



Sepax Technologies, Inc.

Delaware Technology Park

5 Innovation Way, Suite 100 Newark DE 19711 USA

Phone: (302) 366-1101; Fax: (302) 366-1151

Toll Free: (877) SEPAX-US; www.sepax-tech.com

赛分 Mono-GPC 柱使用说明

色谱柱信息

Mono-GPC 树脂特别为合成高分子的高效分离而设计。这些新型填料以具有极窄粒径和孔径分布的高交联度聚苯乙烯/二乙烯苯(PS/DVB)颗粒为基质。均一的孔径分布使分析中保留时间与分子量具有准确的线性关系。高交联度的多孔颗粒具有化学和物理稳定性，因此在更换有机溶剂时可以使校正曲线的形状及色谱柱的柱效几乎保持不变。Mono-GPC 填料具有较大的孔体积，可确保聚合物分离的高分辨率。该填料既可以是单一孔径的树脂，也可以是具有不同孔径尺寸的树脂的混合物。

色谱柱参数

基质：球形、PS/DVB 颗粒

孔径：100、300、500、1000 Å

粒径：5、10 μm

孔体积：~1.0 mL/g

键合相结构：疏水结构

化学成分：聚苯乙烯/二乙烯苯

稳定性和性能

Mono-GPC 柱在多种操作环境下高度稳定，在几乎所有的有机溶剂中都能够耐受高达 145°C 的温度。溶剂更换方便，且不会损坏色谱柱。Mono-GPC 色谱柱还具有长的使用寿命，在 3 个月正常使用后其柱效几乎不会降低。极窄的孔径分布可获得线性的校正曲线，从而最大限度确保分子量计算的准确性。Mono-GPC 提供了从 100 Å 到 1000 Å 宽范围的多种孔径规格以及混合柱床的选择。粒径分散单一的颗粒可确保分离的高效性，而较大的孔体积则有助于提高分辨率。图 1 是对 4.6×300mm Mono GPC-300 柱进行测试得到的色谱图。

安全注意事项

Mono-GPC 柱通常在高压下运行。如果管路连接不紧，将会导致有机溶剂和注入样品的泄漏，从而对操作人员的健康产生影响。一旦发生泄漏，应

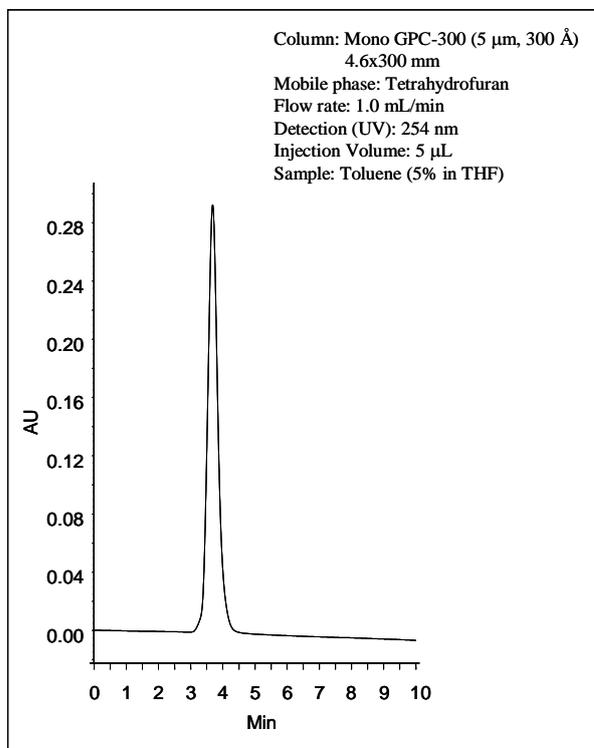


图 1 用甲苯测试 Mono-GPC 柱得到的测试图

佩戴适当的手套进行处理。另外当打开色谱柱时还应采取适当的保护措施，以防止微小的填料颗粒进入呼吸道。

色谱柱安装与操作

色谱柱在运输过程中或在没有使用时，它的两端总是用堵头进行密封。当将色谱柱接入色谱仪器系统时，首先移去两端的堵头。请注意将流动相流动的方向与柱上标记的方向保持一致。除非出于特殊考虑，例如为了清除堵在色谱柱入口端的脏污等而需要将色谱柱反接以进行冲洗时，建议用户在接上色谱柱时一定要遵循柱上标记的方向。由于色谱柱的连接是整个色谱操作过程的一部分，如果密封卡套过紧，或安装不合适，或者密封卡套与色谱柱端口不匹配，都有可能造成溶液的泄漏。请按照下面步骤将色谱柱与密封卡套相连接，从而将色谱柱接入 HPLC 系统中：

