

高效液相色谱仪器 及其应用

李昌厚 著



科学出版社

高效液相色谱仪器及其应用

李昌厚 著

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是一本以仪器学理论和应用实践紧密结合的专著。采用了将光学、机械学、电子学、计算机和分析化学五者紧密结合、融为一体的设计方法、测试方法和使用方法;在设计、制造、使用方面具有独到之处;书中的高效液相色谱(HPLC)仪器研发和应用 100 例的具体、可操作的内容等,是本书的突出亮点之一。HPLC 仪器的可靠性,是制造者和使用者最关心的一个核心问题,本书从仪器学理论高度,联系作者的实践,对 HPLC 的可靠性问题作了全面的论述。特别在可靠性的内涵、提高可靠性的方法、如何保证仪器工作在最佳状况等关键问题上,本书中作了重点讨论。

本书可供科研院所、大专院校从事 HPLC 应用、教学、HPLC 仪器研发和维修的科研工作者参考,也可以供有关工矿企业中研发、生产和维修 HPLC 仪器的科技工作者参考。

图书在版编目(CIP)数据

高效液相色谱仪器及其应用/李昌厚著. —北京:科学出版社, 2014. 5

ISBN 978-7-03-040572-2

I. ①高… II. ①李… III. ①液相色谱仪 IV. ①TH833

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 09469 号

责任编辑: 李 霞 潘 涵 / 责任校对: 胡小洁

责任印制: 钱玉芬 / 封面设计: 耕者设计工作室

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

北京佳信达欣艺术印刷有限公司印刷

科学出版社总发行 各地书店经销

*

2014 年 5 月第 一 版 开本: 720×1000 1/16

2014 年 5 月第一次印刷 印张: 20 1/4

字数: 385 000

定价: 98.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

作者简介

李昌厚,男,湖南省岳阳市人,教授,博士生导师,1939年5月出生。1963年在天津大学精密仪器系光学专业毕业后,分配到中国科学院上海有机化学研究所工作,曾任有机所804研究组组长等职。1988年调中国科学院上海生物工程研究中心工作;曾任学术委员会委员、职称委员会委员、学位委员会委员、正高级职称评审委员会委员、仪器分析室主任、生化仪器及其应用研究组组长等职;1992年开始享受国务院政府特殊津贴;1992年起任华东理工大学兼职教授。现任中国仪器仪表学会理事兼科学仪器学术工作委员会委员、光谱仪器专业委员会副主任、高速分析技术专业委员会副主任、物理光学仪器专业委员会副主任;先后被推选任中国仪器仪表学会分析仪器分会第四届、第五届常务理事;第六届、第七届副理事长;现任中国国家认证认可监督管理委员会实验室资质认定(计量认证/审查认可)国家级评审员、中国国标委会分析仪器标准分会委员、上海市科委专家组成员、《生命科学仪器》副主编、《光学仪器》副主编等。



长期从事分析仪器研发及其应用研究。在仪器学理论研究、光谱仪器及应用研究、色谱仪器及应用研究方面都有精深造诣。作为第一完成者,共完成科研成果15项;经中国科学院组织专家组鉴定,其中13项达到鉴定时国际上同类产品的先进水平,其余2项填补国内空白。作为第一获奖人,先后获得国家发明奖、省市级(中国科学院和上海市)科技进步奖等共5项;作为第一作者,在国内外公开发行的重要学术刊物上发表论文180多篇,其中4篇被评为全国优秀论文。

已出版的专著有:《紫外可见分光光度计》,北京:化学工业出版社,2005;《紫外可见分光光度计及其应用》,北京:化学工业出版社,2010;《仪器学理论与实践》,北京:科学出版社,2008;《原子吸收分光光度计及其应用》,北京:科学出版社,2006等四本。

推广液相色谱技术
发展民族仪器产业

张玉奎

二〇一二年

十月

廿九

中国科学院院士、中国分析测试协会副理事长、中国化学会色谱专业委员会主任张玉奎题词

序言(一)

