

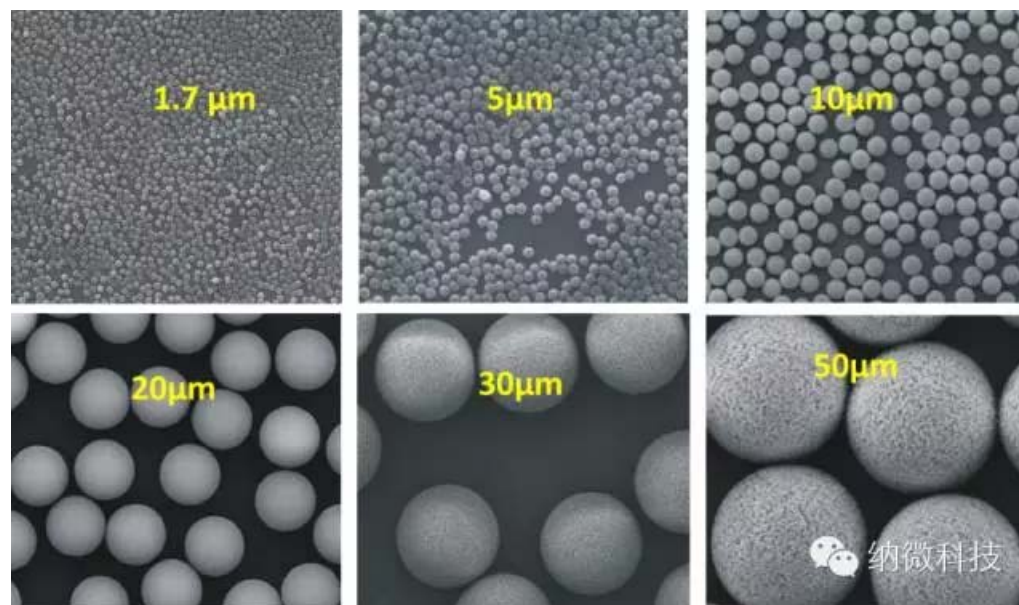
納微推出新一代單分散矽膠層析填料

2016-04-08 納微科技 & 太陽系分析



導讀

高效液相層析技術已廣泛地用於生物製藥分離純化，天然產物提取，食品安全檢測，環保監測及石油化工產品品質的監控等。層析填料毫無疑問是高效液相色譜系統的核心，其品質和性能要求高，製備技術難度大，長期由國外少數公司壟斷，國內雖然在層析領域的基礎研究已取得很大進步，學術論文已多年位居世界前列，但層析系統最核心的矽膠填料一直處於空白，並長期依賴進口。納微經過十年持續不斷的跨領域的技術創新，開發出世界獨有的單分散（均粒）矽膠層析填料的規模化生產技術，不僅填補了國內高性能球形矽膠層析填料的空白，而且突破了單分散矽膠層析填料的規模化製備技術難題，成為世界上唯一可大規模生產單分散矽膠層析填料的企業。納微的創新性技術不僅打破了中國在高性能矽膠層析填料完全依賴進口的局面，並使中國在該領域得到跨越式發展，從空白轉成引領者，也使得世界高性能矽膠層析填料製備技術跨上新的臺階。納微獨有的專利技術可以大規模生產高性能單分散矽膠層析填料，並精確控制其粒徑大小，粒徑分佈，孔道結構及表面性能，以滿足實驗室高效層析分析檢測和工業製備層析分離純化的各種需求。

