

赛分——头孢聚合物

专用柱（Cef-SEC）使用手册

色谱柱信息

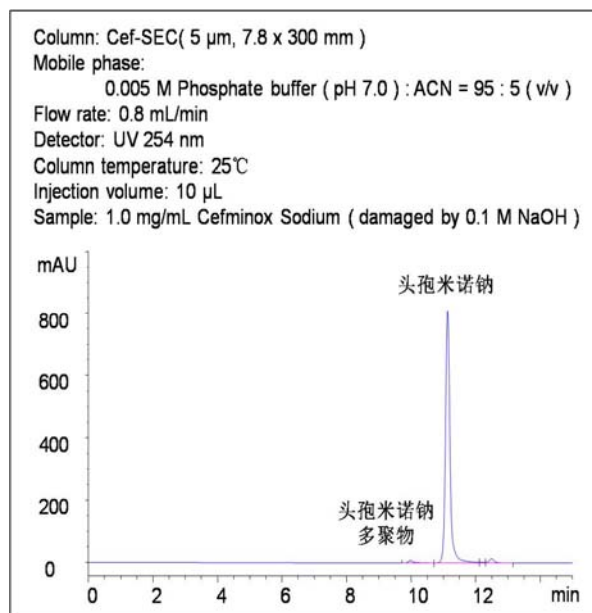
赛分头孢聚合物检测专用柱 Cef-SEC 键合固定相是采用专利的表面修饰技术，通过在高纯度具有良好机械稳定性的硅胶基质上键合均匀的纳米厚度的亲水涂层而制备得到。独有的化学修饰技术可精确控制亲水涂层的厚度，从而确保柱与柱之间有着可靠的重现性。由于采用化学键合技术，且涂层覆盖完全，因此，Cef-SEC 柱具有优异的稳定性和均匀可控的表面涂层保证了分离的高效性，通过运用独有的匀浆装填技术装填得到的 Cef-SEC 柱柱床密度均一稳定，保证具有最高的柱效。Cef-SEC 柱为球状亲水改性硅胶基质分子排阻色谱柱，特别推荐用于 2015 版《中国药典》二部中头孢地嗪钠、头孢米诺钠和法罗培南钠有关物质 II 的检测。

图 1 是按照 2015 版《中国药典》二部——头孢米诺钠检查项下有关物质 II 色谱条件，使用 Cef-SEC 7.8 × 300 mm 色谱柱对头孢米诺钠供试品溶液进行测试的图谱。

安全注意事项

Cef-SEC 柱通常在高压下运行。如果管路连接不紧，将会导致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，以防止微小的硅胶颗粒进入呼吸道。

图 1：头孢米诺钠供试品溶液测试图谱



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：

(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。

新的头孢聚合物专用柱保存在 150 mM 的磷酸盐缓冲液 (pH 7.0) 中。在储存和运输过程中，硅胶填料可能会干涸。这时推荐用 10~20 倍柱体积的 150 mM 的磷酸盐缓冲液 (pH 7.0) 进行低流速冲洗以活化色谱柱。接着可替换为《中国药典》二部相应品种有关物质 II 项下所要求的流动相，流速由 0.1 mL/min 逐渐升至所需的操作条件，平衡色谱柱直至基线稳定为止。如果柱压和基线波动较大，这可能是气泡进入了色谱柱中。这时可用较高流速 (1.0 mL/min) 冲洗色谱柱 2~5 min。

样品与流动相

为避免色谱柱的堵塞，所有样品和溶剂，都必须在使用前用 0.45 μm 或 0.22 μm 的滤膜过滤。Cef-SEC 柱专为《中国药典》二部中头孢地嗪钠、头孢米诺钠和法罗培南钠有关物质 II 的检测而设计，采用药典规定的流动相系统进行检测。流动相在使用前需要脱气，一个简单的脱气方法是将流动相在由水泵形成的真空下超声 5 min。

色谱柱的保养

pH 为获得最佳的分离效果和延长柱的使用寿命，请尽量使用 pH 在 2.0~7.5 范围内的流动相。

压力 尽管 Cef-SEC 柱可在高至 3500 psi 的压力下使用，但正常的操作压力应当低于 2000 psi。长时间在高压下运行会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 $^{\circ}\text{C}$ 。为了获得最长的使用时间，最佳的操作温度为 10~30 $^{\circ}\text{C}$ 。长时间在高温 (>80 $^{\circ}\text{C}$) 下操作会损坏色谱柱，这种情形在高的 pH (>8.0) 条件下特别突出。

流速范围 Cef-SEC 柱的内径为 7.8 mm，为得到良好的峰形和柱效，推荐的流速在 0.6~0.8 mL/min。

色谱柱清洗 多次使用后样品中的某些杂质可能会吸附到入口筛板或填料上。当积累到一定程度时会出现压力升高并伴随峰形展宽的现象。出现这种情况时，推荐的清洗流程如下：

1. 将色谱柱反接于系统，并断开检测器；
2. 用检测样品用流动相，在低于 50% 最大推荐流速的条件下冲洗色谱柱约 5 倍柱体积。注意柱压的变化。如果柱压超出正常水平许多，可降低流速进行。
3. 用 100% 超纯水以低流速 0.4 mL/min 冲洗色谱柱约 5~10 倍柱体积。结束后，保存于 150 mM 的磷酸盐缓冲液 (pH 7.0) 中。

色谱柱保护 除需要过滤样品和流动相外，保护色谱柱的最佳方法是在柱前连接保护柱或过滤器。柱前过滤器可以除去样品或流动相中的残留颗粒，以及从 HPLC 系统，如泵或进样器垫圈上脱离下来的颗粒。更为有效的方法是使用保护柱，因为它可以除去样品、流动相或者来自于 HPLC 系统中的具有强吸附能力的样品组分和残留颗粒。

储藏 长期不用时，请用至少约 5 倍柱体积的水溶液冲洗色谱柱，再用 5~10 倍柱体积的 150 mM 的磷酸盐缓冲液 (pH 7.0) 冲洗后保存。每根色谱柱在运输过程中均会附有两个可拆卸的堵头。为了防止柱床干涸，请用堵头塞紧色谱柱的两端，常温储存即可。

头孢聚合物专用柱 (Cef-SEC) 产品规格

内径×长度	粒径	孔径	型号
7.8×300 mm	5 μm	150 Å	Z00011-7830
7.8×50 mm	5 μm	150 Å	Z00011-7805