20 世纪 60 年代末高效液相色谱 (high performance liquid chromatography, HPLC) 仪器问世;随着科学技术的发展,目前它是世界上使用最多、覆盖面最广的分析仪器之一。HPLC 已在生命科学、环境科学、农业科学、食品科学、石油科学、医疗卫生、化学化工等各个领域的科研、生产、教学等工作中得到了非常广泛的应用。它可作定量分析、定性分析,例如,制药、食品行业中的产品质量控制、各级药检系统的产品质量控制和各种分析检测。HPLC 是集光学、机械学、电子学和计算机四位一体的、技术密集的高科技产品;可以说它是“农、轻、重、海、陆、空,吃、穿、用”各个领域无所不在、无所不有的分析仪器之一。

李昌厚教授长期从事仪器科学及其应用研究;在仪器学理论及其应用、各类分析仪器的性能技术指标测试方法研究方面都有精深的造诣。该书将仪器学理论和应用实践紧密结合,从仪器学理论的高度重点讨论了 HPLC 仪器整机和部件的设计、制造、测试及其具体应用的问题;书中讨论了 HPLC 的主要性能技术指标对分析测试误差的影响,如何保证 HPLC 仪器的可靠性,如何保证 HPLC 分析测试数据的可靠性,如何评价 HPLC 仪器等读者最关心的问题。该书既是作者的实践经验总结,又是我国很多 HPLC 仪器制造者和使用者久已期盼的仪器学理论与应用实践紧密结合的 HPLC 专著;目前国内外尚未见到同类专著,它将对我国 HPLC 仪器的设计、制造、使用和维修水平的提高,对我国的 HPLC 仪器和应用尽快赶超国际先进水平起到重要作用。

中国工程院院士

国际光学委员会(ICO)副主席

清华大学精密仪器系教授、博士生导师

金國藩

2014 年 2 月

序言(二)

高效液相色谱(high performance liquid chromatography, HPLC)是世界上使用最多、覆盖面最广的分析仪器之一。HPLC 在生命科学、食品科学、农业科学、石油科学、医疗卫生、药品检验、化学化工等各个领域可作定量分析、定性分析。从仪器学理论讲, HPLC 是集光、机、电和计算机四位一体、技术密集的高科技产品, 所以要制造优质 HPLC, 用好 HPLC(用到最佳水平, 保证分析误差最小), 不是一件容易的事情。同时, 因为专业所限, 目前国际上关于 HPLC 的专著中, 要么专写仪器方面, 要么专写应用方面, 至今没有一本用仪器学理论作指导的、仪器和应用紧密结合的 HPLC 专著。

李昌厚教授的《高效液相色谱仪器及其应用》是一本仪器学理论与应用实践紧密结合的专著, 目前未见国内外出版过同类书籍。该书从仪器学理论的高度讨论了 HPLC 仪器整机和部件的设计、制造、测试及其具体应用的问题; 特别重点讨论了 HPLC 的主要性能技术指标对使用者的分析测试误差的影响, 如何保证 HPLC 仪器和测试数据的可靠性, 如何评价、挑选 HPLC 仪器等读者最关心的问题。该书是作者的实践经验总结, 是 HPLC 仪器制造者和使用者期盼已久的仪器学理论与应用实践相结合的专著; 它既可以作为从事 HPLC 领域的制造、分析工作的科技工作者参考书, 又可以作为高等学校的教科书或参考书。该书将对我国 HPLC 仪器的设计、制造和使用水平的提高, 对我国的 HPLC 仪器和应用尽快赶超国际先进水平起到促进作用。