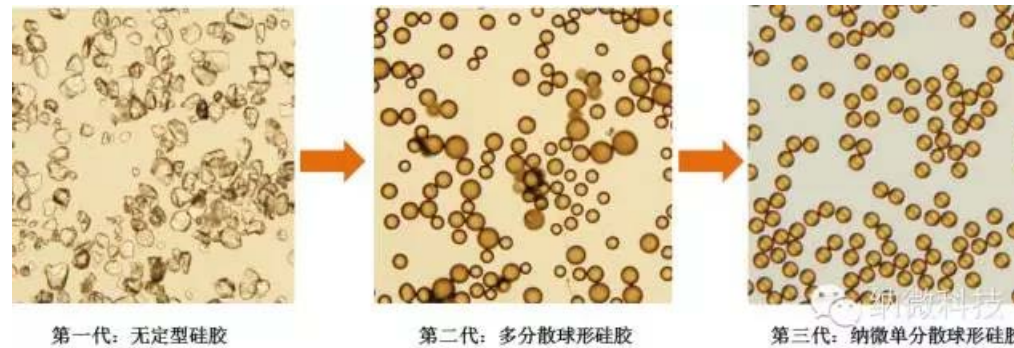


納微 UniSil® 系列單分散矽膠層析填料掃描電鏡圖

矽膠層析填料的發展歷程

矽膠（二氧化矽）層析填料因具有良好的機械強度、耐溶劑性、優異的耐熱性能及表面富含易於改性的矽羟基使得矽膠成為高效層析填料應用最廣泛、歷史最悠久的高效液相層析填料。早期的矽膠填料是無定型的二氧化矽顆粒，主要是通過簡單的碾磨塊狀矽膠，然後經過篩分製備而成。由於這種無定形矽膠形狀各異，大小不均，因此裝成的柱子柱效低、穩定性和重複性差，只適用於較粗的分離純化。高效液相層析技術取得極大的進步得益於球形矽膠的出現，尤其是小粒徑的球形矽膠的出現極大地改善了層析填料的性能，大幅度增大高效層析的分離和分析能力。使得矽膠層析填料可以廣泛地用於生物製藥、化學化工、石油化工、藥物臨床、食品安全、環保等領域的分析檢測和工業分離純化。但目前國際上大規模製備球型矽膠的方法主要依賴噴霧乾燥法和溶膠-凝膠法，制得的矽膠粒子具有較寬的粒徑分佈，即使通過複雜的分級篩分後，其粒徑分佈的變異係數 CV 值（粒徑標準偏差/平均粒徑）也大於 10%，粒徑大小很難精確控制，如不同的國際知名品牌的廠家生產的同樣標籤 10 微米的矽膠產品，真實粒徑相差卻非常大。而矽膠的粒徑大小及分佈又是影響其層析分析和分離性能的重要參數，因此製備具有精確的粒徑大小和高度粒徑均一性矽膠層析填料一直是該領域的

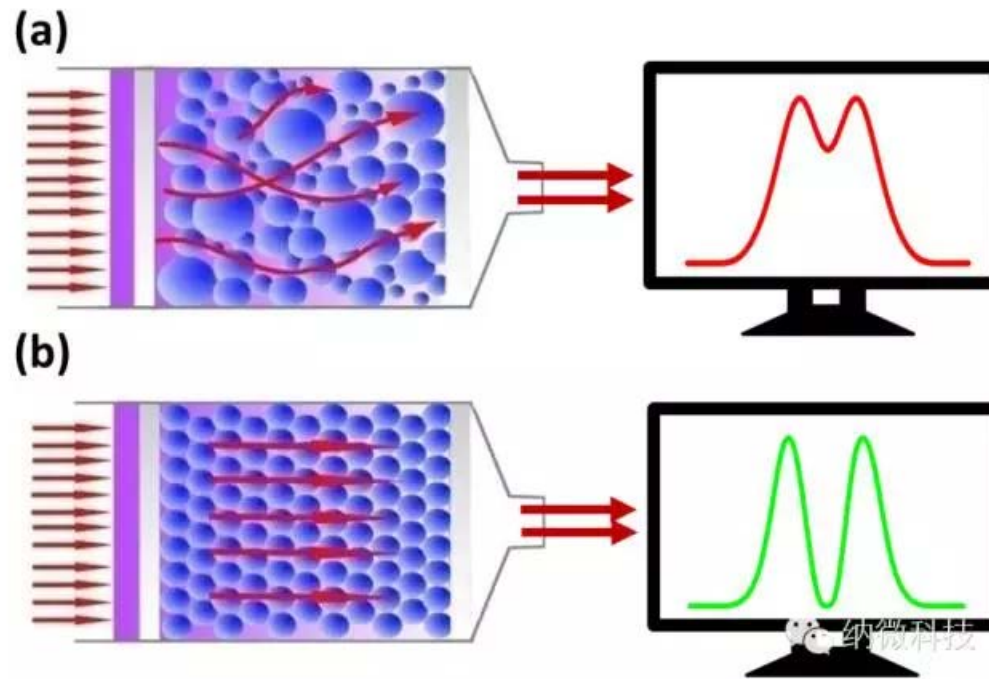
技術難點和研究重點。Stöber 研究團隊首先發明了鹼性條件下水解矽氧烷如四乙氧基矽烷製備單分散納米級實心二氧化矽粒子，但 Stöber 方法一般適合用於製備微米尺寸以下的實心單分散性二氧化矽微球，而高效液相層析填料常規使用的粒徑範圍在 1.7 -50 微米多孔二氧化矽，因此 Stöber 方法不能用來製備單分散矽膠層析填料。層析領域的專家一致致力於研究單分散矽膠層析填料的製備技術，但始終沒有取得實質性進展。納微經過十年持續不斷的跨領域的技術創新，成功地開發出世界獨有的專利技術，可用於精確控制矽膠層析填料的粒徑大小和粒徑分佈及孔徑結構。生產出的矽膠層析 填料不需要通過複雜的分級篩分就可以達到變異係數 $CV < 3\%$ ，完全顛覆了目前生產高性能的矽膠層析填料的製備技術。納微獨有單分散多孔球型矽膠製備技術使世界矽膠層析填料製備技術的發展跨上一個新的臺階，代表了第三代矽膠層析填料製備技術。



