

减压液相色谱（VLC）使用规范

减压液相色谱（VLC）可以看作是柱色谱形式的制备型薄层层析，拼接真空的动力加速溶剂的流动，同时不同于快速柱色谱，因其收集纷纷流分后让色谱柱流感，类似于制备薄层层析，在完成一次展开，干燥后，还可再次对其进行展开，使用语大规模的制备，是一种实用的实验方法。

- 1.适用范围：该方法只适用于那些在洗脱溶剂中具有较小的膨胀度的填料，如硅胶，氧化铝等，对于反相填料（C₁₈）,CG161 及MCI Gel均不适用，因其使用过程中，流动相抽干之后，填料体积变化比较大。
- 2.实验装置：简而言之，该装置就是一布氏抽滤漏斗，只不过在接流分的时候，用圆底烧瓶代替抽滤瓶而已，简单易行。
- 3.装柱：
 - a. 布氏漏斗大小的选择：根据样品量的大小，采用不同大小的漏斗，如样品少于 0.1g，可采用直径为 0.5-1cm 的柱子；对 0.5-1g 的样品可用直径为 2.5cm 的柱子；对于对 1-10g 的样品可用直径为 5cm 的柱子。
 - b.加入吸附剂：一般采用干法加入吸附剂，轻轻敲击装置，让吸附剂在重力作用下沉降，然后通过三通活塞抽真空，并用一橡皮塞押金吸附剂，直至吸附剂变硬，一定要压实，否则效果不好。
 - c.放气之后，快速香吸附剂的表面加入低极性溶剂如石油醚，氯仿等，除去吸附剂中的杂质，并继续抽真空，当溶剂流经全部柱体后，将柱体抽干，即可准备上样。
 - d. 空白吸附剂的在柱中的高度一般不超过 5cm，样品量与空白吸附剂的比例一般控制在在 1: 30-1: 100 之间；
- 4.上样：
 - a.湿法上样：将待分离的 样品用低极性溶剂，如石油醚，氯仿等溶解，直接上到柱子上即可；
 - b. 干法上样：若样品不能溶解于低极性溶剂中，则需可以把样品溶解的溶剂溶解后，用所用的吸附剂吸附后，待溶剂挥发至干后，然后再加在装好的色谱柱表面，然后铺平，压紧，压实即可；
- 5.洗脱：在洗脱过程中，应逐渐增加洗脱剂的极性，在开始阶段，极性增加的幅度，应该较小，如 1%，2%，3%等，然后逐渐增加极性的增加幅度，如 5%，10%，20%等；在洗脱过程中，每一个洗脱体积冲完之后，必须把柱体抽干才能加下一个柱体积洗脱溶剂或者增加溶剂的极性。
- 6.收集：用圆底烧瓶收集流分，用旋转蒸发器浓缩，即可回收流分，然后通过 TLC 层析分析，合并样品即可。

修改于二零一零年三月