中国工程院院士

中国仪器仪表学会理事长

美国光学学会、国际光学工程学会资深会员

上海理工大学教授、博士生导师



2014 年 3 月于上海

前 言

目前,高效液相色谱(HPLC)仪器和应用发展很快,有关的各种论文和专著很多。但是从仪器学理论应用实践的角度去研究 HPLC,特别是在仪器和应用的相互关系,仪器的技术指标如何影响分析测试的误差,如何用仪器学理论指导仪器的制造、使用 and 维修,如何真正用好 HPLC 等方面的问题,至今并未引起广大科技工作者的重视;虽说有很多科技工作者对 HPLC 的恒流泵、色谱柱、检测器进行过研究,并且已有很多专著,但是因为专业限制,这些 HPLC 专著中介绍仪器的不讲应用,介绍应用的不讲仪器,二者总是脱节;至今国内外还没有用仪器学理论作指导,系统地将仪器和应用同时结合在一起,在一本书上作全面介绍 HPLC 的专著。目前国内外还没有科技工作者,从仪器学理论的高度讨论过高效液相色谱仪器主机和部件的设计、制造及其应用问题,更没有科技工作者,将仪器学理论和应用实践紧密结合起来,认真讨论如何保证高效液相色谱仪器的可靠性,如何保证 HPLC 分析测试数据的可靠性等问题。例如,从仪器学理论角度,深入讨论影响 HPLC 分析测试误差的主要因素及排除方法;从仪器学理论角度,深入讨论 HPLC 仪器的性能技术指标对分析测试的综合误差产生多大影响;如何提高 HPLC 仪器的检测限(灵敏度);如何评价、挑选 HPLC 仪器等。本书将根据作者长期的实践,从仪器学理论高度和应用(分析化学)实践的角度,对上述问题作详细、全面的论述。

目前在我国的各类实验室工作的广大科技工作者中,存在一种较为普遍的现象,这就是使用仪器的人,常常不熟悉仪器,尤其是不熟悉仪器的技术指标的物理意义,不了解这些技术指标相互之间的相互关系,特别是不熟悉这些仪器的技术指标如何对分析测试误差产生影响。因此,往往用不好仪器,或者说不能把仪器用到最佳状态,不能最大限度地发挥仪器的作用。从我国大量引进的各类昂贵的分析仪器的使用情况来看,这些分析仪器中,有很多使用非常不合理,有的“大材小用”,很高档的分析仪器被作为最普通的常规仪器使用;有的仪器长期搁置不用,买了很久,从未使用过;有的仪器甚至物非其用。结果是外汇用了很多,实验室挤得满满的,但对研究、生产工作并无太大推动。特别是教学、科研单位,此类情况更为普遍。

作者认为,HPLC 仪器制造者(包括所有分析仪器制造者)和 HPLC 使用者(包括所有仪器分析工作者)的任务应该是非常明确的。HPLC 仪器制造者的任务是制造出的仪器应该“好用”,所谓“好用”,就是稳定可靠;HPLC 使用者的任务是“用好”仪器。并且,HPLC 的制造者和使用者应该互相关心、互相沟通、互相学习、互相促进。然而,我国(包括世界上很多国家)的现状是:制造 HPLC 的技术人员,成天忙于

设计、画图,并认为自己搞的是仪器制造工作,属于机械、电子、物理光学等范畴,使用 HPLC 是属于化学范畴的问题,用不着自己去关心使用中的问题。因此,制造者不注意去调查了解使用者在怎样使用仪器,不了解使用者对 HPLC 仪器的要求,不了解自己作出的 HPLC 仪器的技术指标,对分析误差有多大影响;由于制造者不了解使用者的思路,不了解使用者对仪器的使用情况,所以有时作出的 HPLC 仪器往往不大“好用”,甚至不“好用”。HPLC 的使用者的任务是“用好”仪器,所谓“用好”,学问是很深的。要“用好”HPLC 仪器,就必须先初步了解仪器的结构、仪器主要技术指标的物理意义,它们对分析误差的影响并掌握对这些主要技术指标的简单检测方法。要经常检测仪器的这些主要技术指标,以保证发挥仪器的最大功效,保证 HPLC 仪器工作在最佳状态,保证能得到可靠的分析测试数据。

我们在实际工作中,经常碰到使用者要求 HPLC 的技术指标越高越好,功能越全越好;而制造者则相反。因此,形成一对矛盾。因为 HPLC 的品种多、数量大、使用要求高,制造和使用中的问题和相互之间的矛盾就比其他分析仪器更多、更严重。所以,多年来,很多科技工作者对作者提出,希望作者写一本在 HPLC 方面,仪器学理论和实践紧密结合,仪器和应用紧密结合的专著。

本书的目的就是想在解决这些矛盾的问题上,尽一点微薄之力。作者想用自己长期研发 HPLC 和使用 HPLC 工作中的经验和教训,在如何制造出优质 HPLC 仪器和如何用好 HPLC 仪器的问题上提供一些参考资料。特别是从仪器学理论的角度,在 HPLC 仪器的技术指标的物理意义、技术指标对分析测试结果误差的影响及其测试方法,以及如何评价或挑选 HPLC 等方面作比较深入的讨论;特别在使用 HPLC 仪器时,如何解决使用过程中碰到的各种技术难题,如何从仪器学理论和实践的角度去排除各种技术故障问题等方面,提出一些具体方法。并且,在本书中作者根据自己的实践,特别增加了“HPLC100 问”一章(第 6 章),应该是本书的亮点之一,也应该是最受广大读者欢迎的内容之一。