矽膠層析填料發展歷程

粒徑均一的重要性

當層析填料粒徑分佈較寬時，相同的溶質分子流過層析柱時，在填充柱床內產生不同的通路，導致經過的路徑長短不同，相應的保留時間也有所不同，使層析峰展變寬，理論塔板數變小，柱效降低。當使用粒徑均一的微球填料填充層析柱時，因其緊密程度一致，有效減少了填充床的多路徑效應，使溶質分子流過層析柱時經歷的路徑長度基本相同，相應的保留時間也較一致，使層析峰寬變窄，理論塔板數升高，從而獲得較高的柱效。同時 粒徑越均勻，洗脫越集中，溶劑使用量越少；另外粒徑均勻，裝柱越容易，柱子重複性越好，性能越穩定。

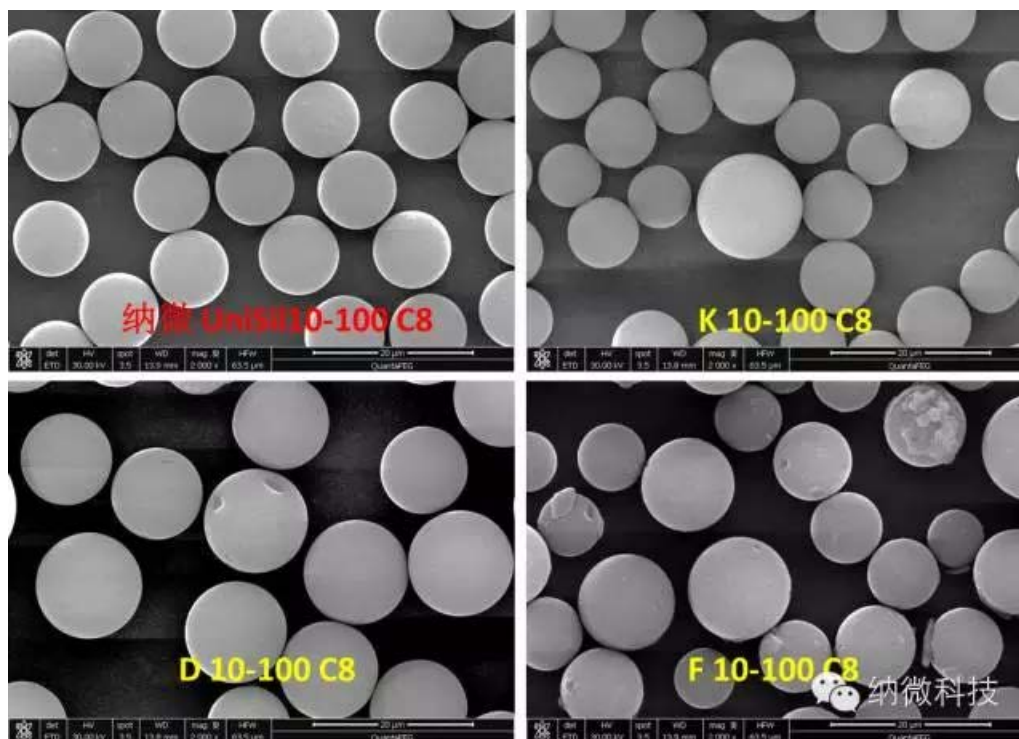


粒徑均一性對分離柱效的影響

UniSil® 色譜填料的特點

高度的粒徑均一性

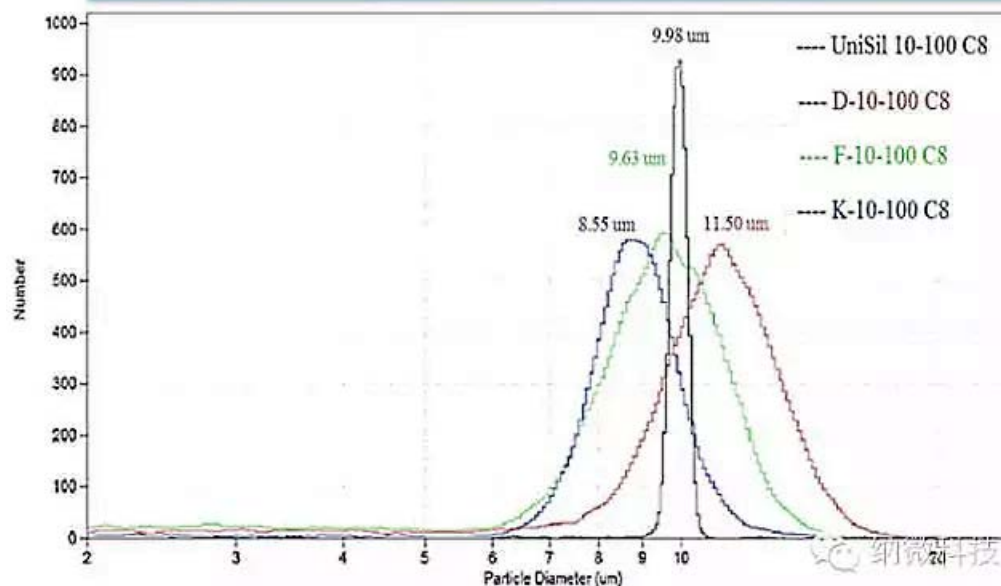
UniSil® 矽膠填料具有精確的粒徑大小、極高的均一性、完美的球形和優化的孔道結構。下圖為在同一電鏡、隨機取樣及相同放大倍數下 (X 2000 倍)，納微與國際三家知名品牌 10 μ m 矽膠的 SEM 對比圖。從圖中可以看出 K (Kromasil)、D (Daisol)和 F (Fuji) 國際知名品牌層析填料粒徑分佈都比較寬，F 和 D 品牌產品還有不規則形狀的微球。從 SEM 圖上可以看到納微新一代矽膠層析填料具有無與倫比的粒徑均勻性和完美的球形。



