

层析用聚酰胺树脂使用说明书

1. 产品介绍

1.1 技术指标：

分子量：14000~17000

比表面积：5~10m²/g

pH 值：6~7

溶解度：溶于浓盐酸，甲酸，微溶于醋酸，苯酚等溶剂，不溶于水，甲醇，乙醇，丙酮，乙醚，氯仿和苯等常用有机溶剂，对碱较稳定，对酸的稳定性较差，尤其是无机酸，在温度高时更敏感。

1.2 主要用途：

聚酰胺特别适用于多元酚类化合物的分离，如黄酮、醌类、酚酸、含羰基化合物、羧基化合物等。由于其对鞣质吸附强，也可用于将植物粗提物中的鞣质除去。

2. 使用说明书

2.1 树脂性能简介：

聚酰胺是由酰胺键聚合形成的高分子化合物。其酰胺基可与羟基酚类，酸类，醌类，硝基等化合物以氢键形成结合而被吸附，其脂肪长链可作为分配层析的载体。聚酰胺在含水系统中层析时，聚酰胺作为非极性固定相，其层析行为为反向柱层析；在非水溶剂系统时，聚酰胺作为分配层析的载体，其层析行为为正向柱层析。

2.2 预处理：

取聚酰胺以 90-95%乙醇浸泡，不断搅拌，除去气泡后装入柱中。用 3-4 倍体积的 90-95%乙醇洗脱，洗至洗脱液透明并在蒸干后无残渣（或极少残渣）。再依次用 2-2.5 倍体积 5%NaOH 水溶液、1 倍体积的蒸馏水、2-2.5 倍体积的 10%醋酸水溶液洗脱，最后用蒸馏水洗脱至 pH 中性，备用。

2.3 使用方法：

1、装柱：一般将颗粒状聚酰胺混悬于水中，使其充分膨胀，然后装柱，让聚酰胺自由沉降；当用非极性溶剂系统时候，则用组分中低级性的溶剂装柱。

2、稀释适当浓度上样：一般每 100ml 聚酰胺上样 1.5-2.5g，样品先用洗脱溶剂溶解，浓度为 20%-30%。水溶性化合物直接上样；若提取物水溶性不好，则用挥发性有机溶剂溶解、拌适量聚酰胺、挥干或减压蒸干、干法装入柱顶。

3、水洗：先用水洗脱。

4、醇洗：在水中递增乙醇浓度至浓乙醇溶液，或氯仿、氯仿-甲醇，递增甲醇至纯甲醇洗脱。若仍有物质未被洗脱，可用稀氨水或稀甲酰胺溶液洗脱，分段收集。

5、找到最佳吸附比：先小量试验找到最佳吸附比。

6、放大：根据小试及最佳吸附比进行放大试验。

7、聚酰胺的回收：使用过的聚酰胺一般用 5%氢氧化钠溶液洗涤，然后水洗，再用 10%醋酸液洗，然后用蒸馏水洗至中性，即可。

2.4 再生：

一般用 5%NaOH 水溶液洗脱，洗至 NaOH 水溶液颜色极淡为止。有时因某些鞣质与聚酰胺有不可逆吸附，用 NaOH 水溶液很难洗脱，可用 5%NaOH 在柱中浸泡，每天将柱中的 NaOH 水溶液放出一次，并加入新的 5%NaOH 水溶液，这样浸泡一周后，鞣质可基本洗脱完。然后用蒸馏水洗脱至 pH8-9，再用 2 倍量的 10%醋酸水溶液洗脱，最后蒸馏水洗脱至 pH 中性，重复使用。

2.5 低分子杂质的去除方法：

- 1.装柱前先过筛
- 2.装柱时用 5%甲醇或 10%盐酸预先除去小分子杂质

3. 应用举例

3.1 黄酮类化合物的分离：

由于黄酮类化合物具有两个以上芳香核，且大多数化合物具有游离酚羟基，因此能够吸附在聚酰胺柱上。由于苷元的吸附能力比苷强，一般苷在水或稀醇液洗脱时即可洗下，而苷元则需较浓的醇液才能洗脱下来。

3.2 酸类及酚类化合物的分离：

聚酰胺对脂肪族一元酸的吸附力较小，而对芳香族酸类及脂肪族多元酸的吸附能力较大，分离效果较好。酚类物质用聚酰胺层析分离效果更好。

3.3 鞣质的分离和去除

鞣质是一类多酚性物质，很容易吸附在聚酰胺树脂柱上。低分子鞣质的吸附是可逆的，可采用适当的溶剂洗脱而得到分离。高分子鞣质的吸附是不可逆的，吸附后很难洗脱。而无论低分子或高分子鞣质，它们与聚酰胺的吸附比其它的化合物都要强，因此可用聚酰胺去除鞣质。

聚酰胺柱层析法在天然产物的提取分离中发挥了较大的作用。但在实际应用中，常常存在流速较慢和混入低分子杂质（酰胺的低聚物等）的问题。通常情况下，流速问题可以通过预先过筛除去细粉或与硅藻土混合制粒予以克服；而低分子物质的干扰，可在装柱时用 5%甲醇或 10%盐酸预洗除去。