

青岛盛瀚色谱技术有限公司

色谱柱用户手册

SH-CC-4 型阳离子色谱柱



青岛盛瀚色谱技术有限公司

2018/11/1

目 录

- 前言
- 1 简介
- 2 规格
- 3 色谱柱的使用
 - 3.1 拆包
 - 3.2 淋洗液的配制
 - 3.2.1 水质的要求
 - 3.2.2 试剂的要求
 - 3.2.3 配制淋洗液
 - 3.3 连接色谱柱
- 4 注意事项
- 5 样品简易前处理
- 6 色谱柱的清洗
 - 6.1 分离柱的清洗
 - 6.2 保护柱的清洗
- 7 色谱柱的拆除和保存
- 8 附录
 - 8.1 分析示例
 - 8.1.1 常见六种阳离子标准分析
 - 8.1.2 鸡饲料中阳离子测定(含三甲胺和胆碱)
 - 8.1.3 胺类化合物的检测分析

前言

感谢您选择青岛盛瀚色谱技术有限公司的色谱柱产品！

青岛盛瀚色谱技术有限公司的系列阴阳离子色谱柱均是自主研发的产品！相信有一款适合您的分析需求。青岛盛瀚色谱技术有限公司的色谱柱形式多样，从类型分有离子交换型，离子排斥型和离子对型；从功能分有阴阳离子色谱柱；从规格分有标准孔、细孔和微孔色谱柱。每一款您选择的产品均有详细的用户手册以供参考，请在使用之前详细阅读本手册。

我公司保留对用户手册做出修订的权利，修订后恕不另行通知。

如有需要，请致函我公司索取最新版本。

如有疑问，请联系我公司或我公司在各地设立分公司和技术服务中心：

全国免费服务电话	4006-619-009
青岛总部	0532-68069791
湖北、湖南	18553217836 / 18561767856
河南、陕西	18561366282
江西、福建	18561798919
广东、广西、海南	18561510191
青、宁、甘、蒙西	18561899798
山东	18560625857
河北、天津、北京	15192531831 / 18553217710
山西、蒙中	18561506651
吉林、辽宁	13664126613
黑龙江、蒙东	13091869076
川、贵、云、渝	18200121343 / 15884457709
江苏、安徽	18562696950
浙江、上海	13210058660
其他区域	18553216213

再次感谢您的惠顾。

青岛盛瀚色谱技术有限公司

1. 简介

离子色谱柱是离子色谱仪的核心部件，主要起分离作用。离子色谱柱可以分为三种类型：离子交换型、离子排斥型和离子对型。应用最为广泛的一类是离子交换型色谱柱。按功能分为两种：阴离子色谱柱和阳离子色谱柱。阳离子色谱柱填充阳离子交换树脂，主要分离阳离子。离子色谱柱的选择性主要由树脂的组成、离子交换功能基的位置和类型以及结构等因素决定，树脂床的形态也会影响交换与分离。根据交换基团的种类不同，阳离子色谱柱又分为强酸性阳离子色谱柱和弱酸性阳离子色谱柱。

SH-CC-4 型色谱柱是青岛盛瀚色谱技术有限公司生产的一种弱酸性阳离子交换型色谱柱，一次进样可同时分离一价和二价阳离子。该色谱柱填料以 $7\ \mu\text{m}$ 的交联度 55% 的苯乙烯-二乙烯苯为基球，在其表面接枝弱酸功能基团成为聚合物阳离子色谱填料，此交换树脂具有大孔表面层型的物理结构，可快速达到交换平衡。该阳离子色谱柱实现了一价碱金属、铵、二价碱土金属及胆碱的同时分析，一次进样可完成 6 种常见阳离子 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 的分离，在特定条件下，可直接电导分析部分过渡金属阳离子。

2. 基本参数

规格

型号	柱尺寸 (mm)	理论塔板数/m	粒径
SH-CC-4	200*4.0	>15000 (Na ⁺)	$7\ \mu\text{m}$

适用条件

型号	SH-CC-4
柱材料	不锈钢
淋洗液	推荐甲烷磺酸(浓度以出厂报告中为准)
最大流量	2.0 mL/min (推荐 1.0 mL/min)
最大压力	16 MPa
适用 pH 范围	0~14
适用温度范围	20℃-50℃ (推荐 35℃或以出厂报告为准)
有机溶剂兼容性	100%丙酮 (需逐步过渡)

