

SP ODS-TA 制备柱的使用说明

制备柱是用于样品分离纯化的色谱耗材，遵循严格的生产标准和测试程序出厂。为了充分发挥其性能、最大程度延长其寿命，请仔细阅读此使用说明。

制备柱的正确使用

为了保证制备柱使用时有最高的柱效，连接管路尽量使用适合的管路，制备柱进出口的连接必须非常适配，连接管端口部分必须平整，不能有毛刺或切口斜面等现象，各种连接管路请使用专用工具切割修整。

1. 制备柱的安装

- 1.1 取出制备柱，仔细查看柱身流动相流向箭头标识，用手旋下柱两端的堵头，放好制备柱，使流动相流向和柱身所示流向一致。
- 1.2 用手将连接管路的不锈钢或其他材质的接头旋入柱两端，管路接头要和柱接头连接紧密，确保零死体积连接，在制备设备正常运行时没有漏液。

2. 制备柱使用前注意事项

- 2.1 制备柱内的存储液：如没特殊说明均为质检报告中所述的流动相，反相柱均为甲醇/水体系。
- 2.2 新制备柱的平衡：新反相制备柱用纯甲醇冲洗约 30 个柱体积，再更换成能与检测流动相互溶的流动相冲洗约 30 个柱体积，最后用流动相稳定系统至基线平衡。

3. 制备柱的使用方向

制备柱标签上的箭头方向为流动相流向，使用过程也需按此方向。避免双向混用，导致两端填料同时污染，不利于制备柱的再生和维护。

4. 流动相和样品保持清洁

由于悬浮在样品或流动相中的颗粒会堵塞制备柱的筛板，各种试剂在进制备柱前请尽量过滤，建议用 0.45 μm 的滤膜过滤。样品中的杂质是造成制备柱污染、柱效下降的另一原因，样品进样前，可以选择针式过滤器过滤。

5. 制备柱允许使用的 pH 范围

制备柱允许使用的 pH 范围是 **1-11**。在 pH 范围以外使用，会使硅胶基质溶解或键合相水解，对制备柱造成不可逆的损伤。如果在临界 pH 值处使用，分析结束后，请立即用适合于制备柱保存并与当前使用的流动相互溶的淋洗液置换。

制备柱的保存

反相制备柱保存在 90% 甲醇/水溶液中。如果方便，长期不使用时，最好将制备柱从设备上取下，并将随柱的堵头旋紧密封。

制备柱的维护

1. 柱压升高

长时间使用造成柱压的缓慢升高是正常现象，因为制备柱的使用就是一个污染的过程。短时间甚至是突然的柱压升高通常是异常情况所致，排除设备的故障后，可以从以下几点寻找解决方法：

1.1 柱头的过滤筛板污染（固体颗粒物堵塞、强保留物质累积）

解决方法：

在柱前端加上在线过滤器或保护柱，用甲醇/水=20/80 5.0ml/min 反向冲洗制备柱 180min。

1.2 柱头填料污染（固体颗粒物堵塞、强保留物质累积）

解决方法：

用可以溶解污染物的溶剂较长时间（180min）反向冲洗制备柱。

1.3 pH 使用不当造成的损伤

解决方法：

pH 使用不当造成固定相的缺失或塌陷，很难使制备柱恢复，只能更换新柱。

2. 使用保护柱和在线过滤器

样品和流动相中不能完全过滤掉及泵磨损、密封圈和管路老化产生的固体颗粒物，进入到制备柱中就会堵塞筛板，导致柱压升高，柱效下降。保护柱和在线过滤器上都有筛板，孔径与柱的孔径相同，能阻止颗粒物到达制备柱。在分析故障中，柱压升高占很大比例，因此建议您在制备柱前端加上在线过滤器或者保护柱。

3. 缓冲盐的正确使用

缓冲盐通常易溶于水，难溶于有机溶剂，其使用不当会析出，加快泵柱塞杆和密封圈，流通阀的磨损，堵塞制备柱头筛板，填料基质上的微孔和颗粒间的间隙，使填料板结柱压升高，阻碍基质上键合相的碳链自由舒展，使制备柱保留能力下降，柱效降低，缩短其使用寿命，缓冲盐析出后很难去除，因此正确的使用缓冲盐对延长制备柱的使用寿命非常重要，具体方法如下：

3.1 等度条件：实验前后用过渡流动相冲洗柱体积不少于 20-30 个柱体积，或实验完成后用过渡流动相以 2.0ml/min（根据柱规格调整）冲洗过夜。

3.2 梯度条件：实验前，用与初始流动相组成相同的流动相以分析流速冲洗制备柱不少于 20-30 个柱体积，实验后，用该过渡流动相冲洗制备柱不少于 20-30 个柱体积，且梯度尽量平缓，避免缓冲盐析出。

过渡流动相：有机相和水相的比例和分析流动相中两相比例一致，或者水相比例高于分析

流动相，绝对不含缓冲盐。

3.3 缓冲盐析出：

方案 1：用甲醇/水=10/90 以分析速度流速，35℃条件下反向冲洗制备柱 120min；

方案 2：用甲醇/水=10/90 以 2.0ml/min 流速反向冲洗制备柱过夜。

4. 避免强保留物质在制备柱内保留

强保留物质和大分子化合物在制备柱中累积，是一个缓慢的过程，一段时间后会对其样品成分产生额外的保留行为，引起峰变宽，拖尾，使柱效下降，保留时间变化，到一定程度时会导致柱压升高。对许多样品特别是复杂样品很难判断其是否含有强保留物质，因此要预防的方式是坚持每天分析完成后，用纯甲醇或者纯乙腈反向冲洗制备柱 20 个柱体积以上。清洗方法：

4.1 未使用缓冲盐，每天分析完成后用纯甲醇或纯乙腈反向冲洗制备柱 20 个柱体积以上。

4.2 使用缓冲盐，用上述方法去除缓冲盐后，用纯甲醇或纯乙腈反向冲洗制备柱 20 个柱体积以上。

4.3 补救方法：水-乙腈-异丙醇（或氯仿）-乙腈-水，每一步需要冲洗不少于 30 个柱体积。