

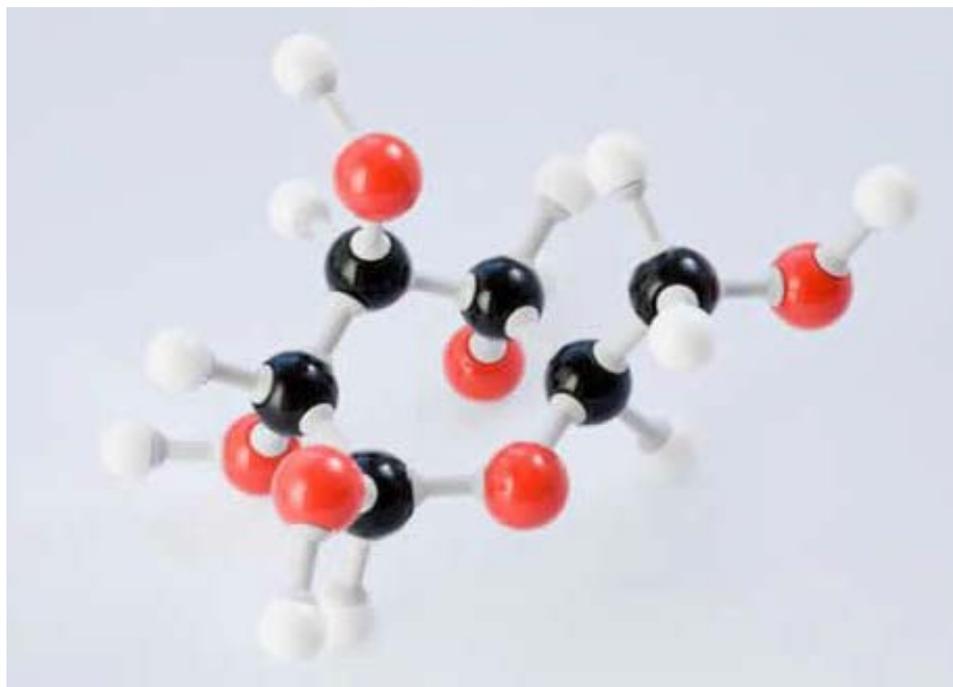
慧德易电子期刊

H&E Electronic Journal

第一百零四期

糖类物质分离用硅胶填料

----富士NH SG Silica Gel



2018年2月

第一百零四期 糖类物质分离用硅胶填料—富士 NH SG Silica Gel

糖类物质的分析和制备，在液相色谱领域占有重要的地位。迄今为止，大多数的分离介质仅仅局限在分析级别。但是富士硅胶研发出用于制备色谱的新的氨基硅胶。当使用高水相为流动相时，一般的氨基填料会暴露出很多问题。氨基硅胶的 pH 值很高，一般 pH 为 9.0，在这样高的 pH 条件下，目标化合物一般都会变性，并且会破坏硅胶基质的表面。考虑到这些问题，富士公司研发出新的氨基硅胶填料，称之为 NH SG 硅胶。NH SG 硅胶可以最小化甚至是避免上述问题，并且对糖类化合物进行更好的分离。

物理特性

NH SG 硅胶有 3 种级别的填料用于制备应用：

- NH SMB 100-20/45SG 用于保护柱，HPLC 色谱柱
- NH MB 100-40/75SG 用于 Flash 柱，保护柱
- NH MB 100-75/200SG 用于开放柱

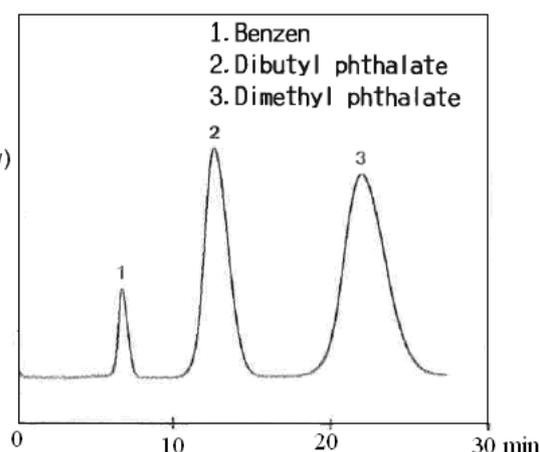
下表列出了富士 NH SG 硅胶的一些物理特性。这些填料是键合在氨基硅胶上，并且 pH 中性。