UniSil® 矽膠填料與國際三大著名矽膠層析填料品牌 SEM 對比圖

為了更好的對比，我們用 Beckman Coulter Counter 對納微及國際三大著名品牌的 10 μm 的矽膠層析填料做了粒徑和粒徑分佈測試。下圖為納微與國際三家知名矽膠品牌粒徑分佈對比圖。從圖中可以看出三家國際知名品牌的廠家生產的同樣標稱 10 μm 的矽膠與實際粒徑有較大差異，D 品牌的 10 μm 矽膠填料實際平均粒徑超過 11 μm ，而 K 品牌的 10 μm 矽膠平均粒徑則小於 9 μm 。由於不同廠家層析填料的粒徑有較大差異，使得柱壓和柱效有較大差距，因此如果沒有一個統一的粒徑標準，客戶將很難對不同矽膠生產廠家的產品做出有效評估並做出最好的選擇。從粒徑分佈圖上可以看出，國際上最好的品牌的矽膠層析填料的粒徑分佈變異係數 CV 值也大於 10%，而納微新一代矽膠層析填料 CV 值小於 3%，粒徑均勻性前所未有。

硅胶产品各称	CV值(%)	平均粒径(μm)	峰值粒径(μm)
UniSil 10-100 C8	2.1	9.94	9.98
K 10-100 C8	10.8	8.63	8.55
D 10-100 C8	14.4	11.71	11.50
F 10-100 C8	14.2	9.74	9.63



