

色谱柱使用说明

Shodex HILICpak VN-50 4D

(为充分发挥色谱柱性能并保持长期稳定的使用, 请在使用前仔细阅读使用说明。)

使用注意事项 <重要>

警告

※当取用用于分析的溶剂和试剂时, 请确认制造商发出的安全数据表(SDS), 并遵守使用的注意事项, 否则可能会导致严重伤害或死亡。

※在取用有机溶剂、酸和碱等试剂时, 应穿戴防护设备, 如防护眼镜和手套, 避免与人体直接接触, 存在化学伤害的风险。

使用前

- 检查色谱柱的包装和外观是否有异常。
- 检查色谱柱盒、柱身标签上的产品名称和序列号(Serial no.或S/N)。
- 出厂检测报告(CERTIFICATE OF ANALYSIS)请在Shodex官方网站点击出厂检测报告下载进行下载。下载时需要输入产品序列号。
出厂检测报告下载链接 <https://www.shodex.com/download/>

1. 前言

感谢您购买Shodex的产品。

Shodex HILICpak VN-50系列是在聚合物基质填料上键合了二醇基的亲水性相互作用 (HILIC)色谱柱。适用于低聚糖和低聚核酸等亲水性化合物的分析。

2. 色谱柱各部分名称

请参照Shodex官方网站。

参照链接 <https://www.shodex.com/cn/da/07.html>

3. 色谱柱规格

订货号	产品名称	尺寸 (mm)		粒径 (μm)	理论塔板数 (1根色谱柱)
		内径	长度		
F7630500	HILICpak VN-50 4D	4.6	150	5	≥ 10,000
F6711400	HILICpak VN-50G 4A	4.6	10	5	(保护柱)

填料 : 键合了二醇基的聚乙烯醇多孔颗粒

色谱柱材质 : PEEK

色谱柱末端螺母 : 外螺纹型 No.10-32 UNF

出厂储存溶剂 : 水/乙腈=25/75

4. 使用条件

产品名称	流速 (mL/min)		耐压 (MPa/色谱柱)	pH 范围	温度范围 (°C)
	常用	最大			
HILICpak VN-50 4D	0.3 ~ 1.0	1.5	10	2 ~ 13	4 ~ 60
HILICpak VN-50G 4A	—	—	—		

可用溶剂如下。

- 可以使用水和乙腈、水和甲醇的混合溶剂 (任意比例)。乙腈和甲醇以外的有机溶剂无法保证。
- 除水以外也可以使用甲酸等酸的水溶液, 磷酸盐、醋酸盐等各种缓冲溶液, 氯化钠、氯化钾、硫酸钠等各种盐的水溶液。

注意

※请遵守使用条件，在可用范围之外使用可能会导致色谱柱性能下降。

※当使用缓冲液（或含盐的水溶液）和有机溶剂的混合溶液作为流动相时，请务必防止盐的析出。

※当使用高腐蚀性的盐类如氯化钠时，在分析结束后请冲洗设备和色谱柱，以确保没有盐的残留。否则设备和柱子的金属部件可能会生锈。

※柱压随流动相组成、流速和柱温而变化。在改变流动相组成时，要调整流速和柱温，使其不超过最大可用压力。

5. 流动相的配制

(1) 流动相请充分脱气防止有气泡。

(2) 流动相中含有不溶的杂质可能会导致色谱柱性能下降和色谱图噪声，因此请使用滤膜(0.45 μm)过滤流动相。

注意

※使用水时，请使用超纯水装置新配制的水或者刚开封的 HPLC 级蒸馏水。使用有机溶剂时，请使用 HPLC 级以上的试剂。使用品质不同的有机溶剂时，使用前请确认其品质适合分析。开封时间长的有机溶剂可能有性质改变、吸湿、污染的问题，请不要使用。

※请勿使用已长时间保存的流动相，组成的变化可能导致洗脱行为的变化和色谱柱的劣化。

参考

※建议使用具有在线脱气功能的脱气机。

6. 样品的配制

(1) 尽量使用流动相溶解和稀释样品。如果难以溶解在流动相中，请尽量和流动相组成接近。对于梯度洗脱，建议使用初始流动相配制样品。

（例）流动相为水（缓冲溶液）/乙腈，乙腈浓度在 50 % (v/v)以上时

样品难溶于流动相时，先用水（或者缓冲溶液）溶解样品，再添加乙腈，配制成浓度 50 % (v/v)以上乙腈水溶液。

(2) 为了防止由于颗粒物（不溶物）的堵塞导致色谱柱变差，劣化或性能变差，请使用滤膜(0.45 μm)过滤样品。

(3) 样品进样量为每柱 20 μL 以下。

(4) 蛋白质、脂类被色谱柱吸附可能会导致色谱柱劣化。大量含有此类杂质的样品，请先进行除蛋白、脱脂前处理。

注意

※样品使用非流动相溶剂溶解时，如果含有不溶于流动相的物质，可能会产生进样后堵塞色谱柱的情况。

※如果样品浓度过高，过量进样可能导致色谱柱无法发挥原有性能，造成峰型异常、分离不良或再现性不好等情况。如有这种情况，可以稀释样品溶液或者减少进样量进行调整。

参考

※为了保护分析柱，建议使用保护柱。

7. 色谱柱的使用方法**7-1. 流路中的溶剂置换**

安装色谱柱前请先将设备中的流路充分洗净，完全置换成流动相。另外，请切换阀清洗并置换进样器的流路（进样环）。置换不互溶或溶解性低的溶剂时，先使置换成双方溶剂都能互溶的溶剂，再置换成使用溶剂。