HPLC 仪器的可靠性问题,应是制造者和使用者最关心的一个核心问题。本书将从仪器学理论高度,对 HPLC 的可靠性问题作全面的讨论。特别在可靠性的内涵、提高可靠性方法等关键问题上,将在本书中重点讨论。

在本书的绝大多数章节中,都融通了作者在研制 HPLC 仪器和使用 HPLC 仪器的实践中的经验与教训,作者希望和读者们一起认真讨论 HPLC 仪器及其应用的一些关键问题。同时也讨论如何提高 HPLC 仪器和分析测试结果数据的可靠性问题。因此,本书既是作者在使用和研发 HPLC 仪器方面的经验、教训之谈,又是作者对广大科技工作者的一次呼吁。作者呼吁我国的广大科技工作者共同努力,来提高我国分析仪器和分析测试技术的水平。

本书共分 8 章:第 1 章,概论;第 2 章,HPLC 仪器的基本原理和结构组成;第 3 章,HPLC 仪器(系统)的设计方法;第 4 章,HPLC 整机的主要性能技术指标及其测

试方法;第5章,HPLC仪器的评价和挑选方法;第6章,HPLC 100问;第7章,HPLC仪器研发和使用中的仪器学理论问题;第8章,HPLC仪器的保养维修。本书的最后,列出了目前国内部分HPLC仪器的高压泵、主要检测器等非常有用的参考资料;还列出了HPLC仪器的检测和校验使用的标准物质及其配置方法。在附录的最后,还对我国的HPLC有关国家标准作了部分解读。

本书内容深入浅出,通俗易懂。全书没有枯燥的公式推导,没有烦琐的数值计算,完全根据仪器写理论和作者的实践,总结了作者几十年来研发、使用、维修HPLC的经验教训,具有可操作性。目前未见国内外出版过内容如此全面、适用性如此强的同类HPLC专著。本书在仪器电子学的设计、测试等方面都有独到之处,书中着重介绍了作者在HPLC研发工作中取得的科研成果。

本书可供科研院所、大专院校、工矿企业中从事仪器分析工作(使用HPLC)和分析仪器工作(制造HPLC)的广大科技工作者阅读。特别适合在生命科学、环境科学、农业科学、计量科学、石油科学、食品医药、医疗卫生、化学化工等各个领域的科研、教学、生产等工作中,从事HPLC研制和生产的科研、技术人员以及从事HPLC实际应用的有关科技人员参考。本书可以作为有关大专院校学生的教科书和参考书。

本书查阅了大量文献,作者在此特向有关文献的作者表示感谢。

本书写作过程中,得到了上海交通大学药学院、闫超教授(中国色谱学会理事长)、北京大学药学院韩南银博士等知名专家的热情帮助;陈利工程师、缪振华工程师等在本书写作过程中帮助解决了很多技术问题;国内有关的HPLC生产公司为本书的有关章节或附录提供了数据和插图,作者表示衷心感谢。

清华大学金国藩院士(国际光学委员会副主席)、上海理工大学庄松林院士(中国仪器仪表学会理事长、国际光学工程学会资深会员)和中国科学院大连化学物理研究所张玉奎院士(中国化学会色谱专业委员会主任、中国分析测试协会副理事长)等,特为本书作序和题词,作者在此表示衷心感谢。

由于作者水平所限,书中难免有纰漏和错误,热诚欢迎各位读者和有关专家批评指正。

李昌厚

2013年12月于上海

目 录

序言(一)

序言(二)

