

正相系列色谱柱 (NPC) 使用说明书

V1.1.0

1. 适用范围

硅胶(SiO_2)色谱填料,或以硅胶为基质,表面键合 NH_2 (APS)、 CN (CPS)、Diol、酰胺(HILIC模式)等官能团的正相色谱(NPC, Normal Phase Chromatography)填料的系列色谱柱。

2. 性能验收

收到色谱柱,开箱检验确认后,请尽快按照色谱柱评价报告中的色谱条件进行测试,以确认色谱柱品质。

3. 色谱柱连接

色谱柱入口和出口按色谱柱标签箭头所示方向连接。

色谱柱连接管端口部分必须平整,不能出现毛刺和切口斜面等现象。

在可能的条件下,色谱柱两端的连接管路要尽可能短,连接管内径应尽可能小,以防止因样品扩散造成不能反映色谱柱真实柱效等情况发生。

4. 使用pH值范围

使用pH值范围是2.0~8.0。

5. 使用温度范围

推荐使用温度不高于60°C。

使用中避免温度突然升高。

6. 正相和反相系统替换

氨基(NH_2)、氰基(CN)、二醇基(Diol)和酰胺(HILIC)色谱柱均为正相条件下评价,如果实际使用反相流动相条件,一定要用中介流动相(如异丙醇)完全置换柱内的流动相,0.2~0.3 mL/min低流速下冲洗20~30倍柱体积,然后再使用反相流动相,流动相中有机相比比例不低于50~65%。该类色谱柱不建议频繁切换,否则影响色谱柱寿命。硅胶色谱柱不建议在反相条件下使用。

7. 色谱柱储存

反相条件使用:

过夜或短时间储存:使用缓冲溶液或含盐流动相时,需要用有机溶剂浓度不低于65%的甲醇/水或50%乙腈/水将色谱柱和系统内流动相置换。

长时间储存:可以用纯甲醇或纯乙腈储存,存储之前色谱柱必须彻底清洗,避免残留样品杂质。并将色谱柱堵头拧紧。

正相条件使用:

过夜或短时间储存,使用实验用流动相即可,长期保存可使用正己烷。

存储温度最好是室温。

8. 色谱柱再生

分别用正己烷、异丙醇、二氯甲烷、甲醇等溶剂作流动相,依次冲洗,每种流动相流经色谱柱不少于20~30倍柱体积(异丙醇等溶剂粘度较大,冲洗过程中可降低冲洗流速,避免压力过高)。注意使用溶剂次序不能颠倒;用甲醇冲洗完后,再以相反的次序冲洗至正己烷。要注意所使用溶剂必需严格脱水。

以上色谱柱的再生方法并不是绝对的标准方法,用户可根据自己实际经验和目的,选择合适的并能溶解柱内污染物的溶剂为流动相作正方向或反方

向的冲洗。但是无论采用什么方法再生色谱柱,均不可能使柱效或其他参数恢复至新柱水平。

9. 色谱柱维护

高效液相色谱柱是消耗品,仔细使用和维护对保证正常使用,延长色谱柱寿命至关重要。

(1) 色谱柱使用前注意事项

无特殊说明情况下,本公司生产的色谱柱储存液,均为评价报告所示的流动相。用户使用前,一定要注意色谱柱评价流动相与分析样品实际使用流动相互溶。

(2) 流动相

流动相所用的有机溶剂必须是色谱纯,流动相用水最好是超纯水或全玻璃器皿双蒸水。缓冲盐使用前必须使用溶剂过滤器(0.22 μm 或0.45 μm 滤膜)过滤。流动相应现用现配,含盐溶液长时间放置会滋生细菌或出现沉淀。

(3) 样品

样品中杂质是造成色谱柱污染、柱效下降的主要原因之一,复杂样品可采取适当的方法预处理去除杂质,进样前必须使用0.22 μm 或0.45 μm 滤膜过滤。若样品不便处理,要使用保护柱。有时样品溶剂与流动相不匹配(不互溶、极性差异等)会导致色谱峰形变差、出现鬼峰等现象,建议尽可能采用流动相溶解样品。

10. 使用过程中易出现的问题和解决办法

高效液相色谱柱在使用过程中容易出现的问题是柱效下降和柱压突然升高。可能的原因有如下几点:

- (1) 色谱柱柱头中过滤筛板污染;
- (2) 色谱柱柱头填料污染;
- (3) 色谱柱内缓冲液中的盐形成结晶析出;
- (4) 流动相pH值超出色谱柱使用范围,使固定相结构破坏或溶解。

解决方法如下:

当判断柱头筛板或填料被污染时,可以使用能溶解污染物的流动相,按色谱柱使用的相反方向,冲洗色谱柱(约20至30倍柱体积,或视具体情况而定;此时最好不要连接检测器),将污染物冲出色谱柱,再按色谱柱标明的箭头方向(流向)使用。

当判断有盐结晶析出时:50~65%左右有机溶剂的水溶液冲洗色谱柱,使柱内盐全部溶解冲出,再换用含高浓度甲醇或其他有机溶剂的流动相。

如果是因pH值使用不当,通常很难将色谱柱恢复。

当使用上述方法不能解决问题时,建议更换新色谱柱。

更多产品信息



色谱柱选型指南



苏州公司

中国·江苏·苏州姑苏区朱家湾街179号联东U谷10幢701
电话:0512-67997535(总机)-转销售

大连公司

中国·辽宁·大连高新技术产业园区七贤岭学子街2-2号
电话:0411-84753333(总机)-转销售

客服专线:400-66-35483

公司网址: <http://www.elitehplc.com>