

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。