甲烷甲醇系统。

(2) 饱和层析柱：

用洗脱剂将凝胶摇匀，直立柱身，让其自然沉降，此时要防止气泡留在其中。至少半小时打开开关，流出几个柱体种的洗脱剂，目的是使其膨胀在正确比例的洗脱剂中。

(3) 样品处理：

用尽量少的洗脱剂溶解样品，常压过滤。

(4) 湿法上柱：

(5) 洗脱：

控制流速，一般 1drop/s 以下，可参见厂家的一些参数；必要时更改极性（很多时一个极性就可以将样品洗脱完毕）。

(6) 再生以备下次使用。