

---

# CAPCELL PAK

---

## CAPCELL PAK CR

### 使用说明书

在此，非常感谢您选购我公司的聚合物包被型高效填充色谱柱 CAPCELL PAK。

CAPCELL PAK 在多孔球形硅胶填料表面包覆了单层有机硅聚合物薄膜，从而使其既具有硅胶类填料的高分离能和耐压性，又具有聚合物填料的耐久性，是结合了这些优点的、有划时代意义的填料。

而 CAPCELL PAK CR 色谱柱是将多孔球形硅胶表面包覆单层有机硅聚合物薄膜后再分别导入十八烷基(C<sub>18</sub>)和磺酸基而制成的填料混合填充而成的。本色谱柱结合了十八烷基引起的疏水性相互作用和磺酸基引起的强阳离子交换模式，是具有划时代意义的色谱柱。

为了能够长期且稳定地使用 CAPCELL PAK CR 色谱柱，请在熟读该使用说明书后进行正确使用。

#### 1. 色谱柱的使用

- ① 由于强烈撞击可能会造成色谱柱劣化，故需小心谨慎使用。
- ② 请在压力指示为 0 时进行色谱柱的安装和拆卸。
- ③ 色谱柱的最大使用压为 20MPa。

#### 2. 色谱柱的安装

色谱柱的接头是使用外径 1/16 英寸的螺头。

- ① 若为 SUS 规格，请确保装置的配管接头能够正确连接及锥箍前端的配管已插入接头里侧（参照图 1）。

若为 PEEK 规格，也请确保装置的配管接头正确连接，并且配管的顶端已插入接头里侧。

- ② 安装色谱柱之前，请将装置配管内的液体置换成所用的流动相。  
※请确认色谱柱出厂时的溶剂(记录在色谱柱附带的色谱柱报告中)，并注意盐析现象等。
- ③ 请按照色谱柱标签上的箭头方向来安装色谱柱。

#### 3. 分析

##### 3.1. 流动相

- ① 可用溶剂的种类与一般硅胶类化学结合型色谱柱所使用的溶剂相同。
- ② CAPCELL PAK CR 的可用 pH 范围为 2~7。为防止色谱柱提早劣化，请注意流动相的 pH 不要超过该范围。
- ③ 请过滤流动相去除杂质后（0.45μm 以下滤膜）再进行充分脱气。色谱柱入口处使用了孔径 2μm 的过滤筛板。此外，为防止由异物导致的色谱柱入口过滤筛板堵塞，建议使用线上过滤器。

- ④ 新色谱柱使用色谱柱报告中標示的流动相封存。若要置换成含无机盐的流动相，请注意置换程序，不要造成盐析出。
- ⑤ 以下使用方法一般会导致色谱柱劣化，故应避免此类操作。
  - 频繁变更流动相的组成和直接变更相溶性差的流动相
  - 色谱柱入口压力的急剧变化
  - 选用粘度高的流动相而导致色谱柱压升高
  - 长时间通水
- ⑥ 强阳离子交换模式中，一般随以下几点洗脱行为发生大幅变化。
  - pH（为了使样品充分离子化，流动相 pH 最好与样品的 pKa 相差 2.0 以上。）
  - 盐浓度
  - 有机溶剂量
  - 盐的种类
- ⑦ 请务必选用含盐的流动相。

### 3.2. 样品溶液的配制

- ① 请尽量将样品溶解在与流动相组成相同的溶剂中。
- ② 若采用洗脱能力强的溶剂，则分离能力降低，同时色谱柱前端将有样品析出，故需注意。
- ③ 若样品溶液中有不溶物残留，请用过滤器(0.45 $\mu$ m 以下)过滤。

### 3.3. 分析方面的注意事项

CAPCELL PAK CR 的分离是根据十八烷基引起的疏水性相互作用和磺酸基引起的强阳离子交换模式进行的。对于 C<sub>18</sub> 或强阳离子交换色谱柱无法分离或者分离不充分的样品，首先使用 CR 柱在 C<sub>18</sub> 或阳离子交换柱的流动相条件下进行确认，之后再请尝试 3.1 中⑥的操作。

## 4. 色谱柱的保存

- ① 请用附带的堵头密封，保存在温差小的阴冷处。
- ② 若是一个月以内的保存，请使用与所选用的流动相组成相同的有机溶剂和水的混合溶液(不含酸、无机盐)进行置换(禁止只用水来进行置换)。
- ③ 若是一个月以上的长期保存，在进行了②的处理之后，用出厂时的溶剂置换并保存起来(参照色谱柱报告)。

## 5. 色谱柱的连接

按照图 1 所示进行配管连接。若配管不适合，特别是直接使用其他类型色谱柱所用配管(SUS 规格)时，锥箍前端的长度（图 1 中的 V）与尾端接头的长度（图 1 中的 L）经常会不同，因而引发故障。