3. 色谱柱的使用

3.1 拆包

拆开包装取色谱柱时，请先仔细检查外包装是否有破损，如果有破损导致色谱柱损坏（漏液或堵头折断等），立即通知运输方，并且联系公司技术服务部或直接联系公司在当地的办事处以便进行后续处理。



注意：取出色谱柱时请拿稳，防止色谱柱跌落导致堵头折断或树脂床损伤；切不可猛烈敲击色谱柱，以防止破坏色谱柱树脂床均一性！

3.2 淋洗液的配制

3.2.1 水质的要求：所有经过色谱柱的水（含配制淋洗液的水）均要求使用经过灭菌灭藻处理的超纯水，电导率 $0.1\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 以下（电阻率大于 $10\text{M}\Omega$ ），最好为 $0.055\ \mu\text{S}/\text{cm}$ （电阻率 $18.2\text{M}\Omega$ ）。并且超纯水要现取现用。

3.2.2 试剂的要求：所有配制淋洗液所用的试剂均要求采用优级纯或以上级别的试剂，最低不得低于分析纯。



注意：严禁使用分析纯以下级试剂，严禁使用不知名小公司产品

3.2.3 淋洗液的配制:

1mol/L 甲烷磺酸母液配置: 准确量取购买的甲烷磺酸试剂(国药) 64.81mL 至 1000ml 容量瓶中, 洗涤三次量筒转移至容量瓶并用超纯水定容至 1000ml, 配置好的母液转移至瓶中备用。

用移液管准确量取 5mL 上述母液至 1000mL 容量瓶并用脱过气的超纯水定容, 完成 5mmol/L 甲烷磺酸淋洗液配置。

制备好的淋洗液在使用之前需经过 0.22 μm 或 0.45 μm 的滤膜抽滤以除去其中可能存在的堵塞系统的不溶性微粒等其他杂质, 防止出现由于流动相不干净而导致的基线不稳或杂峰等等。使用前需对淋洗液进行充分的脱气处理。可选用真空脱气和超声脱气, 或按公司推荐的脱气方法进行脱气。



注意: 所有经过柱子的溶液都要求经过严格过滤, 否则会严重降低色谱柱使用寿命或堵塞系统。



3.4 连接色谱柱

在将色谱柱装到色谱仪上之前, 请确保整个流路是经过清洗且是洁净的。如不能确定整个流路是洁净的, 请用超纯水和淋洗液清洗管路 30 分钟。

将泵流速降低到 0.3ml/min 或以下, 在管路正常流出液体的情况下, 按照保护柱标注的液流方向连接保护柱; 当保护柱末端液流正常后连接分离柱, 连接分离柱请按照分离柱标注的液流方向进行。



注意: 请一定按照色谱柱上标识的液流方向安装色谱柱! 另外新柱子连接到色谱系统使用或测试时, 通过淋洗液时, 柱子仅需连接进口, 这样可以防止填料粒子或气泡进入到检测器或抑制器。当柱子出口末端流出清洁、无气泡的液体时, 柱子出口就可以与检测器或抑制器相连了。

色谱柱、抑制器和检测器之间的连接管路应尽可能短。推荐使用 0.25mm 内径的 PEEK 管线(蓝色), 并按照仪器用户手册规定的规格进行, 请勿任意更换规格, 以尽量减少对峰扩散的影响。

检查保护柱和色谱柱连接处无泄漏后, 打开柱温开关调节到规定的色谱柱温度, 逐渐增加流速到色谱柱额定工作流速。

用水或洗脱液冲洗色谱柱, 注意色谱柱中不能进入气泡。如果确定柱中已经混入气泡, 断开末端连接, 用严格脱气的超纯水冲洗, 确定系统所有管路的气泡被排净后重新正确的连接柱子。



注意: 在断开流路冲洗色谱柱时, 请务必关闭抑制器电流, 防止在没有液体通过时损坏抑制器!

