



UniSil[®]正相硅胶色谱填料 产品使用说明书

文件编号：NM-S-DF-0501

UniSil®正相硅胶填料

使用说明

产品简介

UniSil®是纳微科技利用自主专利技术生产的单分散多孔高纯硅胶色谱填料,可满足实验室高效液相色谱(HPLC)分析和工业制备的各种需求。因具有高度的粒径均一性、完美的球形、优异的机械强度、齐全的规格,且装柱容易、柱效高、分辨率好、反压低等优势,UniSil®已广泛应用于各种有机化合物、天然产物及生物大分子的色谱分析和工业化生产。目前,纳微科技已成为全球大规模生产单分散硅胶色谱填料的行业领导者。可提供四类正相硅胶色谱填料:未键合的硅羟基填料和键合的二醇基、氨基、氰丙基填料,以满足不同极性化合物的分离纯化,特别适用于容易拖尾的极性化合物的分离。

此外,由于采用品质卓越的 UniSil®单分散均一填料,纳微科技制备柱能够确保半制备柱与制备柱在小试、中试、放大生产中的良好重现性,并且线性放大更容易、更灵活。优质的填料配合精湛的装柱技术,可确保柱床稳定。经测试,10 μm 理论塔板数>40,000 T.P./M, 5 μm 理论塔板数>100,000 T.P./M, 峰对称性值介于 0.97~1.15。

产品优势

- (a) 可预装硅胶正相填料;
- (b) 柱床稳定,柱效更高,柱压更低;
- (c) 洗脱更集中,减少洗脱溶剂的用量;
- (d) 允许更高的流速和压力,使用寿命更长。



图 1. UniSil®正相硅胶色谱填料产品图

纯化操作步骤

层析柱装填(推荐动态轴向压缩柱装柱法)

匀浆液的浓度是指填料沉降至体积恒定后的体积比上匀浆液的总体积。为了取得最佳的装柱效果,我们推荐异丙醇为匀浆溶剂,匀浆液浓度为 50~60%。匀浆液的浓度可以按照如下方法配制:

- 1) 首先计算所装色谱柱的柱体积 V_c , 然后计算该体积所需填料的质量 m , 按照下列公式计算:

$$V_c = h \times \pi r^2; \quad m = \rho \times V_c$$

* V_c : 色谱柱柱体积; h : 色谱柱高度; r : 色谱柱半径; ρ : 填料堆积密度。为获得紧密的柱床,推荐填料的质量过量,一般为所需填料 m 的 1.05~1.10 倍。

- 2) 准备好色谱柱,总的柱体积应该足够把匀浆液一次倒入。
- 3) 使用洗瓶或倒流的方法将色谱柱底部的筛板用匀浆液溶剂润湿,并关掉色谱柱出液口阀门,在色谱柱底部保留 1~2 cm 高的液体。
- 4) 重新搅动匀浆液,确保其分散均匀。
- 5) 把匀浆液慢慢的倒入色谱柱中,防止混入气体。
- 6) 待匀浆液完全转移到色谱柱,用装有匀浆液溶剂的洗瓶冲洗色谱柱内壁。
- 7) 对于粒径 10 μm 的硅胶填料推荐设定 80~100 Bar 的压力,对于 20~40 μm 的硅胶填料推荐设定 40~70 Bar 的压力,来装填动态轴向压缩柱。

柱效评价

通常在使用色谱填料之前,均会进行色谱柱性能测试,并保存测试结果,以作为评价今后色谱性能变化的重要参考。对于正相硅胶填料,我们推荐采用的流动相配比为正己烷/乙酸乙酯=90/10,测试前用流动相平衡硅胶色谱柱 4~5 倍柱体积。具体测试参数详见下表:

表 1. 正相硅胶色谱柱柱效测试参数表

参数	正相硅胶色谱法
样品	2% (v/v) 苯甲酸甲酯的正己烷溶液
上样量	0.1%柱体积
流动相	正己烷/乙酸乙酯=90/10
线性流速	100~250 cm/h
检测	254 nm

关于流动相的选择

纳微科技正相硅胶填料可以使用异丙醇、乙酸乙酯、乙醇、二氯甲烷和正己烷等有机溶剂。

为了您的填料使用寿命,我们建议流动相中避免使用水溶液和强极性溶剂(为了洗脱效果,可适当加入少量水)。

清洗

色谱填料经过长时间的使用后,可能会因为样品中一些强保留物质累积吸附在填料表面难以被洗脱,这会严重影响色谱填料的性能和后期的填料应用效果。

对于这种情况可按下列步骤进行清洗操作:以低流速起步进行清洗,当检测到柱压持续稳定在一定水平后适度增加流速;先用不含有其他添加剂的 10 BV 弱溶剂流动相(如正己烷)反冲色谱柱;再用 20 BV 强溶剂流动相(如二氯甲烷、异丙醇等)反冲色谱柱。采用 100%异丙醇足以将正相柱上的所有残留物清除干净,若此后仍无法恢复色谱填料的性能,则说明制备柱床可能已有塌陷或空洞现象。

