

HALO® 90 Å AQ-C18, 2.7 µm 色谱柱使用指南

色谱柱简介

HALO® 90 Å AQ-C18 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。该核壳颗粒壳层为 0.5µ。由于扩散路径较浅，而且总粒径也较小，只有 2.7 µm，这种颗粒显示出超高的柱效。HALO® 90 Å AQ-C18 采用专有的制备工艺，加入了少量极性硅烷，这种极性特征可以抵抗“孔去湿”现象，使得 HALO® AQ-C18 色谱柱可以在高水（甚至 100% 水相）流动相下使用。修饰后的 HALO® AQ-C18 的保留与 HALO® C18 相似，但选择性不同，为解决分离难题提供了一种有价值的方案。HALO® 90 Å AQ-C18 可用于分离碱性、酸性和中性化合物。

色谱柱特征

该核壳颗粒的表面积 135 m²/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 225-300m²/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。
- 新色谱柱保存在 100% 乙腈中，初次使用需注意溶剂互溶及防止盐析。
- HALO® 90 Å AQ-C18 色谱柱兼容水及常用有机溶剂
- HALO® 90 Å AQ-C18 色谱柱建议在 60°C 以下使用，以获得最佳柱寿命。
- HALO® 90 Å AQ-C18 色谱柱流动相的 pH 保持在 2-9 范围内，可获得最佳柱稳定性。
- HALO® 90 Å AQ-C18 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 µ 在线过滤器。HALO® 90 Å AQ-C18 2.7 µm 色谱柱的筛板为 2 µm，比其他小粒径色谱柱 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) 或二甲基亚砷 (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，当用到 60/40 乙腈/缓冲盐，用 60/40 乙腈/水冲洗色谱柱）。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 AQ-C18 是一种兼容 100% 水相的固定相，当色谱柱在全水流动相和有机溶剂-水或缓冲液之间切换时，建议平衡 30 倍柱体积。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，使用 0-5% 的有机相为初始梯度，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
电话：010-86461964
邮箱：info@GoToChrom.com