4. 注意事项

4. 1 必须在色谱仪的流路管线完全充满淋洗液后才能将色谱柱连接到色谱仪上。
4. 2 请按照色谱柱上标识的流向连接色谱柱。
4. 3 淋洗液中可添加适量的有机溶剂进行改性（通常低于 50%乙腈或甲醇等）。
4. 4 推荐使用柱温是 35℃，建议配备柱温箱使用。温度与各离子的洗脱时间有一定相关性，温度改变，离子的洗脱时间会有所变化，请务必在实际使用中注意。
4. 5 开泵后保持流量低于 0.3 mL/min，之后逐渐增加流量至工作流量；SH-CC-4 阳离子色谱柱推荐的标准流速为 1.0ml/min。
4. 6 含有有机物和杂质的样品，请先对样品进行预处理后再进样分析。
4. 7 为了保护色谱柱性能、延长使用寿命，强烈建议使用保护柱并定期更换！
4. 8 请不要随意拆装柱头，容易导致分离柱树脂床变化而降低色谱柱性能。
4. 9 请轻拿轻放，不要随意丢弃碰撞，并防止高处跌落。
4. 10 色谱柱长时间不用时（两周以上），请将色谱柱从仪器中取下，两端密闭置于阴凉干燥处保存。
4. 11 虽然仪器本身具备完备的高压报警保护和低压报警保护功能，但在运行过程中应该经常注意检查主要。低压意味着流路有气泡或泄露，高压以为着流路堵塞，尤其是保护柱和色谱柱。

5. 样品简易预处理

进入色谱柱的样品需经过严格的前处理，尤其是环境污水样品。详细的前处理方案请参考仪器用户手册进行，简易前处理方案请按以下原则进行：

（1）沉淀和粗过滤的样品经过 0.22 μm 滤膜过滤去除杂质，澄清的样品用紫外灯照射，并经过至少 1:199——1:9 的稀释后才可以进样分析，推荐进样体积 25 μl。

（2）含有蛋白质的样品，需先经过沉淀蛋白质后，经过合适的稀释（1:9——1:199）后，再经 C18 柱去除残存的微量蛋白质后才可进样分析。

（3）含有有机物的样品，必须以固相萃取柱去除有机物后方可进样；大量的有机物需先经过有机溶剂（如氯仿等）萃取再过固相萃取柱后，然后经过 1:9——1:199 稀释后进样分析。

推荐使用以下前处理耗材：



6. 色谱柱清洗

6.1 分离柱的清洗

原因	冲洗过程
----	------

亲水性离子污染	按以下步骤冲洗（流量 0.5 mL/min） 1、25 分钟：去离子水 2、100 分钟：10 倍淋洗液浓度的溶液 3、25 分钟：去离子水 4、100 分钟：淋洗液
油性物质污染	按以下步骤冲洗（流量 0.5 mL/min） 1、25 分钟：去离子水 2、20 分钟：10%乙腈/水 3、20 分钟：20%乙腈/水 4、20 分钟：50%乙腈/水 5、100 分钟：100%乙腈 6、20 分钟：50%乙腈/水 7、20 分钟：20%乙腈/水 8、20 分钟：10%乙腈/水 9、50 分钟：去离子水冲洗 10、100 分钟：淋洗液平衡

**注意：**

- (1) 再生时请反接色谱柱，且一定要将抑制器从流路中断开，避免损伤抑制器。
- (2) 藻类、菌类的滋生和蛋白质、腐殖质等污染再生效果不佳。
- (3) 色谱柱污染程度不同，清洗和再生效果不同，严重不可逆污染再生效果不佳。
- (4) 色谱柱的自然降解导致的分离变差不能再生。

