

SPOLAR 高效液相色谱柱使用说明书

SPOLAR 使用高纯度硅胶为基材，在导入 C₁₈ 基团后采用资生堂公司独有的封端技术对色谱柱填料进行处理，有效地降低了色谱柱填料中残存硅醇基的 2 次影响。

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。

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。
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. 通常的化学键合型硅胶类色谱柱所使用的流动相均可使用。
2. SPOLAR 的可用 pH 范围为 2-10。为防止色谱柱的早期劣化，请注意流动相的 pH 不要超过该范围。
3. 过滤流动相（0.45μm 以下滤膜）去除杂质后再对其进行充分脱气。色谱柱入口处使用了孔径 2μm 的过滤筛板。另外，为防止由异物导致的色谱柱入口堵塞，建议使用线上过滤器。
4. 色谱柱使用出厂检验时的流动相封存。若要使用含无机盐的流动相，请注意置换程序，不要造成盐的析出。
5. 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而导致色谱柱压力升高
6. SPOLAR 的常用最大使用压力为 20MPa。使用乙醇或异丙醇等高粘度的流动相时请注意。

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. 若采用洗脱能力强的溶剂，则分离能力降低，且色谱柱前端可能会有样品析出，故需注意。
3. 若样品溶液中有不溶物残留，请用滤膜(0.45μm 以下)过滤。

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. 使用了含酸、碱或无机盐的流动相后，请用水充分洗净后，再用 50%以上的甲醇溶液置换保存。

5. 色谱柱的连接

1. 内径 6mm 以下的分析用色谱柱使用了如图 1 所示的过滤筛板埋入式尾端接头，因此无法

只更换过滤筛板。

2. 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。

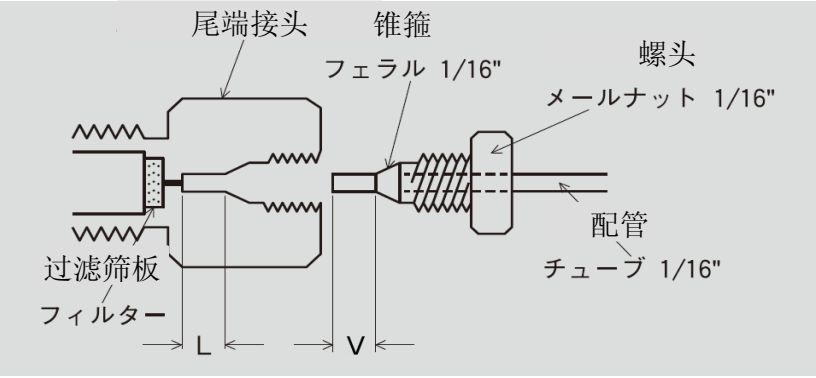


图 1 色谱柱的连接图

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	• 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色谱柱前端有空隙 ②由于配管连接错误导致产生死体积 ③流动相条件不合适 • 离子抑制法：抑制不充分（样品量过多） • 离子对法：离子对试剂浓度不足（样品量过多） ④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。	• 重新连接配管。 • 考察 pH、盐浓度、样品量等。 • 考察离子对试剂浓度、pH、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	• 检查泵、配管系列的漏液情况。 参照 2③
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	--- 参照 2③

SPOLAR 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。

2011/12/01

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