

# HALO® 90 Å PFP, 5 µm 色谱柱使用指南

## 色谱柱简介

HALO® 90 Å PFP 是一种基于 Fused-Core® 技术的快速、高效型液相色谱柱。Fused-Core® 颗粒由薄的高纯多孔硅胶壳层围绕着实心硅胶核组成，传质只发生在壳层内。该壳层颗粒总粒径 5 µm，壳层 0.6 µm，由于扩散路径较浅，而且颗粒分布非常集中，这种颗粒显示出超高的柱效。HALO® 90 Å PFP 紧密键合了二甲基五氟苯基，完全封尾，由于氟的电负性形成缺电子苯环，是一种非常稳定的反相固定相。除了  $\pi$ - $\pi$  和轻度空间位阻作用，PFP 还具有极性作用力。由于同时具有极性和非极性特征，PFP 可以表现出双重保留行为，以流动相中乙腈浓度与保留时间制作函数，有时会产生“U型”曲线，意味着低浓度和高浓度的乙腈条件下，保留都增加（反相和 HILIC 模式）。HALO® 90 Å PFP 具有与 C18 互补的选择性，可用于分离碱性、酸性和中性化合物。

## 色谱柱特征

每支色谱柱都附带检测报告，其中包含色谱柱的出厂检测色谱图以及数据，请妥善保存。

该核壳颗粒的表面积 90 m<sup>2</sup>/g，平均孔径为 90 Å。由于实心核的密度大，核壳颗粒会比全孔型颗粒重 30%-50%。因此，单支色谱柱的有效表面积与表面积在 160-200 m<sup>2</sup>/g 的全孔型色谱柱相似。

## 注意事项

- 流向已标注于柱管标签。
- 反向冲洗可用于尝试去除入口堵塞或污染物。
- 新色谱柱保存于 100% 乙腈，初次使用需注意溶剂互溶及防止盐析。
- HALO® 90 Å PFP 色谱柱兼容水及常用有机溶剂。
- HALO® 90 Å PFP 色谱柱建议在 60°C 以下使用，以获得最佳柱寿命。
- HALO® 90 Å PFP 色谱柱流动相的 pH 保持在 2-8 范围内，可获得最佳柱稳定性。
- HALO® 90 Å PFP 色谱柱柱压请勿超过 600 bar (9000 psi)。

## 色谱柱维护

为获得最佳柱寿命，需确保样品及流动相中无颗粒物，推荐使用保护柱或在进样器与色谱柱之间增加 0.5 µm 在线过滤器。HALO® 90 Å PFP 色谱柱的筛板为 2 µm，比其他 3 µm 色谱柱 0.5 µm 的筛板较少发生堵塞。当柱压突然高出正常值时，可尝试反冲色谱柱，以去除筛板上的颗粒污染物。

为去除强保留污染物，可以用强溶剂反冲色谱柱，如 100% 流动相中的有机相。另外，95/5 二氯甲烷/甲醇对去除脂溶性污染物和一些洗涤剂非常有效。特殊情况下，需要用到二甲基甲酰胺 (DMF) 或二甲基亚砜 (DMSO) 等极强的溶剂。

## 色谱柱保存

长时间保存硅胶基质的色谱柱建议使用 100% 乙腈，短期（最多 3-4 天）内也可以将色谱柱保存在大部分常规流动相。然而，当用到缓冲盐时，为保护色谱柱和仪器，一定要用等比例不含盐的流动相冲洗色谱柱除盐（比如流动相为 60/40 的乙腈/缓冲盐，则用 60/40 的乙腈/水冲洗），以防止盐析出或腐蚀。保存色谱柱之前，需用原厂柱堵头拧紧密封。

## 安全提示

- 色谱柱仅供实验室使用，不可用于药物、家庭或其他。
- 色谱柱使用者应了解流动相的毒性和可燃性，并采取预防措施，避免接触和泄漏。
- 色谱柱应在通风良好的环境中使用，以降低空气中的挥发溶剂。

## 色谱柱应用

HALO® 90 Å PFP 一般用甲醇/水或乙腈/水作为流动相，随着有机相的增加，样品保留时间会明显缩短。高温（如 40-60°C）下流动相粘度降低，柱压下降，可以通过提高流速来实现高通量。对于复杂样品的分析，推荐使用 5-10%

有机相为初始梯度，然后直线上升到 100% 有机相，一般可以在最短时间内获得有效分离。

对于离子型化合物，如酸或碱，通常情况下，pH 在 2-3 时能获得最佳分离；另外，一般会加入 20-50 mM 缓冲盐，这是为了得到最佳结果，并保持方法的长期稳定性。更多溶剂选择和方法优化的技巧，大家可以查看：Chapters Six, Seven, and Eight, *Practical HPLC Method Development*, Second Edition, L.R. Snyder, J.L. Glajch, and J.J. Kirkland, (John Wiley & Sons, 1997).

## 小体积色谱柱（快速柱）使用指南

小体积色谱柱（柱长更短，内径 < 3 mm）越来越多用于快速分离，尤其针对一些特殊检测器，如质谱。小体积色谱柱色谱峰的体积肯定比普通 HPLC 色谱柱（如 4.6 mm x 150 mm）要小很多，所以小体积色谱柱的分离效果更依赖于 HPLC 仪器是否具有最小的谱带展宽。按以下条件优化仪器，小体积色谱柱即可获得最佳效果：

- 检测器 — 使用小体积流通池（最好 < 2 µl）。
- 检测器 — 为准确显示从小体积色谱柱快速洗脱出来的色谱峰，检测器响应时间应设置到最快水平（~ 0.1 秒），以允许软件在最窄峰上采集到至少 20 个点。
- 进样器 — 进样系统应采用小体积设计（如 Rheodyne 8125）。普通液相的自动进样器经常会导致小体积色谱柱谱带展宽、柱效降低，但可能为了通用性和使用方便。
- 管路 — 应使用尽可能短的窄径管路（最粗 0.005 英寸，0.12 mm ID），将色谱柱连接到进样器和检测器。管路必须切割平整，必要时使用零死体积连接件。
- 保留时间 — 随着保留时间的增加，峰体积也增加，仪器对谱带展宽的影响降低。
- 样品溶剂 — 等度条件下，样品应溶解在流动相或比流动相更弱（极性更强）的溶剂中；梯度条件下，则应溶解在初始流动相或明显弱于梯度最高点的溶剂中。
- 进样体积 — 等度条件下，进样体积应尽可能小（≤ 2 µl），样品溶剂比流动相更弱。梯度条件下，进样体积不是很关键，特别是样品溶解于弱溶剂的时候。

HALO® and Fused-Core® are registered trademarks of Advanced Materials Technology, Inc.



更多产品和技术支持，请联系：

北京谱之道科技有限公司

[www.GoToChrom.com](http://www.GoToChrom.com)

电话：010-86461964

邮箱：[info@GoToChrom.com](mailto:info@GoToChrom.com)

