

PC HILIC 高效液相色谱柱使用说明书

在此，非常感谢您选购我公司的 PC HILIC 色谱柱。

PC HILIC 采用了多孔球型硅胶基质表面键合磷酸胆碱(PC)的填料。

为了能够长期且稳定地使用 PC HILIC 色谱柱，请在熟读该使用说明书后进行正确使用。

1. 色谱柱的使用

1. 强烈撞击可能会造成色谱柱劣化，请小心谨慎使用。
2. 请在压力指示为 0 时进行色谱柱的安装和拆卸。
3. 色谱柱最大使用压为 20MPa。

2. 色谱柱的安装

1. 色谱柱的接头使用了外径 1/16 英寸配管的螺头(MALE NUT)。请确保装置的配管接头正确连接，并且锥箍的顶端已插入接头内侧(参照图 1)。
2. 安装色谱柱之前，请将装置配管内的液体置换成所用的流动相。
※请确认色谱柱出厂时的溶剂(记录在色谱柱附带的报告中)，并注意盐析现象等。
3. 请按照色谱柱标签上的箭头方向来安装色谱柱。

3. 分析

3-1 流动相

1. PC HILIC 采用 HILIC 模式进行分离，请使用 CH₃CN/H₂O 系作为流动相。一般 CH₃CN 的浓度在 70%以上时可形成 HILIC 模式，同时，为了形成 HILIC 模式，H₂O 的浓度至少要在 3%以上。另外，流动相的缓冲溶液推荐采用在高浓度有机溶剂中也有高溶解性的醋酸铵或甲酸铵。
2. PC HILIC 的流动相推荐最佳 pH 使用范围为 3~7.5。可用 pH 范围是以保留时间和理论塔板数不会提早减少为评价基准的。
3. 请过滤（0.45μm 以下滤膜）流动相去除杂质后再进行充分脱气。
4. 为防止由异物导致的色谱柱入口处过滤筛板堵塞，建议使用线上过滤器。
5. 新色谱柱使用色谱柱报告中标示的流动相封存。若要置换成含无机盐的流动相，请注意置换程序，不要造成盐析出。
6. 以下使用方法一般会导致色谱柱劣化，故应避免此类操作。
 - 频繁变更流动相的组成或直接变更为相溶性差的流动相
 - 色谱柱入口压力的急剧变化
 - 使用高粘度的流动相造成高柱压

3-2 样品溶液的配制

1. 请尽量将样品溶解在与流动相组成相同的溶剂中。
2. 若使用含水量高的溶剂，会造成分离能力降低。因此推荐使用含有机溶剂 50%以上的溶液进行稀释。
3. 样品溶液的 pH 请不要超过色谱柱的可用 pH 范围。

4. 色谱柱的保存

1. 请用附带的堵头密封，保存在温差小的阴冷处。
2. 若是一个月以上的长期保存，使用不含盐的溶剂冲洗后，用出厂时的溶剂置换并用附带的堵头密封，保存在温差小的阴冷处。

5. 色谱柱的连接

请按照图 1 所示进行配管连接。若配管不匹配，特别是直接使用其他类型色谱柱所用配管时，锥箍前端的长度（图 1 中的 V）与尾端接头的长度（图 1 中的 L）经常会不同，因而引发故障。

若 $L > V$ ，会产生死体积，甚至出现色谱峰展宽或拖尾现象，并且分离变差。

若 $L < V$ ，由于锥箍无法密封，所以会导致漏液。

- ※ 频繁更换色谱柱，可能会导致螺头的锥箍损坏而发生漏液现象。这种情况下若进一步拧紧，螺母的头部可能会发生断裂。

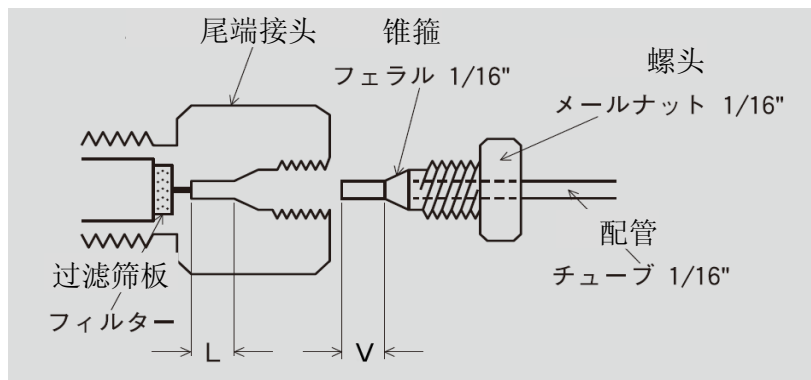


图 1 色谱柱的连接图

6. 故障与对策

使用高效液相色谱法进行测定时所出现的问题，存在各种原因。但由于无法将其一一列举，故在此只说明色谱柱及其周边较容易出现的问题。

问题现象	原因	对策
1. 色谱柱压升高	异物堵塞 ①流动相、样品溶液中杂质、不溶物 ②配管内的水垢 ③活塞密封圈的碎片 ④样品成分的析出	<ul style="list-style-type: none"> • 预先用滤膜对流动相、样品溶液进行过滤。 • 安装线上过滤器。 • 清理配管及更换活塞密封圈。 • 使用流动相配制样品溶液。
2. 色谱峰分裂、展宽、拖尾	①由于配管连接错误导致产生死体积 ②流动相条件不适合 ③色谱柱劣化 ※若色谱柱劣化或填充层出现裂隙，则无法进行修复。	<ul style="list-style-type: none"> • 重新连接配管。 • 考察 pH、盐浓度、样品量等。 • 通过柱效检测来确认色谱柱性能

3. 保留时间延迟或不稳定	①漏液（根据泵压值进行判断） ②流动相条件不适合 ③色谱柱的平衡时间不够	·检查泵、配管系列的漏液情况。 ·充分平衡。
4. 保留时间变短	①使用强酸或碱导致配位基断裂(劣化) ②流动相条件不适合 ③色谱柱的平衡时间不够	--- ·充分平衡

PC HILIC 在出厂前已进行了严格的性能检查。但是万一出现不合格产品，请麻烦您联系我公司。

但是，若未按照色谱柱寿命相关事项或上述使用注意事项进行使用而导致劣化时，我们不能承担该类责任，望请谅解。

收到商品后 10 天以内若无投诉，即可认定为合格品。在此之后不能再更换，望请谅解。

2011/06/01

SHISEIDO

资生堂(中国)投资有限公司
先端科学事业推进部

地址：北京市建国门外大街甲 6 号 SK 大厦 2208 室

邮编：100022

电话：010-65633288 传真：010-85670598