UniSil® 矽膠填料與國際三大著名矽膠層析填料品牌粒徑分佈對比圖

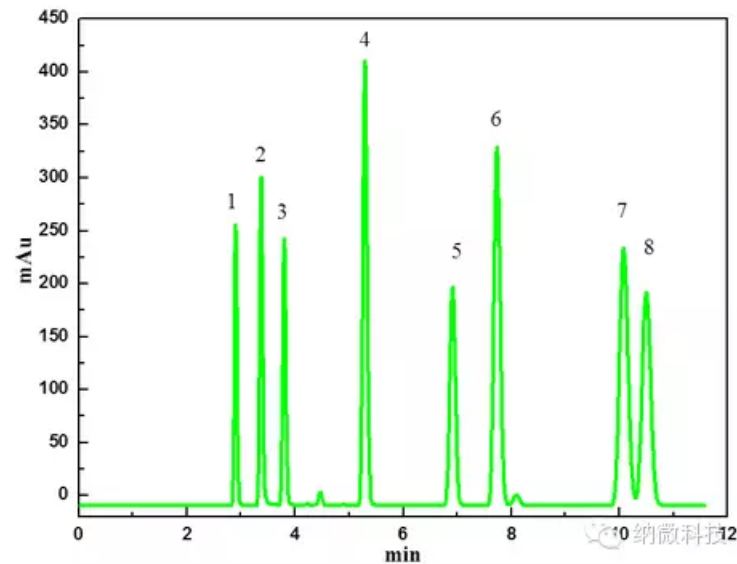
優化的孔徑結構

矽膠填料的孔徑結構對層析分離性能、載量、機械強度都有重要影響。納微不僅能精確地控制矽膠粒徑大小和粒徑分佈，而且還具有優化孔徑結構，控制有效比表面積及孔容積，使得 UniSil® 矽膠填料具有高載量、高機械強度和優越的分離性能。UniSil® 常規孔徑有 60、100、120、200、300 和 500 Å 等。

獨特的表面鍵合技術

矽膠填料分離選擇性及使用壽命往往取決於矽膠表面鍵合相及封端效果。納微科技不僅擁有世界最領先的矽膠合成技術，而且開發了獨特的表面鍵合-封端專利技術，使 UniSil® 系列矽膠填料具有更廣的 pH 使用範圍、更好的選擇性和峰對稱性。納微可以為使用者提供各種規格的極性或非極性鍵合相 (C18 · C8 · C4 · Phenyl · NH2 · CN · Diol) 的矽膠填料，以滿足不同的需求。

下圖為 UniSil® 5-120 C18 反相矽膠填料對多種物質的分離效果圖，包括吡啶 (鹼性化合物) 在內多種物質的層析峰尖銳、峰型對稱、柱效高，說明 UniSil® 5-120 C18 填料表面殘留矽羟基少，封端良好。(檢測條件：層析柱：UniSil® 5-120 C18 · 4.6×250 mm；流動相：ACN / H₂O = 60 / 40；流速：1.0 ml/min；柱溫：30 °C；檢測波長：UV @ 254 nm；樣品：1、尿嘧啶 2、吡啶 3、苯酚 4、苯甲酸甲酯 5、N · N-二甲基苯胺 6、甲苯 7、鄰二甲苯 8、對二甲苯)

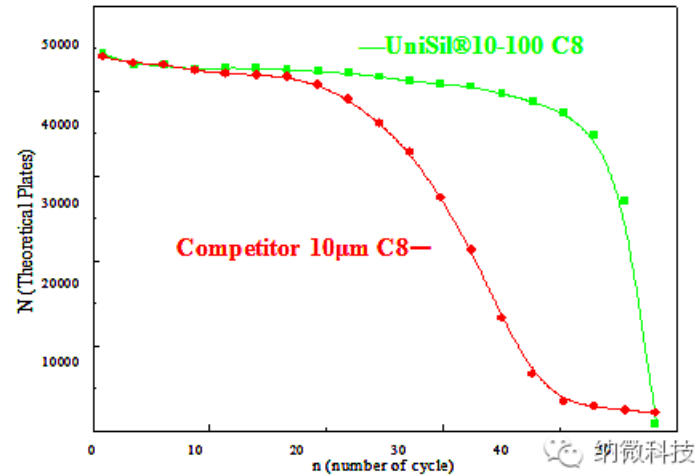


UniSil® 5-120 C18 反相矽膠填料對多種物質的分離效果圖

優異的化學穩定性及耐酸鹼性

納微科技獨特的鍵合和封端技術使得 UniSil® 具有更好的耐酸鹼性。下圖為 UniSil® 10-100 C8 與國際知名品牌同類產品的耐酸鹼性對比測試：先用酸鹼溶液交替反復迴圈沖洗，再分別檢測柱效。結果表明，用酸鹼沖洗後，UniSil® 的柱效比國際知名品牌能夠保持得更好。說明納微獨有的封端技術