(a) 第一次使用的管线，请依次将管线接头和密封卡套装在外径 1/16”的管线上。密封卡套的宽口端应朝向管线接头。

(b) 将管线紧紧插入色谱柱的接口，向前滑动密

封卡套和管线接头，并使管线接头的螺纹与色谱柱端口的螺纹相互衔接，然后拧紧管线接头。如果管线为高分子材料，请转到步骤 (d)；如果是金属管线，请继续 (c)。

(c) 在用力将管线压入柱端接口之后，用 1/4" 扳手将已拧紧的螺帽再进一步紧固。

(d) 对色谱柱的另一端采用上述方法进行操作。

新的 Mono-GPC 柱中的液相是四氢呋喃(THF)溶液。在储存和运输过程中，聚合物填料可能会干涸。这时推荐用 10-20 倍柱体积的纯有机溶剂如 THF 进行冲洗以活化色谱柱。接着可用用户自己选择的流动相冲洗色谱柱，流速由 0.1mL/min 逐渐升至所需的操作条件，直至基线稳定为止。如果柱压和基线波动较大，这可能是气泡进入了色谱柱中。这时可高流速下冲洗色谱柱 2-5 分钟，例如 4.6×300mm 的色谱柱可采用流速 1.0mL/min。

样品与流动相

为了避免色谱柱的堵塞，所有样品和溶剂，包括缓冲溶液在内，都必须在使用前用 0.45μm 或 0.2μm 的滤膜过滤。Mono-GPC 键合固定相在几乎所有的有机溶剂中都能够耐受高达 145℃ 的温度。典型的溶剂系统包括四氢呋喃 (THF)、氯仿、二甲基乙酰胺 (DMAC)、二甲基甲酰胺 (DMF)、三氯苯 (TCB)、N-甲基吡咯啉 (NMP)、六氟代异丙醇 (HFIP) 和甲苯等。溶剂之间可以相互转换而不会损坏色谱柱。在进行溶剂转换之前请确认要使用的新流动相与柱内液相相容。并用 2 倍柱体积的新流动相以 0.2mL/min 的流速冲洗色谱柱。

色谱柱的保养

pH 流动相使用 pH 范围可从 0 到 14。在不用时应避免将色谱柱储存在 pH 低于 1 或高于 12 的溶液中。色谱柱长期在极端 pH 条件下储存会损坏滤片以及不锈钢柱管。

压力 Mono-GPC 柱应在以下压力下操作。

色谱柱	最优压力	最大压力
Mono GPC-100	< 2,000 psi	3,500 psi
Mono GPC-300	< 2,000 psi	3,000 psi
Mono GPC-500	< 2,000 psi	3,000 psi
Mono GPC-1000	< 1,500 psi	2,000 psi

长时间在高压下运行会损坏色谱柱和输液泵。由于压力来源于流速，因此最大流速将受制于系统所能承受的压力。一般而言，柱压会随着色谱柱使用时

间的增加而逐渐增加。压力突然增加预示色谱柱入口端的筛板发生了堵塞。在这种情况下，建议将色谱柱反接后用适宜的溶剂进行冲洗。

温度 最高操作温度为 145℃。长时间在高温 (>145℃) 下操作也会损坏色谱柱，这种情形特别在使用纯有机溶剂时更为突出。

储藏 长期不用时，请保存在纯 THF 溶剂中。

如何避免拖尾和吸附 Mono-GPC 树脂填料基于聚苯乙烯/二乙烯苯材料，里面含有大量的芳香环，因此会对含有芳香环或具有孤电子对如氧、氮原子等的样品具有特殊响应。如果流动相中不含有富电子溶剂，这类样品在 Mono-GPC 柱上可能会出现较强的保留和拖尾。因此，为了获得尖锐的峰形并达到较高的分辨率，可以用富电子的竞争性溶剂如乙腈，或使用流动相添加剂如三乙胺 (TEA) 或正丁胺等来“调整”填料的表面化学性质，因为它们能够与填料上的芳香环发生结合，从而减少固定相表面电子云的密度。对于某些特定分离，也可以使用乙酸钠来调整峰形及保留强度。同理，使用小比例的丙三醇、异丙醇或其它相似的亲水性羟基化试剂也能减少表面疏水性能的影响。推荐流动相中 TEA 或乙二醇的比例为 0.5-2.0%，或流动相含 0.01M 的乙酸钠；有机溶剂如乙腈、甲醇、异丙醇等的比例可为 2.0-100%。

筛板污垢 如果在长时间使用之后发现校准曲线有明显变化，则可能需要更换筛板，其中尤其是柱入口端的筛板。这是因为如果入口筛板发生堵塞，将会有可能对高分子量的聚合物发生截留。