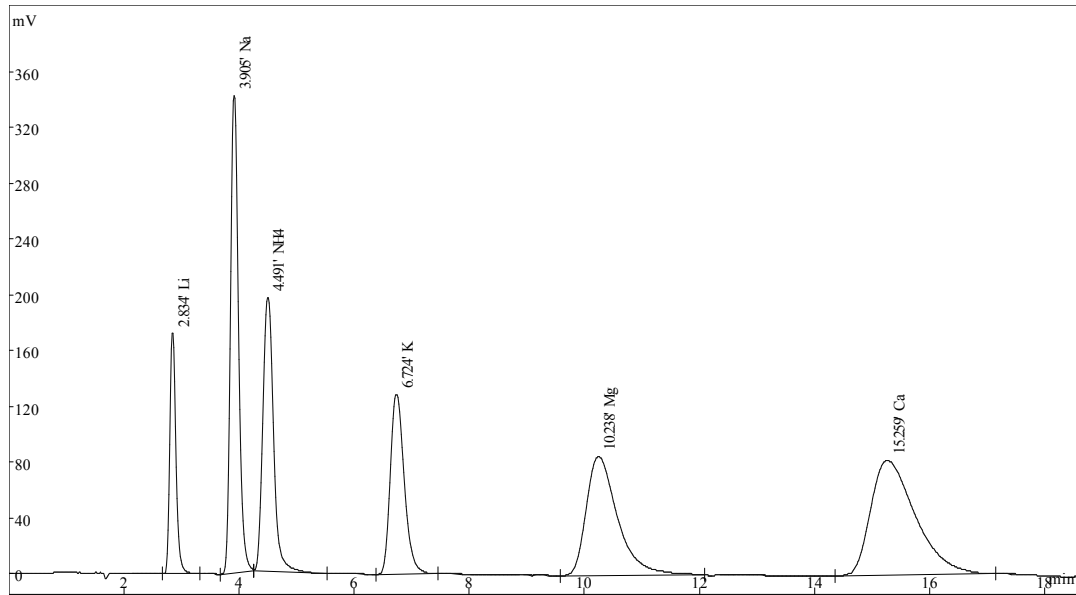
7. 色谱柱的拆除和保存：

7. 1 将泵流量减小到 0.3mL/min 或以下，关闭柱温加热系统，在此流速下冲洗继续以淋洗液冲洗色谱柱直至柱温降至室温。

7. 1 关闭输液泵将色谱柱从仪器上拆下来。

7. 3 将色谱柱两端封闭置阴凉干燥处保存；同时将仪器流路用二通连接器连接，如长时间不用，请将仪器流路（抑制器除外）灌注 40%异丙醇。

8. 附录：**8.1 分析示例****8.1.1 六种常规阳离子标准溶液分析**



分析条件:

