

Mono GPC 色谱柱使用手册

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

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，以防止微小的聚合物颗粒进入呼吸道。

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 80°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 4.6×300 mm Mono GPC-300 柱进行测试得到的色谱图。

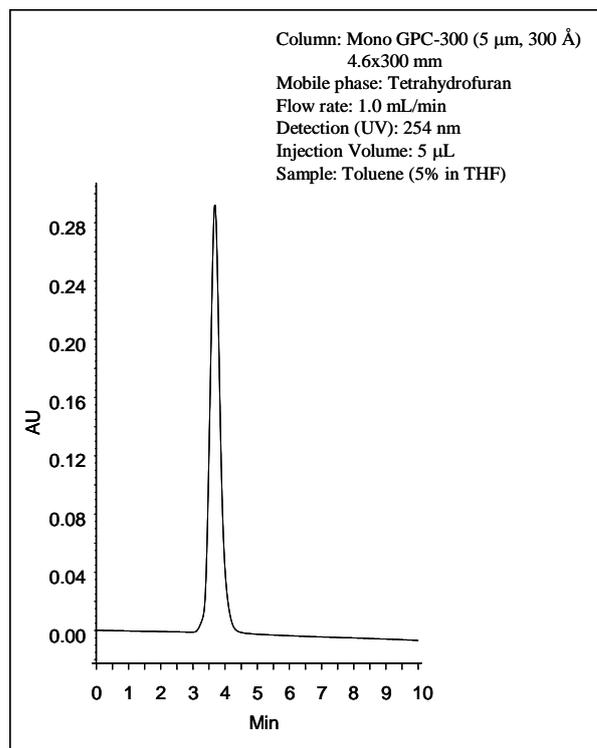


图 1 甲苯测试 Mono GPC 柱得到的测试图

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 0.45 μm 或 0.2 μm 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 80°C 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 0.2 mL/min 的流速冲洗色谱柱。

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 0.1 mL/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 4.6×300 mm 的色谱柱可采用流速 1.0 mL/min。

两种溶剂替换使用时，请关注色谱柱压力，并用替换的溶剂平衡色谱柱足够长的时间。

首次使用 请首先按照色谱柱出厂 QC 方法对色谱柱进行检测，理论塔板数和拖尾因子等应与 QC 报告相符。(因为仪器和实验条件的差异，实际检测结果与 QC 报告可能存在偏差，如偏差超过 ±20% 请及时与厂家或色谱柱供应商联系)。

色谱柱活化 新 Mono GPC 色谱柱的保存溶剂是四氢呋喃 (THF)。在储存和运输过程中，聚合物填料可能会干涸。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。

pH 流动相短期使用 pH 范围可从 0 到 14，长期使用及保存应在 1 到 12 之间。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 尽管 Mono GPC 柱可在高至 5,000 psi 的压力下使用，但正常的操作压力应当低于 3,000 psi。长时间在高压下运行可能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 80°C。长时间在高温 (>80°C) 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。建议的保存方法是该色谱柱存放的最佳方法。如长期不用，请将色谱柱从仪器系统中卸下，塞上堵头，以免柱头干涸，影响下次使用。一段时间后使用色谱柱如出现峰形异常，可用保存溶剂低流速冲洗色谱柱活化过夜。

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 0.01 M 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。

色谱柱维护 请务必在要求的柱温、压力和 pH 值范围内使用色谱柱，任何超出范围的色谱条件都可能导致色谱柱不可修复的损伤。

样品溶剂 建议采用流动相溶解样品，以免出现溶剂效应。保证待测样品与流动相有很好的溶解性，以免样品析出导致柱压升高和系统污染，如出现此情况，可对色谱柱进行低流速反向冲洗，以除去堵塞柱头的杂质。

Mono GPC 产品规格

产品	内径×长度 mm×mm	粒径 μm	孔径 Å	货号
Mono GPC-100	4.6×300	5	100	230100-4630
	7.8×300			230100-7830
	4.6×300	10		240100-4630
	7.8×300			240100-7830
Mono GPC-300	4.6×300	5	300	230300-4630
	7.8×300			230300-7830
	4.6×300	10		240300-4630
	7.8×300			240300-7830
Mono GPC-500	4.6×300	5	500	230500-4630
	7.8×300			230500-7830
	4.6×300	10		240500-4630
	7.8×300			240500-7830
Mono GPC-1000	4.6×300	5	1000	231000-4630
	7.8×300			231000-7830
	4.6×300	10		241000-4630
	7.8×300			241000-7830
Mono GPC-5MP	4.6×300	5	100 ~	231135-4630
	7.8×300			231135-7830
Mono GPC-10MP	4.6×300	10	1000	241135-4630
	7.8×300			241135-7830

*其他规格色谱柱产品及任何问题可致电：400-636-8880
或联系 marketing@sepax-tech.com.cn。