注意

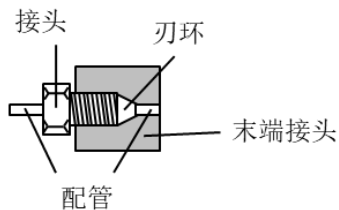
※色谱柱不能使用的溶剂在流路中残留可能会造成色谱柱的劣化。

※流动相组成发生显著变化，可能造成泵、管路中的污垢脱落，可能会造成色谱柱的劣化。

7-2. 色谱柱的连接

(1) 查看色谱柱身标签，然后将色谱柱连接到设备，使流动相沿流动方向（→）流动。使用保护柱时，请依次先连接保护柱，再连接分析柱。

(2) 请一边按住配管一边拧紧色谱柱的末端接头，防止配管和末端接头中产生空隙。空隙会造成样品的扩散，导致色谱峰变宽。



(3) 将流速设置为 0.3 mL/min 以下然后开始送液。在升温使用色谱柱时，以低流送液直到达到设定温度，然后逐渐将流速增加到所需流速。

警告

※请检查溶剂是否泄露。否则可能会造成漏电、腐蚀或化学损坏。

注意

※色谱柱连接到仪器上时，请避免气泡进入色谱柱，否则可能造成色谱柱劣化。

※当连接色谱柱或从停泵状态开始送液时，以 0.3 mL/min 以下的流速送液，压力突然升高可能会使色谱柱劣化。

※色谱柱升温使用后，请使用 0.3 mL/min 以下的流速继续送液至色谱柱回复室温后再停泵。如果在色谱柱温度很高时停止送液，当流动相温度降低时发生收缩会造成色谱柱内部空隙，使色谱柱劣化。

参考

※建议设置泵的报警压力，以避免超过最大可用压力。

7-3. 流动相的置换

置换流动相时，请以 0.3 mL/min 以下的流速通液 3 ~ 5 倍的柱体积。

(1) 请事先确认柱中溶剂与要置换的溶剂是否互溶。

(2) 置换不互溶或溶解性低的溶剂时，先置换成双方溶剂都能互溶的溶剂，再置换成使用溶剂。

(例) 当用高浓度的缓冲溶液置换水/乙腈混合溶液时，请先置换成水，再置换成缓冲溶液。

(3) 在进行梯度洗脱时，由于流动相成分的变化，在梯度洗脱过程中柱压可能超过最大可用压力。调整流速和柱温，使其不超过最大可用压力。

7-4. 色谱柱清洗方法

流路或者样品中有不溶物质或者吸附性物质残留在色谱柱内，可能会影响色谱柱的洗脱及压力的变化，这种情况清洗色谱柱可能有改善效果。

使用保护柱时，请先去除保护柱进行检测，如果效果改善了，则可能是保护柱的原因，请清洗保护柱。

如果去除了保护柱仍然没有改善，请清洗保护柱和分析柱，请注意把保护柱和分析柱分开清洗。另外，几根色谱柱串联使用时，请分开清洗。清洗色谱柱时，请不要连接检测器，流动相从色谱柱流出后直接流入废液缸即可。如果清洗色谱柱后仍未改善，请更换新的色谱柱。

【清洗方法】

(1) 如果不溶物堵在色谱柱入口，可以逆接色谱柱并以小于正常流速一半的流速通流动相来将其除去。

(2) 吸附物质的具体清洗方法请参考下面例子。在清洗色谱柱时，请逆接色谱柱，使用 0.3 mL/min 的流速。

(清洗例)

	清洗液	通液时间
(1)	水	10 分钟
(2)	0.1 M 硝酸水溶液	125 分钟
(3)	水	10 分钟
(4)	0.1 M 氢氧化钠水溶液	125 分钟
(5)	水	20 分钟
(6)	流动相	70 分钟

注意

※洗净液长时间保留在色谱柱中可能会造成色谱柱提前劣化，色谱柱清洗后请尽快更换成流动相。

※0.1 M 氢氧化钠水溶液这样的强碱可能会损伤检测器的流通池。请不要连接检测器，清洗液流出色谱柱后直接连废液缸。

8. 色谱柱的保存

置换成出厂时的储存溶剂，从装置中卸下色谱柱并拧紧两端堵头，在温度变化小的阴凉处储存。关于置换流动相，请参照第 7-3 节 "流动相的置换"。

注意

※色谱柱内绝对不能干燥，否则可能导致色谱柱劣化。

9. 色谱柱的检定方法

检定方法请参照产品的出厂检测报告(CERTIFICATE OF ANALYSIS)。Shodex采用「半峰宽法」测定理论塔板数，采用非对称系数(FAS)作为峰对称性指标。详细的检定方法请参照Shodex官方网站。

参照链接 <https://www.shodex.com/cn/da/07.html>

注意

※理论塔板数和 FAS 根据样品及分析条件的变化会有较大差异。在检定色谱柱出厂性能的时候，请根据 CERTIFICATE OF ANALYSIS 记载的条件进行测试。

10. 其它注意事项

- (1) 请勿拧开色谱柱的末端螺丝。
- (2) 请勿对色谱柱施加敲击，掉落等强烈冲击。
- (3) 请按照各地废弃物标准正确废弃旧的产品。

产品相关的应用实例，请参考 Shodex 官方网站(<https://www.shodex.com/>)。如果还有其他问题，请联系购买的经销商或者通过 Shodex 官方网站的[联系我们]进行咨询。