使得 UniSil® 具有更強的耐酸鹼性和更長的使用壽命。(測試條件：層析柱：UniSil® 10-100 C8 · 4.6×250 mm；酸鹼迴圈沖洗條件：鹼洗 0.1 mol/L NaOH / MeOH = 50 / 50；酸洗 0.2 mol/L HAc/ MeOH = 50 / 50；柱效測試：流動相：ACN / H₂O = 60 / 40；流速：1.0 ml/min；柱溫：30 °C；檢測波長：UV @ 254 nm；樣品：甲苯)

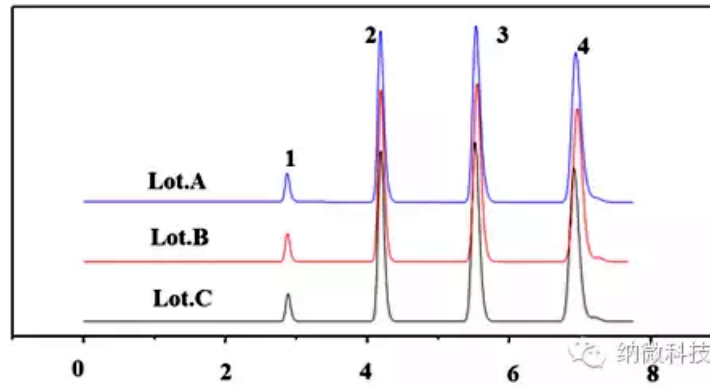


UniSil® 10-100 C8 (綠色) 與國際知名品牌 (紅色) 矽膠填料耐酸鹼性能測試對比

規模化生產能力及良好的批次重現性

先進的大規模矽膠生產設備保證 UniSil® 矽膠填料的產能，填料批次生產量達 200 公斤，可以滿足工業層析分離的大規模需求，可靠的品質控制體系

確保 UniSil® 矽膠填料的高品質和良好的批次重現性。下圖為 UniSil® 矽膠填料批次重現性測試。(測試條件：層析柱：UniSil® 10-100 C18 · 4.6×250 mm；流動相：ACN / H₂O = 60 / 40；流速：1.0 ml/min；檢測波長：UV @ 254 nm；樣品：1、尿嘧啶 2、苯乙酮 3、苯 4、甲苯)



UniSil® 矽膠填料批次重現性

應用案例

納微科技擁有經驗豐富的應用開發團隊，能夠實現從層析分析到工業化製備的無縫對接，並為使用者提供完整的技術服務，提供全套分離純化解決方案。UniSil® 已成功應用於植物提取（石杉鹼甲、銀杏內酯、三七皂苷），抗生素（萬古黴素、達托黴素、卡泊芬淨、台勾黴素、紐莫康定 B0、菲達米星、環孢素、雷帕黴素、紅黴素），多肽（他克莫司、胸腺法新、比伐盧定）及其他（魚油、硼替佐米、氟比洛芬酯）等的分離純化。

產品目錄

納微科技可提供從 1.7 μm 到 50 μm 各種粒徑和孔徑的正反相球形矽膠填料，可滿足從實驗室高效層析分析到工業化製備的各種需求。

產品系列	粒徑	孔徑	基质	功能基團
	μm	\AA		
UniSil® 系列	1.7, 3, 5, 10, 20, 30, 50	60, 100, 120, 200, 300, 500	Silica	Non-, C18-, C8-, C4-, NH ₂ , Phenyl, CN, Diol

* 納微可定制以下特殊 UniSil® 產品：

a. 粒徑：1 - 50 μm 之間任一大小；b. 孔徑：60 - 500 \AA 之間任一孔徑，c. 鍵合相：其他特殊功能基團。



納微新建現代化研發中心和生產基地

蘇州納微科技有限公司

Suzhou Nanomicro Technology Company Limited

地址：蘇州工業園區百川街 2 號 · 215123

電話：(86) 512-6295 6000 (86) 512-6295 6078

傳真：(86) 512-6295 6018 (86) 512-6295 6325

郵箱：info@nanomicrotech.com

官網：www.nanomicrotech.com

太陽系分析基礎開發工作室(ABDC)

04-24628085, FAX:04-22569743

LINE:service.abdc, SKYPE: skypeabdc,

WeChat: wcabdc, QQ: qqabdc(2220487599)

Twitter: ttabdc

email: service@chromnet.net

網址: <http://www.chromnet.net/>