	NH SMB 100-20/45SG	NH MB 100-40/75SG	NH MB 100-75/200SG
硅胶基质			
比表面积 m ² /g	300	300	300
孔容 ml/g	0.80	0.75	0.75
粒径 μm	30	60	110
NH SG			
堆积密度 g/ml	0.63	0.63	0.63
pH	7.5	7.5	7.5

中性化合物的分离

对于中性化合物，NH SG 硅胶和富士的 NH 硅胶有着相似的分离色谱行为。

Column: 20 x 360 mm glass column
 Silica: **NH MB100-75/200SG (50g)**
 Mobile phase: Ethylacetate/n-hexane 10/90 (w/w)
 Flow rate: 16 ml/min
 Detection: UV-254 nm
 Samples:
 1. Benzene
 2. Dibutyl phthalate
 3. Dimethyl phthalate



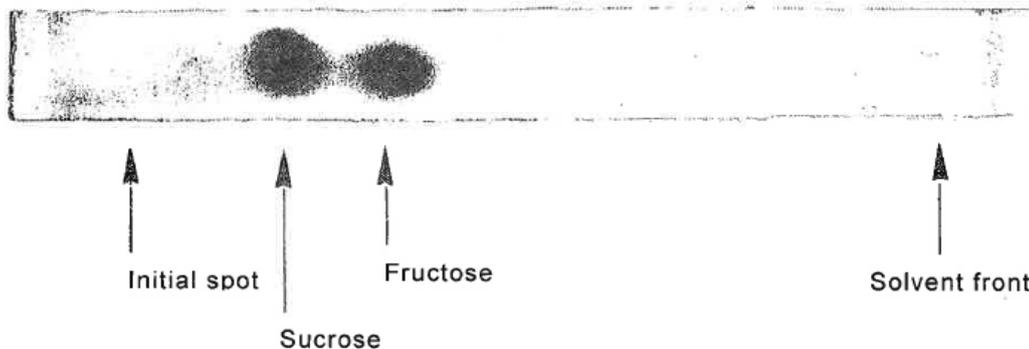
糖类物质的分离

众所周知，NH 官能团会和酮或者羧基发生反应。但是，NH SG 硅胶填料可以在有机相/水的流动相体积下分离大多数的糖类化合物，而不发生上述化学反应。NH SG 硅胶在正相条件下使用，尤其是亲水相互作用模式（HILIC）。作为典型的 HILIC 模式，在增加水相比例的条件下，洗脱增强。以下的分离应用数据，使用的就是乙腈/水体系。

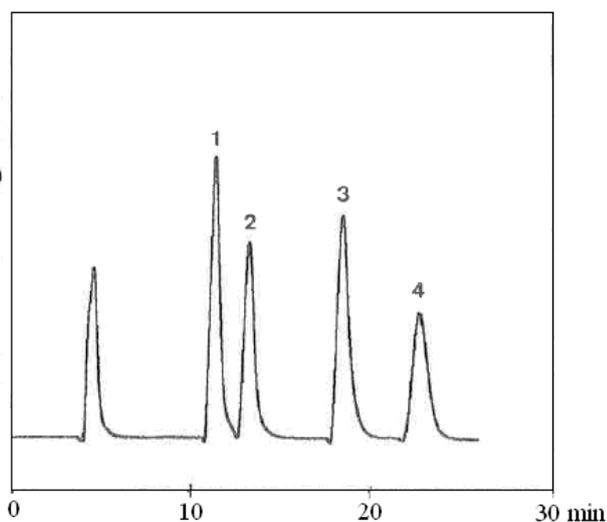
TLC 和 HPLC 的预实验

在使用 NH MB 100-75/200SG 填料之前最好做一下预实验。以下是使用 NH 薄层板和 NH2 SPS 100-5SG 做的预实验。

Separation by NH TLC (Acetonitrile/H₂O 75/25(w/w))