分离柱: SH-CC-4

流速: 1mL/min

淋洗液: 5mmol/L 甲烷磺酸

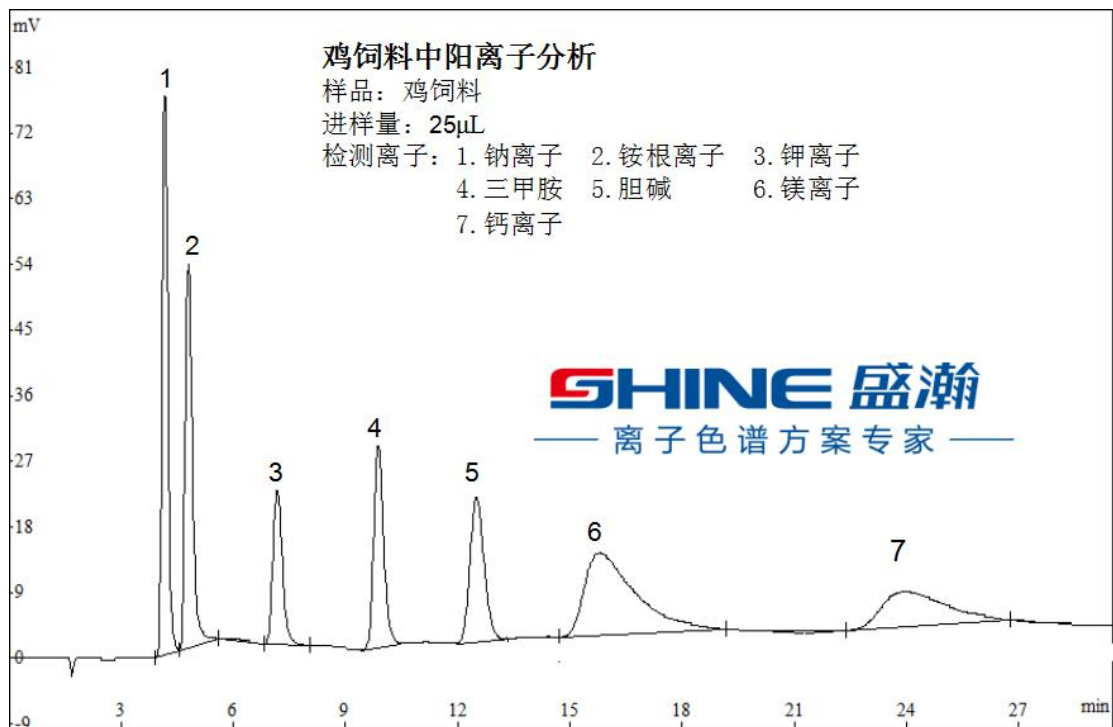
样品: 标准样品

进样体积: 25 μL

进样浓度: Li⁺: 0.4; Na⁺: 2.0; NH₄⁺: 4.0; K⁺: 4.0; Mg²⁺: 2.0; Ca²⁺: 4.0 (mg/L)

检测方法: 抑制电导法

8.1.2 鸡饲料中阳离子测定(含三甲胺和胆碱)



分析条件:

分离柱: SH-CC-4

流速: 1mL/min

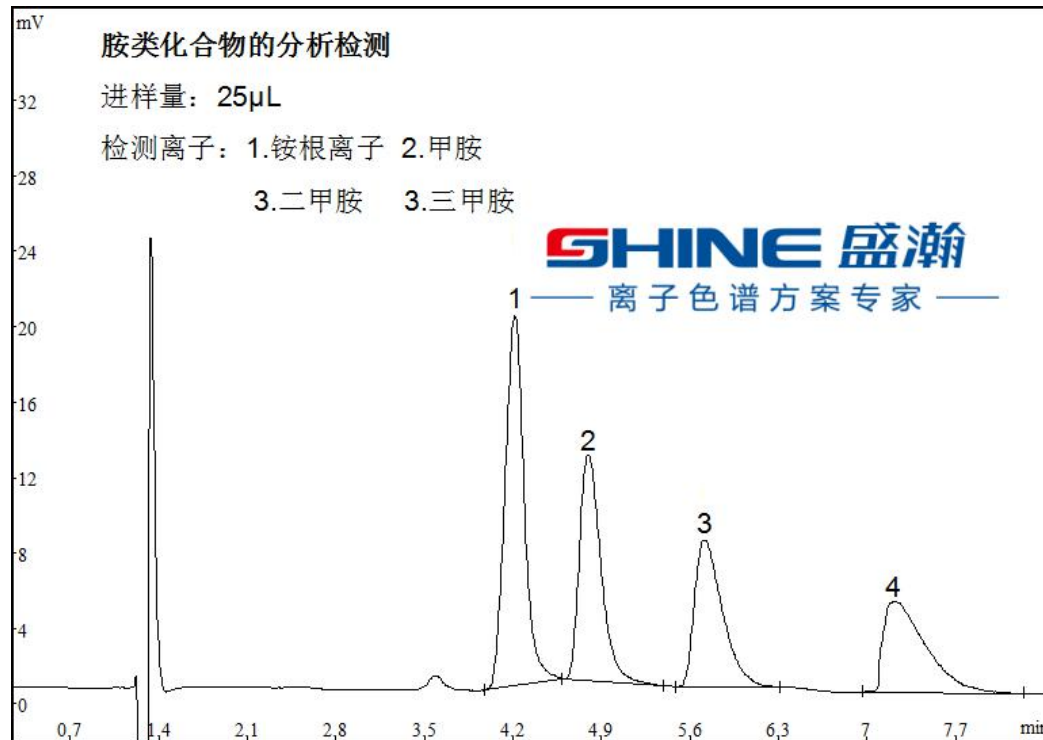
淋洗液: 4mmol/L 甲烷磺酸

样品: 鸡饲料

进样体积: 25 μ l

检测方法: 抑制电导法

8.1.3 胺类化合物的检测分析



分析条件:

分离柱: SH-CC-4

流速: 1.2mL/min

淋洗液: 6mmol/L 甲烷磺酸

样品: 胺类化合物

进样体积: 25 μ l

检测方法: 抑制电导法