

气液填充柱色谱仪载体去表面活性的方法

气液填充柱色谱仪为了取得好的分离效果，特别是分离极性、酸碱性和氢键型化合物时获得对称的色谱峰，对载体常进行酸洗、碱洗、硅烷化和釉化等预处理。

一、酸洗：

通常用 6mol/L 盐酸浸泡载体，加热处理 20~30min，然后用水冲洗至中性，用甲醇淋洗、烘干和过筛。也可以用王水或硝酸进行酸洗处理。载体经酸洗后，可除去无机杂质，减小吸附性能，适于分离酸性和脂类化合物。使用时注意，经酸洗的载体表面催化活性较大，不宜分离碱性和醇类化合物。

二、碱洗：

将酸洗载体用 10%NaOH-甲醇溶液浸泡或者回流，再用水冲洗至中性，最后用甲醇淋洗、烘干。碱洗载体的表面酸性作用点较低，适于分离胺类等碱性化合物。但碱洗载体的表面仍残留有微量游离碱，可能会引起非碱性物质（如脂类）的分解。

三、硅烷化：

硅烷化是消除载体表面活性最有效的办法之一，它可以消除载体表面的硅醇基团，减弱生成的氢键作用力，使表面惰化。

将载体用 5~8%硅烷化试剂的甲苯溶液浸泡或回流，然后用无水甲醇洗至中性，烘干。硅烷化载体适于分离水、醇和胺类等易形成氢键而产生拖尾的化合物。载体经硅烷化处理后，表面由亲水性变成了疏水性，比表面相应缩小 2~3 倍，因此，一般只能涂渍非极性或弱极性固定液，操作温度应控制在 270℃以下。

四、釉化：

釉化目的是堵塞载体表面的微孔，改善表面性质。

将载体置于 2.3%的 Na_2CO_3 - K_2CO_3 (1:1) 水溶液中浸泡两昼夜，烘干后在 870℃灼烧 3.5h，再升温到 980℃灼烧约 40min。经过这样处理后，载体表面产生了一层玻璃状的釉质，从而屏蔽或惰化了载体表面的活性，增加了机械强度。釉化载体适于分离醇和酸类极性较强的化合物，但分离甲醇和甲酸时有不可逆的化学吸附，分离非极性物质时柱效较低。

来源：<http://www.fudizao.com>