再生

色谱柱在经过长期使用之后,往往会出现柱效下降(柱子的理论塔板数降低)的情况,此时可对色谱填料柱进行再生操作,一般将一个冲洗流程确定为 10 倍柱体积。


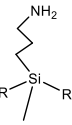
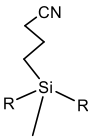
正相硅胶填料可用一系列极性逐渐增强的溶剂清洗色谱柱,比如正己烷→二氯甲烷→异丙醇→甲醇,然后再按相反地顺序换回原来的流动相。

储存

填料长期保存:填料应清洗干净并进行充分干燥,使用密封性能好的袋子或者桶装好,在阴凉干燥处密封保存,保质期为 5 年。

填料短期保存:在正己烷或异丙醇中保存正相硅胶填料。

表 2. UniSil®正相硅胶填料属性一览表

产品名称	键合相名称	键合相结构式	粒径 (μm)	孔径 (Å)	比表面积 (m ² /g)	堆积密度 (g/cm ³)	碳含量 (%)	pH 使用范围	特性和应用
UniSil®	/	/	1.7/2.0/2.7/3 /5/5L/8/10	100	~450	~0.50	/	2-8	超纯多孔硅胶，主要应用于有机小分子、脂溶性维生素、生育酚等的分离纯化
				120	~350	~0.50	/		
				200	~200	~0.45	/		
				300	~100	~0.45	/		
				500	~50	~0.40	/		
				1000	~30	~0.40	/		
			15/20/30/50	100	~450	~0.50	/		
				120	~350	~0.50	/		
UniSil® Diol	二醇基		3/5/10	120	~350	~0.50	7%	2-8	适合 SEC 使用，与正相硅胶互补
UniSil® NH ₂	氨丙基		3/5/10	120	~350	~0.50	5%	2-8	可用于正相、反相及弱阴离子交换，主要应用于糖、核苷酸酶、水溶性维生素的分离纯化
UniSil® CN	氰丙基		3/5/10	120	~350	~0.50	8%	2-8	可以替代正相硅胶，相比于裸硅胶可以快速平衡和表面活性一致，适用于蛋白类固醇，极性天然产物等的分离纯化

注：1.7 μm、2 μm、2.7 μm、3 μm、5 μm 填料提供如下标准包装：10 g、50 g、100 g、500 g、1 Kg；

8 μm、10 μm、15 μm、20 μm、30 μm、50 μm 填料提供如下标准包装：100 g、500 g、1 Kg、5 Kg、10 Kg、20 Kg。

表 3. UniSil®正相硅胶制备柱属性一览表

色谱柱名称	柱型规格 mm× mm	粒径 (μm)	孔径 (\AA)	碳含量
UniSil® Silica 制备柱	10×150	5/8/10	100	NA
	10×250			
	21.2×150			
	21.2×250			
	30×150			
	30×250			
	50×250			
正相模式制备柱，应用于有机小分子、脂溶性维生素、生育酚、氟氯菊酯乳油、大环内酯类化合物、氯氰菊酯等的分离纯化。				

故障排除

如果您在使用正相硅胶产品遇到任何问题，请参考下表进行解决或联系我们。

1、柱压升高

原因分析	建议措施
流速过高	降低流速
泵和收集器之间的阀门未打开	打开阀门
仪器在线过滤器堵塞	拆掉过滤器并清洗，或者替换过滤器，在使用前过滤样品和洗脱液
柱前堵塞	使用 20 BV 流动相反冲色谱柱
部分样品或杂质未清洗干净	执行清洗操作
样品在柱子上发生沉淀	遵循清洗步骤，调节洗脱液来维持样品溶解度
柱床被压缩	重新装填柱子
色谱柱使用时间过长	更换色谱柱或更换色谱填料
使用 pH 超出正常范围	清洗后若柱压无法恢复则建议更换色谱柱或色谱填料

2、样品在梯度洗脱前被洗脱

原因分析	建议措施
起始洗脱液中洗脱剂浓度比例过高	降低洗脱剂浓度比例
pH 不合适	调节 pH 增加结合
随着上样次数增加，部分样品或杂质未清洗干净	执行清洗操作