前言

第 1 章 概论	1
1.1 新型 HPLC 仪器不断涌现	2
1.2 HPLC 的应用及其最新进展	8
第 2 章 HPLC 仪器的基本原理和结构组成	18
2.1 HPLC 的基本原理	18
2.2 HPLC 仪器的基本组成	19
2.2.1 HPLC 的工作流程图	19
2.2.2 泵系统(输液系统)	20
2.2.3 进样系统和分离系统(色谱柱)	33
2.2.4 洗脱系统	45
2.2.5 检测器	48
第 3 章 HPLC 仪器(系统)的设计方法	90
3.1 HPLC 仪器的关键核心部件的内涵和重要性	90
3.1.1 HPLC 仪器的关键核心部件的内涵	90
3.1.2 HPLC 仪器的关键核心部件的重要性	91
3.2 HPLC 仪器关键核心部件的设计、制造和测试	96
3.2.1 设计的重要性和主要内容	97
3.2.2 HPLC 设计的基本方法	101
3.3 电光系统的设计	109
3.3.1 氙灯的选择及测试方法	110
3.3.2 钨灯(卤钨灯)的选择及其测试方法	115
3.4 电源的设计、测试方法	117
3.4.1 氙灯恒流电源的设计方法	117
3.4.2 氙灯恒流电源的测试方法	120
3.4.3 氙灯开关电源的主要技术指标及其测试方法	122
3.4.4 钨灯(卤钨灯)电源的设计和测试方法	124

3.5 光学系统的设计	126
3.5.1 HPLC 外光路的设计	126
3.5.2 单色器的设计	126
3.5.3 流动池的设计	132
3.6 光电系统设计	132
3.6.1 光电倍增管的选择和测试方法	132
3.6.2 光电管的选择和测试方法	140
3.6.3 硅光电池的选择和测试	142
3.6.4 光电倍增管高压电源的设计及其测试方法	145
3.7 电子学系统设计	148
3.7.1 前置电流放大器的设计	148
3.7.2 前置电压放大器的设计	149
3.7.3 一般常用的主放大器的设计	150
3.7.4 双端输入的直流线性放大器的设计及其测试方法	150
3.7.5 双端输入的直流差动对数放大器的设计及其测试方法	153
3.8 计算机系统设计	157
3.9 HPLC 检测器的设计举例	158
3.9.1 光电系统的设计	158
3.9.2 HPLC 电子学系统的设计	160
3.9.3 HPLC 光学系统的设计	161
3.9.4 电光系统设计	162
3.9.5 计算机输出打印系统	162
3.10 HPLC 仪器制造的有关问题	162
3.10.1 制造的重要性	162
3.10.2 HPLC 的制造与元器件测试	163
3.10.3 HPLC 元部件测试方法	164
第4章 HPLC 整机的主要性能技术指标及其测试方法	170
4.1 从仪器学理论看 HPLC 整机的主要性能技术指标	170
4.1.1 检测限	171
4.1.2 灵敏度	171
4.1.3 最小检测浓度、最小检测量	172
4.1.4 测量限和检测限	172
4.1.5 HPLC 紫外检测器的量程问题	172
4.1.6 HPLC 中的专业名词术语	174

4.2 HPLC 整机(系统)的主要性能技术指标的测试方法	175
4.2.1 使用者对 HPLC 整机技术指标的基本要求	175
4.2.2 HPLC 整机的主要性能技术指标及其测试方法	175
第 5 章 HPLC 仪器的评价和挑选方法	186
5.1 评价 HPLC 仪器的角度	186
5.1.1 从仪器学理论的角度评价	187
5.1.2 从使用者的应用实践角度评价	187
5.2 评价 HPLC 的原则	187
5.3 评价 HPLC 的具体方法	189
5.3.1 适用性	190
5.3.2 HPLC 的可靠性	193
5.3.3 智能性(自动化程度)	200
5.3.4 经济性	201
5.3.5 美学性	202
5.3.6 工艺性	203
第 6 章 HPLC 100 问	206
第 7 章 HPLC 仪器研发和使用中的仪器学理论问题	247
7.1 在仪器学理论指导下认识、处理 HPLC 系统的各类问题	247
7.1.1 正确认识 HPLC 的高压泵、色谱柱、检测器三者的相互关系	247
7.1.2 正确处理研发、生产和检验 HPLC 中普遍存在的各类问题	248
7.2 研发者和使用者都应该从仪器学理论高度,重视色谱柱本身及色谱柱 的柱外效应等有关问题	249
7.2.1 色谱峰拖尾问题	249
7.2.2 如何延长色谱柱的寿命	250
7.2.3 必须注意对“柱外效应”的控制	250
7.3 研发 HPLC 高压泵和使用高压泵的关键问题	250
7.4 色谱柱质量的判断	250
7.4.1 色谱柱的柱效	251
7.4.2 HPLC 色谱柱的清洗	251
7.5 HPLC 的流动相问题	251
7.6 注意选择试剂的截止波长	252
7.7 HPLC 的制造者、使用者都应该注重样品的前处理和仪器条件的 选择等关键问题	252
7.7.1 关于样品前处理中的固相萃取柱技术	253
7.7.2 关于过滤和脱气	255

