

UNISIL® 制备柱的填料优势

- 填料的纯度高，化学稳定性好
- 提高了上样量
- 支持从分析到制备的线性放大
- 分辨率高，能实现快速分离
- 机械强度高，使用寿命长

多种规格供选

Globalsil® 色谱填料				
填料类型	粒径 (μm)	孔径 (Å)	比表面积 (m ² /g)	碳载量 (%)
120-10-C18-AP	10	120	300	17
120-10-C18-BP	10	120	300	15
120-10-C18-BIO	10	120	300	20
120-10-C8-BIO	10	120	300	12
200-10-C8-BIO	10	200	200	8
120-10-C4-BIO	10	120	300	9
300-10-C4-BIO	10	300	100	3
120-10-NH ₂	10	120	300	4
120-30/50-C18-AP	40	120	300	17
120-30/50-C18-BP	40	120	300	15

注：另有多种粒径、孔径的填料供您选择！

色谱柱选择

- 微克级至毫克级的样品，可使用内径 ≤ 10 mm 的色谱柱。
- 毫克级样品可用于进一步的结构鉴定，化学反应及某些生物活性测试：可使用 10 mm-20 mm 内径的色谱柱。
- 克级的样品可用于进一步的生物活性测试，作为合成、半合成工作的原料以及标准品。可使用 20-50 mm 内径的色谱柱。
- 百克级以上或工业化的生产，即使用制备色谱来生产产品，制备色谱要进行充分的预处理，则需要 50 mm 以上内径的色谱柱。

可以根据色谱柱内径分类



- 柱的载样量取决于柱的直径、长度，填料的颗粒度及装填的紧密程度。
- 产量取决于色谱柱的直径和洗脱剂流速等。
- 分辨能力并不总是制备型液相色谱中首要考虑的因素，制备型液相色谱应该首先具有经济、快速地生产所需产品的能力。

制备色谱要进行充分的预处理

在设计纯化方案时，通常先使用高效与低分辨率的预处理方法，其中包括一些经典的方法，如选择性溶剂提取、过滤、沉淀、透析、离心及简单的常压柱色谱分离等。而一些较新的方法，如超临界流体萃取、固相萃取等则更具有快速、高效的优点。

制备色谱需要支持线性放大技术

制备色谱通常分离纯化的化合物都很珍贵，而且有些是从微量的化合物中分离出更微量的某一个或几个化合物，因此，在摸索方法的时候，不允许浪费太多的样品。一般是使用分析柱进行摸索方法，然后进行线性放大。

制备色谱目标物的收集

在收集时常用到以下一些技术

➢ 超载技术

分为质量超载和体积超载两种。一般情况下，判断超载量是否足够，可以以容量因子降低 10% 或柱效下降一半为标准，在此基础上再超载，有可能使纯化纯度不够，增加后续再处理时间，反而浪费时间、溶剂等。

➢ 边缘切割和中心循环色谱

对于两个难分离的样品，在制备过程中，依然需要超载，虽然两个样品会有重叠的部分，但是可以采用分别收集两个样品峰边缘，以及收集两个样品峰交集部分的办法，交集部分可以继续上制备色谱仪纯化，这样就可以分别得到两个高纯的样品。

➢ 中心切割搜集

有些样品在分离的时候，目标物两边总有一些其它样品干扰，且无法去除，这时，可以使用中心切割的办法，而对于目标物两边的部分，可以另外收集，然后进行再制备，或视制备成本而定是否再制备。

当然，对于分离度较好的情况，可剔除延迟时间后直接收集。这也是最理想的状态。而对于一些很难分离的样品，也可以采用色谱柱切换技术或直接再循环技术，以达到更好的分离效果。