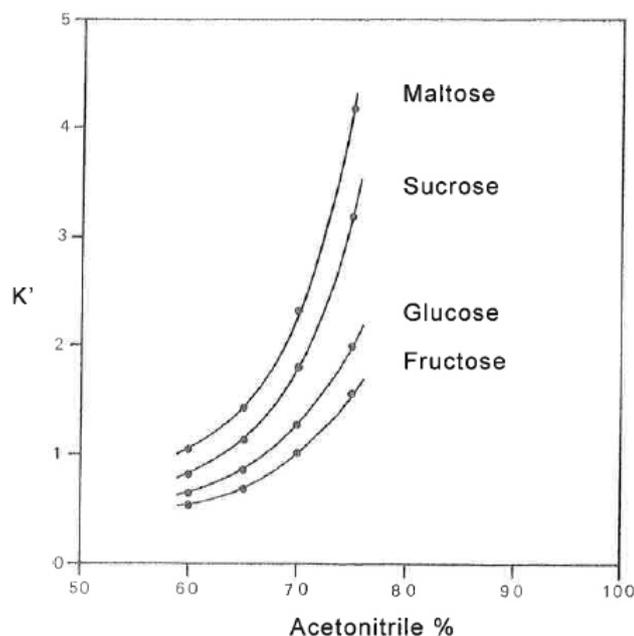


Column: 4.6x250mm HPLC column
 Silica: NH SPS100-5SG
 Mobile phase: Acetonitrile/H₂O 75/25(w/w)
 Flow rate: 1 ml/min
 Detection: RI detector
 Samples: 1. Fructose
 2. Glucose
 3. Sucrose
 4. Maltose



溶剂条件

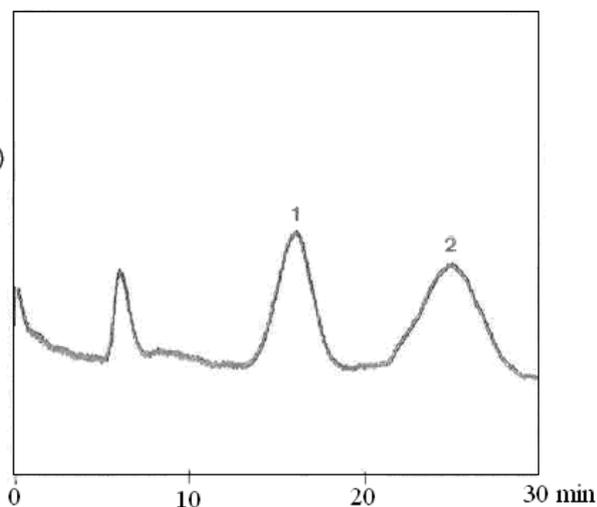
糖类的分离通常用到的是乙腈/水做流动相。当乙腈的含量增加，保留因子 k' 增加。但是乙腈的含量需要仔细的控制，因为随着乙腈含量的增加，样品的溶解性会变差。



应用

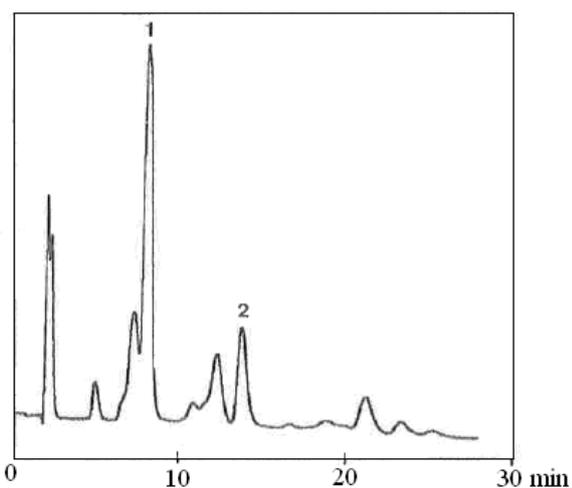
1. 单糖和二糖的分离

Column: 20 x 360 mm glass column
Silica: NH MB100-75/200SG (50g)
Mobile phase: Acetonitrile/H₂O 75/25(w/w)
Pressure: 44 kPa
Flow rate: 16 ml/min
Detection: RI detector
Samples
1. Fructose
2. Sucrose