7.8 制造者、使用者应该注重缓冲液问题	255
7.8.1 7.0~2.0 范围内使用较多的酸性缓冲液配制方法	255
7.8.2 7.0~10.0 范围内使用较多的碱性缓冲液配制方法	256
7.8.3 缓冲液使用时应该特别注意的几个问题	257
7.9 应该特别重视 HPLC 检测器	257
7.9.1 最常用检测器的种类	257
7.9.2 HPLC 检测器的最主要性能技术指标	258
7.10 HPLC 使用者特别需要从仪器学理论上重视的 12 个常见技术问题	258
第 8 章 HPLC 仪器的保养维修	262
8.1 对电源的要求	262
8.1.1 电源电压的稳定性	262
8.1.2 电源的频率	262
8.2 对环境的要求	262
8.2.1 要注意防止干扰	263
8.2.2 要注意防湿防潮	263
8.2.3 要注意防止灰尘沾污光学元件	263
8.3 HPLC 的日常保养、维护	264
8.3.1 经常开机	264
8.3.2 经常校验仪器的技术指标	264
8.4 常见故障诊断:故障现象、产生故障的原因和排除方法	264
8.4.1 常见的故障现象、原因及其排除方法	265
8.4.2 一般 HPLC 的计算机常见故障及排除方法	268
8.5 如何解决 HPLC 常用的打印机故障	269
8.5.1 HPLC 的打印机故障的检查	269
8.5.2 打印机不能正常工作	269
8.5.3 打印机的打印速度太慢及其解决方法	270
8.5.4 喷墨打印机出现问题时的检查方法	270
8.5.5 打印机能正常动作,但打不出字来的解决办法	270
主要参考文献	271
附录 1 国产 HPLC 信息一览表	273
附录 2 HPLC 性能技术指标检测的有关标准溶液的配制方法	279
附录 3 HPLC 波长准确度检测的有关标准物质	280
附录 4 2011 版 HPLC 国家标准部分内容解读	285
附录 5 HPLC 计量检定规程(2013 年 JJG 讨论稿)及有关问题解读	293

第 1 章 概 论

纵观色谱技术的发展历史,人们会清晰地看到:色谱法的创始人是俄国科学家 Mikhail Semenovitch Tswett。Tswett 在 1901 年将 CaCO_3 填入玻璃管中,然后向玻璃管中倒入植物叶的石油醚提取物,再用石油醚冲洗。因为不同色素与 CaCO_3 的作用力不同,所以随着冲洗液的加入,混合色带开始被分开,最后色带完全被分离,形成许多不同颜色的小谱带。Tswett 对此感到非常高兴,他认为混合色素在 CaCO_3 柱上被分离的现象,与棱镜对白光的色散相似,所以,1906 年,Tswett 等正式给该技术命名,称为“色谱(chromatography)”。