应用实例

样品名称：SY-32

制备目标：提纯前目标物含量是 17%，提纯后目标物含量 >95%。以下是制备前、制备时和制备后的谱图。

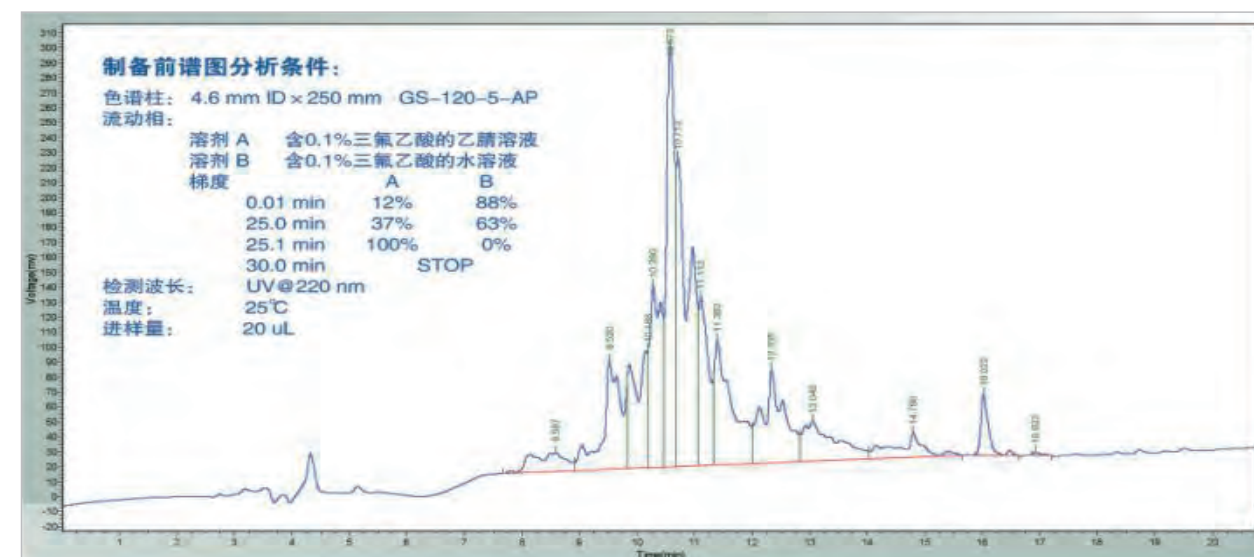


图 1 制备前谱图(目标物含量 17%)

DAC 色谱柱

■ 动态轴向压缩系统是为工业化高压制备色谱而研发的可自动填装色谱柱

➤ 主要应用领域有：

- 1) 高附加值产品(如紫杉醇等)提纯
- 2) 上样量大,附加值低产品(甜菊糖苷等附加值低的药物辅料)生产
- 3) 工艺改进类产品(增大产量或提高产品纯度类产品)

➤ 其优点在于：

- 1) 装柱时间短,无需二次拆装,所以可避免传统色谱柱在拆装时柱床反弹影响柱效。
- 2) 活塞头与柱床始终接触并保持装柱压力,避免了传统色谱柱长时间使用后柱床塌陷的问题,延长使用寿命。
- 3) 不使用电气零部件,可用于防爆区域(或者可采用使用防爆电机的液压站)。

➤ 我公司生产的动态轴向压缩色谱柱(DAC)相比其它厂家产品的优势在于：

- 1) 采用液压站替代气动液压放大泵。其优势在于液压站输出压力平缓,液压缸匀速下降,避免了气动液压放大泵间歇输出带来的冲击力,既保护了填料又避免了设备整体对地面的冲击。
- 2) 管路布局更为简洁。只有连接液压缸的两根油管,其它管路都高度集成,整体性更好。拆装色谱柱时空间更大更方便。
- 3) 可以使用气动及电动两种动力来源。在某些特定场合压缩空气输出压力及产生的压缩空气量并不能满足气动液压放大泵的使用,造成装柱压力不够、装柱时间长而影响柱效。同时有的实验室并不具备压缩空气,无论采用气瓶或者空气压缩机都会产生额外的费用及噪音。而采用电动驱动的防爆电机可以与泵及检测器使用相同的电源。

