

葡聚糖凝胶 LH-60 使用说明书

货号: AC15737

规格: 25g/100g/500g

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, 因此使用中要考虑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-60 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-60 的原理

葡聚糖凝胶 LH-60 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-60 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-60 洗脱溶剂

葡聚糖凝胶 LH-60 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-60 堵塞, 就必须将葡聚糖凝胶 LH-60 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-60 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-60 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。