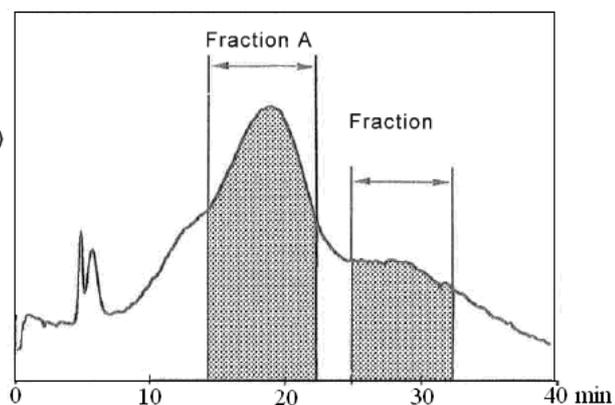
2. 寡糖的分离

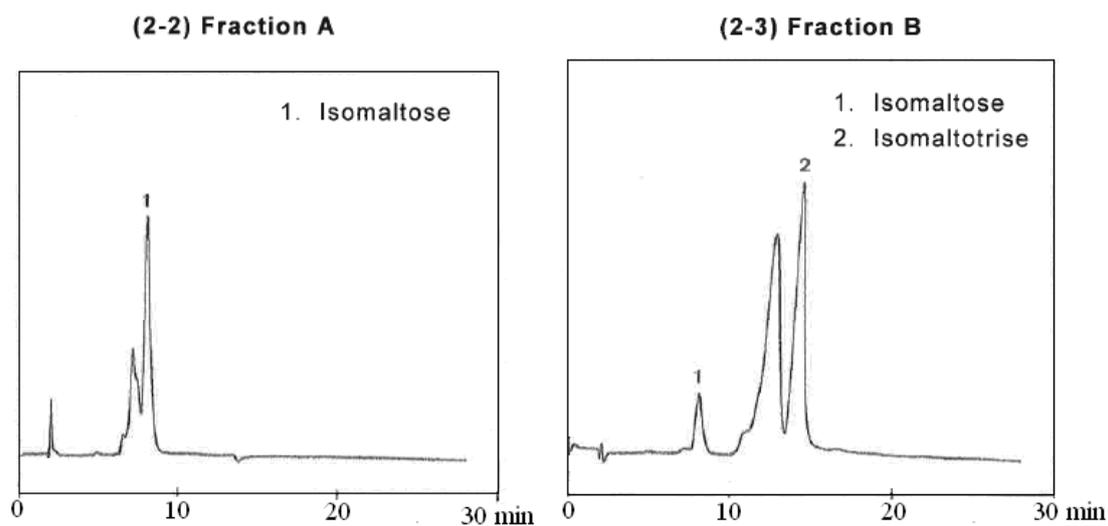
Column: 4.6x250mm HPLC column
Silica: NH SPS100-5SG
Mobile phase: Acetonitrile/H₂O 70/30(w/w)
Flow rate: 2 ml/min
Detection: RI detector
Samples:
1. Isomaltose
2. Isomaltotriose



2-1 寡糖的制备

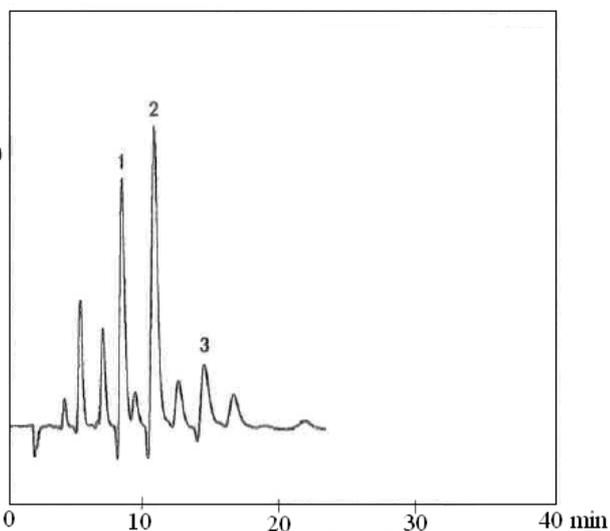
Column: 20 x 360 mm glass column
Silica: NH MB100-75/200SG (50g)
Mobile phase: Acetonitrile/H₂O 70/30(w/w)
Pressure: 73 kPa
Flow rate: 16 ml/min
Detection: RI detector





