

# ChromCore™ 正相/HILIC 色谱柱使用指南

## 概述

ChromCore™ 系列正相/HILIC 色谱柱是在世界独创的单分散微球技术、国际先进的键合工艺和严格的生产质量体系基础上开发出的新一代高效液相色谱柱产品。固定相种类丰富，广泛应用于制药、生物技术、食品安全、临床质谱、化工、环保和科研等行业领域。

## 特性

- 单分散硅胶微球，柱效高、机械强度高；
- 固定相种类丰富，选择性范围广；
- 柱流失低，良好兼容通用型检测器；
- 良好柱间一致性。

## 色谱柱性能参数

产品名称	ChromCore 正相/HILIC 色谱柱
固定相	SiO <sub>2</sub> 、NH <sub>2</sub> 、Diol、CN、Amide、HILIC-ZW、Imidazole
基质	单分散多孔球形硅胶
粒径	3 & 5 μm
孔径	120 Å & 180 Å
耐压上限	5000 psi (5 μm) 6000 psi (3 μm)
耐温上限	60 °C
pH 范围	pH 2-8 (*pH 3-7: SiO <sub>2</sub> )

## 推荐仪器设置参数

推荐设置流速	0.2-0.5 mL/min, 2.1 mm 内径
	0.4-1.0 mL/min, 3.0 mm 内径
	0.8-2.0 mL/min, 4.6 mm 内径
	2.0-8.0 mL/min, 10 mm 内径
	8.0-40.0 mL/min, 21.2 mm 内径

## 注意:

为获取良好分离结果，尽量减少仪器死体积，如：检测器流通池、连接管线和连接头等。柱体积较小时，如内径 2.1 mm 或柱长较短（30 或 50 mm），使用半微量流通池。

## 操作维护指南

- 按照上述参数规范操作（压力、温度、pH 值和流速）；
- 避免色谱柱受到任何物理冲击；
- 使用色谱级有机溶剂、去离子水、高纯度盐或其他添加剂（酸、碱、离子对试剂等）配制流动相；
- 为避免盐中或流动相配制过程中引入不溶性杂质堵塞色谱柱或系统，流动相过滤后再使用。
- 流向与色谱柱标签上箭头方向一致；
- 为确保数据一致性，进样前用至少 10 倍柱体积流动相平衡色谱柱；
- 针对复杂基质或污染性较强样品（中药提取物、食品、环境污染物），建议样品前处理或增加保护柱，以延长分析柱寿命；
- 使用在线过滤器或保护柱可以延长分析柱寿命；
- 正相条件切换到 HILIC 条件，需依次使用异丙醇和乙腈，以 <50% 分析流速冲洗至少 10 倍柱体积；HILIC 条件切换到正相条件，按照相反顺序冲洗；
- 任何情况下避免压力激增；

- 非使用时段，确保色谱柱密封紧以避免溶剂挥发造成色谱柱内填料干涸，影响色谱柱性能。
- 为避免流动相中的盐在色谱柱或系统中析出，先使用与流动相组成比例相同或有机相比例较低的水溶液冲洗至少 5 倍柱体积；

## 活化

注意正相/HILIC 色谱柱新柱中的保存液是乙腈体系，具体保存溶剂可查看色谱柱附带质检报告单，使用前需要根据所使用的流动相条件选择活化方式。

### 正相条件（流动相是正己烷、二氯甲烷等非极性溶剂）

1. 100%乙腈冲洗 10 倍柱体积；
2. 100%异丙醇低流速（<50%实验流速）冲洗 10 倍柱体积；
3. 起始流动相冲洗 20 倍柱体积。

### HILIC 条件（流动相是乙腈、甲醇、水等极性溶剂）

1. 100%乙腈冲洗 10 倍柱体积；
2. 起始流动相冲洗 20 倍柱体积（若起始流动相含盐，需要用同比例有机相/水流动相冲 5-10min，再使用起始流动相冲洗）。

## 清洗与再生

如果色谱柱在使用一定时间后出现异常，包括峰形变化（拖尾、峰分裂、肩峰）、柱压明显增高或柱效明显下降，可按以下步骤进行清洗再生：

### 清洗再生流程

1. 50%醋酸铵水（0.1 M, pH5）/50%乙腈（5 倍柱体积）；
2. 100%醋酸铵水（0.1 M, pH5, 5 倍柱体积）；
3. 50%醋酸铵水（0.1M, pH5）/50%乙腈（5 倍柱体积）；
4. 100%乙腈（10 倍柱体积）；
5. 100%异丙醇（10 倍柱体积）；
6. 100%乙腈（5 倍柱体积）。

## 注意:

- 清洗时，为避免色谱柱上污染物等进入流通池，需断开色谱柱与检测器之间的连接管路；
- 清洗时，建议按照分析流速的 10%-50% 进行操作，避免因溶剂粘度过大，引起柱压激增；
- 高柱压情况下，可按上述流程反冲色谱柱（≥20mm 内径制备柱禁止反冲，为提高制备柱耐脏性，请配套对应的制备柱保护柱）。

## 色谱柱存储

- 正相模式下，色谱柱保存于 100%正己烷中；
- HILIC 模式下，色谱柱保存于 100%乙腈或 90%乙腈/10%醋酸铵水（0.1 M, pH5）中。

## 注意:

- 使用纯有机溶剂冲洗前，确保所有盐都已从色谱柱中冲洗出来。盐不溶于纯有机溶剂，会堵塞色谱柱和管路；
- 伯胺基类色谱柱（NH<sub>2</sub> 柱）不可与醛酮类化合物接触；
- 含胺基色谱柱必须在纯有机溶剂或有机溶剂-缓冲液（醛酮类溶剂除外）中保存；
- HILIC 模式下，如果流动相中含盐，先用 5 倍柱体积和流动相比例相同的乙腈/水冲洗，再用 10 倍柱体积 100% 乙腈冲洗后保存。