若  $L > V$ ，会产生死体积，甚至出现色谱峰展宽或拖尾现象，并且分离变差。

若  $L < V$ ，由于锥箍无法密封，所以会导致漏液。

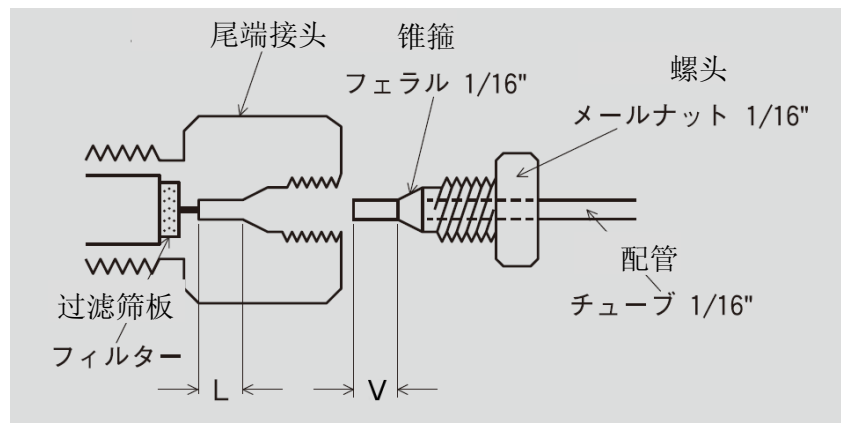


图 1 色谱柱的连接图

※ 频繁更换色谱柱，可能会导致螺头的锥箍损坏而发生漏液现象。这种情况下若拧得过紧，螺母的头部可能会断裂。

使用 PEEK 规格的配管时，请确保配管的前端已插入接头里侧。

## 6. 尾端接头

① 内径为 3.0~8mm 的分析用色谱柱采用了过滤筛板埋入式尾端接头，无法只更换过滤筛板。

## 7. 故障及对策

使用高效液相色谱法进行测定时所出现的问题，存在各种原因。但由于无法将其一一列举，故在此只说明色谱柱及其周边较容易出现的问题。

| 问题现象           | 原因  | 对策  |
|----------------|---|---|
| 1. 色谱柱压升高      | 异物堵塞<br>①溶剂、样品溶液中杂质、不溶物<br>②配管内的水垢<br>③柱塞密封圈的碎片<br>④样品成分的析出   | <ul style="list-style-type: none"><li>▪ 预先用滤膜对溶剂、样品溶液进行过滤。</li><li>▪ 安装线上过滤器。</li><li>▪ 清理配管及更换柱塞密封圈。</li><li>▪ 使用流动相配制样品溶液。</li></ul>          |
| 2. 色谱峰分裂、拖尾、展宽 | ①由于配管连接错误导致产生死体积<br>②流动相条件不合适 <ul style="list-style-type: none"><li>▪ 离子抑制法：抑制不充分（样品量过多）</li><li>▪ 离子对法：离子对试剂浓度不足（样品量过多）</li></ul> ③色谱柱劣化<br>※若色谱柱劣化或填充层出现裂隙，则无法进行修复。 | <ul style="list-style-type: none"><li>▪ 拆下配管，然后重新连接。</li><li>▪ 考察 pH、盐浓度、样品量等。</li><li>▪ 考察离子对试剂浓度、pH、样品量等。</li><li>▪ 通过柱效检测来确认色谱柱性能。</li></ul> |
| 3. 保留时间延迟或不稳定  | ①漏液（根据泵压值可以判断）<br>②流动相条件不合适<br>③色谱柱的平衡时间不足  | <ul style="list-style-type: none"><li>▪ 检查泵、配管系统的漏液情况。</li><li>▪ 参照 3.1</li><li>▪ 充分平衡</li></ul>  |
| 4. 保留时间变短      | ①使用强酸或强碱导致配位基断裂（劣化）<br>②流动相条件不合适<br>③色谱柱的平衡时间不足   | <ul style="list-style-type: none"><li>▪ 参照 3.1</li><li>▪ 充分平衡</li></ul>   |

CAPCELL PAK CR 在出厂前已进行了严格的性能检查。但是万一出现不合格产品，请麻烦您联系我们公司。

但是，若未按照色谱柱寿命相关事项或上述使用注意事项进行使用而导致劣化时，我们不能承担该类责任，望请谅解。

收到商品后 10 天以内若无投诉，即可认定为合格品。在此之后不能再更换，望请谅解。

**SHISEIDO**

资生堂(中国)投资有限公司  
先端科学事业推进部

地址：北京市建国门外大街甲 6 号 SK 大厦 2208 室

邮编：100022

电话：010-65633288 传真：010-85670598