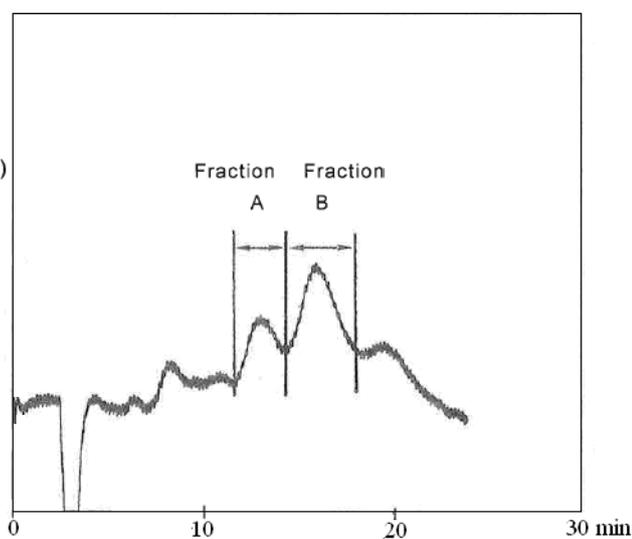
3. 环糊精的分离

Column: 4.6x250mm HPLC column
 Silica: NH: SPS100-5SG
 Mobile phase: Acetonitrile/H₂O 65/35(w/w)
 Flow rate: 2 ml/min
 Detection: RI detector
 Samples: 1. α -cyclodextrin
 2. β -cyclodextrin
 3. γ -cyclodextrin



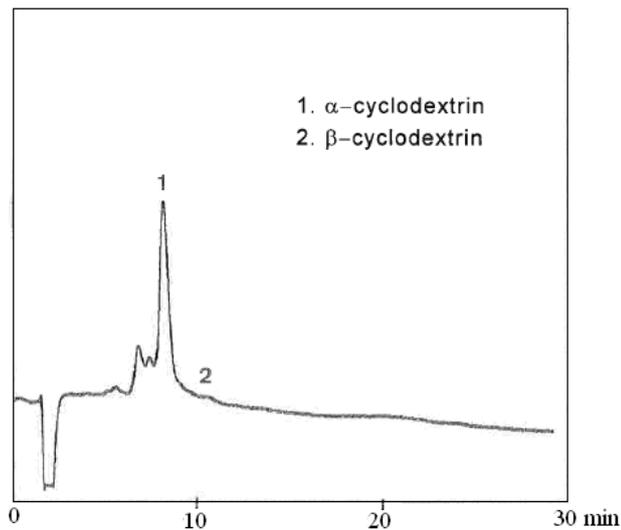
3-1 环糊精的制备

Column: 20x250mm HPLC column
 Silica: NH SMB100-20/45SG
 Mobile phase: Acetonitrile/H₂O 65/35(w/w)
 Flow rate: 20 ml/min
 Detection: RI detector
 Sample Loading: 100mg/1ml



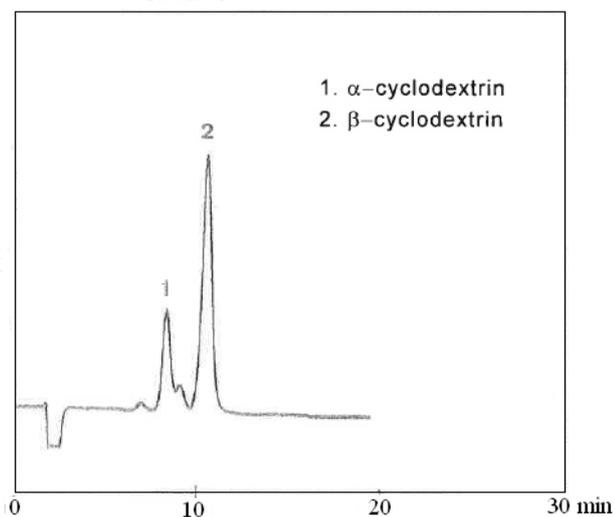
3-2 Fraction A 的分析

Column: 4.6x250mm HPLC column
Silica: NH SPS100-5SG
Mobile phase: Acetonitrile/H₂O 65/35(w/w)
Flow rate: 2 ml/min
Detection: RI detector



3-3 Fraction B 的分析

Column: 4.6x250mm HPLC column
Silica: NH SPS100-5SG
Mobile phase: Acetonitrile/H₂O 65/35(w/w)
Flow rate: 2 ml/min
Detection: RI detector



北京慧德易科技有限责任公司

咨询电话：010-59812370/1/2/3

公司官网：www.prep-hplc.com

邮 箱：sales@prep-hplc.com

微信公众号：北京慧德易