3、样品在洗脱过程中不被洗脱

原因分析	建议措施
洗脱液的离子浓度过低	增加洗脱液的浓度
洗脱液的洗脱能力过低	更换洗脱能力更强的洗脱液
洗脱液的 pH 导致沉淀	调整洗脱液的 pH

4、分辨率降低

原因分析	建议措施
不合适的洗脱条件，如梯度过陡或流速过高	改变洗脱条件，采用较缓的梯度洗脱或等度洗脱，降低流速
柱子未装填好	检查柱效，重新装柱
在柱子顶端或柱后有大部分的混合空间	加高填料的上表面或减少柱子后体积
柱子过载	清洗并重新平衡色谱柱，降低上样量
部分样品或杂质未清洗干净	执行清洗操作
粒径较大	更换同种类型粒径更小的填料
选择性差	增加或调节离子对试剂或更换其他类型填料
由于表面的硅烷醇导致混合模式滞留	降低 pH 抑制硅烷醇或更换柱子

5、柱床中有气泡

原因分析	建议措施
洗脱液没有脱气	将缓冲液充分脱气
流动相在混合后产生气泡	如果可能的话，线下将流动相混合后脱气，然后等度洗脱

续上表。

柱子未装填好	重新装柱
--------	------

6、基线漂移

原因分析	建议措施
色谱柱未平衡好	增加平衡时间
洗脱液 A, B 在同一紫外波长下吸收系数不同	使用不同的波长或走空白梯度
洗脱液不纯	使用高纯度的色谱纯级试剂

7、出现鬼峰

原因分析	建议措施
前一个样品的不完全洗脱	再生
洗脱液不纯	运行空白对照或使用高纯度的色谱纯级试剂
洗脱液本身的吸收	运行空白对照或更换没有紫外吸收的洗脱液
痕量离子性杂质结合在色谱柱上, 在平衡和上样过程中被浓缩, 洗脱时出峰	清洗色谱柱

订货信息

产品名称	包装规格	存货编码
UniSil®10-100	100 g	19000-100010-4100
	500 g	19000-100010-4500
	1 Kg	19000-100010-3001
	10 Kg	19000-100010-3010
	20 Kg	19000-100010-3020
UniSil®8-120	100 g	19000-080012-4100
	500 g	19000-080012-4500

UniSil®8-120	1 Kg	19000-080012-3001
	10 Kg	19000-080012-3010
	20 Kg	19000-080012-3020
UniSil®10-120	100 g	19000-100012-4100
	500 g	19000-100012-4500
	1 Kg	19000-100012-3001
	10 Kg	19000-100012-3010
	20 Kg	19000-100012-3020
UniSil®20-120	100 g	19000-200012-4100
	500 g	19000-200012-4500
	1 Kg	19000-200012-3001
	10 Kg	19000-200012-3010
	20 Kg	19000-200012-3020
UniSil®30-120	100 g	19000-300012-4100
	500 g	19000-300012-4500
	1 Kg	19000-300012-3001
	10 Kg	19000-300012-3010
	20 Kg	19000-300012-3020
UniSil®50-120	100 g	19000-500012-4100
	500 g	19000-500012-4500
	1 Kg	19000-500012-3001
	10 Kg	19000-500012-3010
	20 Kg	19000-500012-3020
UniSil®10-1000	100 g	19000-100100-4100
	500 g	19000-100100-4500
	1 Kg	19000-100100-3001
	10 Kg	19000-100100-3010
	20 Kg	19000-100100-3020

续上表。

UniSil®10-1500	100 g	19000-100150-4100
	500 g	19000-100150-4500
	1 Kg	19000-100150-3001
	10 Kg	19000-100150-3010
	20 Kg	19000-100150-3020
UniSil®10-120 Diol	100 g	19009-100012-4100
	500 g	19009-100012-4500
	1 Kg	19009-100012-3001
	10 Kg	19009-100012-3010
	20 Kg	19009-100012-3020
UniSil®10-120 CN	100 g	19008-100012-4100
	500 g	19008-100012-4500
	1 Kg	19008-100012-3001
	10 Kg	19008-100012-3010
	20 Kg	19008-100012-3020
UniSil®10-120 NH ₂	100 g	19005-100012-4100
	500 g	19005-100012-4500
	1 Kg	19005-100012-3001
	10 Kg	19005-100012-3010
	20 Kg	19005-100012-3020

注：纳微科技还可为您提供内径为 10/21.2/30/50 mm，长度为 100/150/250 mm 的制备柱。更多规格型号或定制，请联系我们。

苏州纳微科技股份有限公司

全国咨询热线：400-828-1622

 中文网站：www.nanomicrotech.com

 英文网站：www.nanomicro-technology.com

 邮箱：info@nanomicrotech.com

总部地址：苏州工业园区百川街 2 号 215123