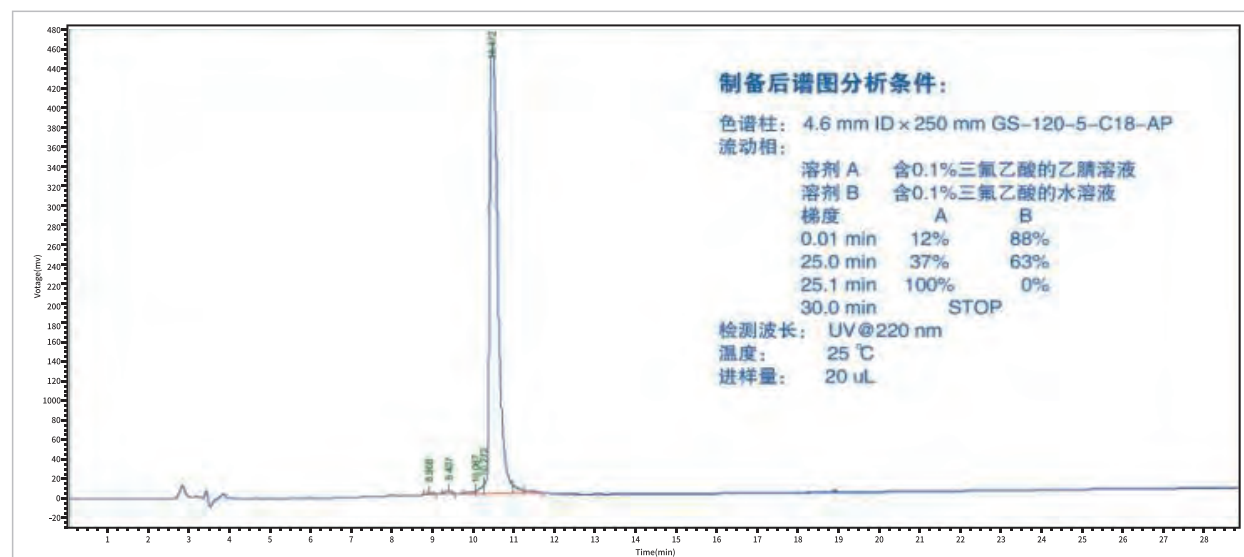
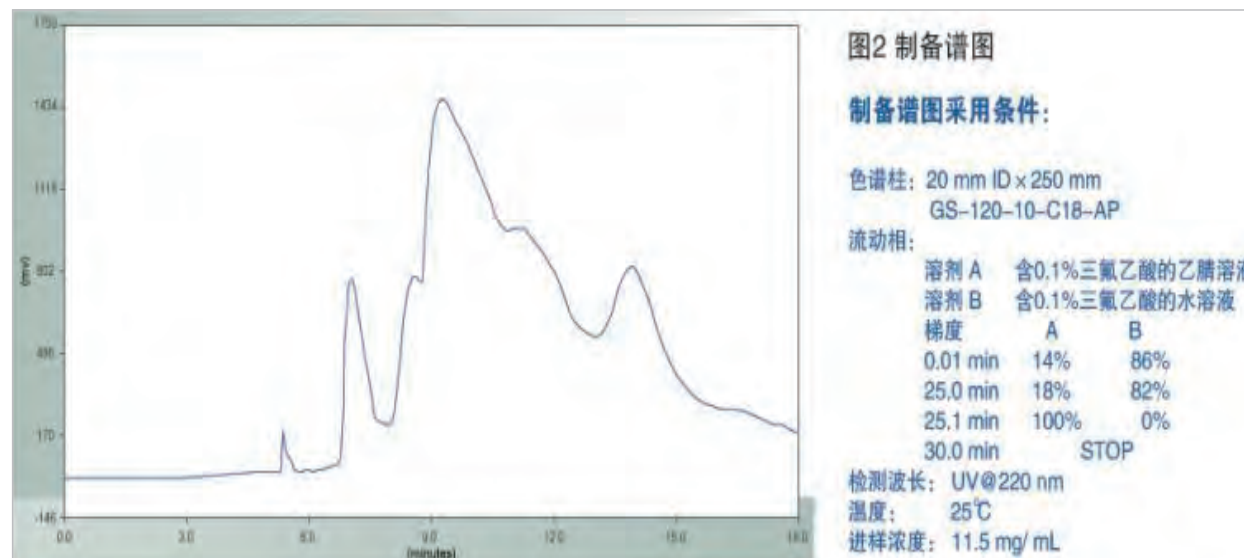


图3 纯化后分析谱图(目标物含量 95.85%)