自从 1903 年俄国植物学家 Tswett 首先发明柱吸附色谱技术后,很多科学家又分别对此进行了研究;紧接着出现纸色谱(paper chromatography, PC),薄层色谱(thin layer chromatography, TLC);20 世纪 50 年代出现气相色谱(gas chromatography, GC),并开始被化学工作者使用;随后气相色谱仪器及其应用得到了飞速发展。直到 20 世纪 60 年代末期和 70 年代初期,高效液相色谱(high performance liquid chromatography, HPLC)仪器出现;随后又出现了离子色谱(ion chromatography, IC);80 年代出现了超临界流体色谱(supercritical fluid chromatography, SFC)等;90 年代初,出现了成熟的毛细管电色谱(capillary electro chromatography, CEC);到了 90 年代末,中国上海通微公司相继研发出了定量毛细管电泳、加压毛细管电色谱等。2004 年,美国 Waters 公司推出了超高压液相色谱(UPLC)商品化仪器,它已经得到了成功的应用。目前,HPLC 仪器已经成为一种公认的、成熟的、被广泛应用的分析仪器。由于高压泵、高效色谱柱、各种高灵敏度检测器的出现、发展并成功地得到应用,HPLC 仪器得到了飞速发展。目前,HPLC 已经被广泛应用。随着科学技术的发展,它是世界上使用最多、覆盖面最广的分析仪器之一。它已在生命科学、环境科学、农业科学、食品科学、医药卫生、石油科学、医疗卫生、化学化工等各个领域的科研、生产、教学等工作中得到了非常广泛的应用。它可作定量分析(最主要的应用)、定性分析;例如,制药、食品行业中的产品质量控制,各级药检系统的产品质量检查,生命科学、农业、环保等领域的各种分析检测。它是集光学、机械学、电子学和计算机四位一体的、技术密集的高科技产品。它可以说是“农、轻、重,海、陆、空,吃、穿、用”各个领域无所不在、无所不有的分析仪器。目前 HPLC 在科技领域的作用已经非常明显,并且还将起到越来越大的作用。

今天,HPLC 仪器及其应用的飞速发展,具体表现在 HPLC 的新理论、各种类型的新仪器、各种新的分析方法、新的应用都在不断涌现。例如,多维液相色谱、二维毛

细管电泳、超高压液相色谱等仪器及其应用的发展,特别是在复杂体系样品分析中应用这些新仪器已经或未来将发挥越来越重要的作用。

1.1 新型 HPLC 仪器不断涌现

(1)二维及多维液相色谱的问世。美国和日本生产的纳升级二维高效液相色谱仪,其组合了纳米微柱和二维液相色谱技术,可直接用于蛋白质组学、基因组学研究中。

(2)毛细管和纳升高压液相色谱仪的发展。美国生产的毛细管和纳升高效液相色谱仪,可进行微柱、毛细管柱和纳升柱三种微柱液相色谱分析。一般毛细管色谱作定量分析时误差很大,但是中国上海通微色谱技术公司生产的定量毛细管色谱仪器,可以用来精确定量分析。

(3)超高压液相色谱仪(UPLC)。自从2004年Waters公司推出UPLC后,JASCO、AGILENT、THERMO-FISHER SCIENTIFI、SHIMADZU、DIONEX、HITACHI都先后推出了各自的UPLC仪器,每套10万美金,2011年在我国销售1000台。

(4)EX1700 S-HPLC[®]超快速液相色谱系统。EX1700 S-HPLC[®]是上海伍丰和美国亿马公司品牌合作的新产品。它是以国际顶尖的UHPLC色谱技术为基准,历时多年研发的全新产品,是国产液相色谱仪的一个划时代产品。其系统如图1-1所示。



图 1-1 EX1700 S-HPLC[®]超快速液相色谱系统

EX1700 S-HPLC[®]耐压范围在0~60MPa,对应使用1.8~2.0 μ m色谱柱,对比常规压力的HPLC,具有更加理想的分离效果、更高分辨率、更快速分析的特点。实际分析时间可以缩短至常规HPLC的1/8~1/10。为了推广超效、超快速分析检测理念,EX1700 S-HPLC[®]提供了合理的产品价格,同时大大地降低了客户的使用成本。所以无论从分析效率、分析精度,还是产品价格考虑EX1700 S-HPLC[®]都有绝

对的优势来取代进口品牌常规压力的高效液相类产品。

EX1700 S-HPLC[®] 超快速液相色谱系统,具有一系列优点。例如,EX1700 S-HPLC[®] 对 8 种混合样品分析的出峰速度(快速出峰);微量池分析等情况如下。

EX1700 S-HPLC[®] 与常规液相色谱系统在同样条件下分析检测谱图的比较:

色谱柱采用规格为:粒径 $2.7\mu\text{m}$, $2.1\text{mm}\times 50\text{mm}$ 色谱柱

流速: $0.3\text{mL}/\text{min}$

流动相:A 乙腈,B 水。混合比例 A:70%,B:30%

柱压: 25.4MPa

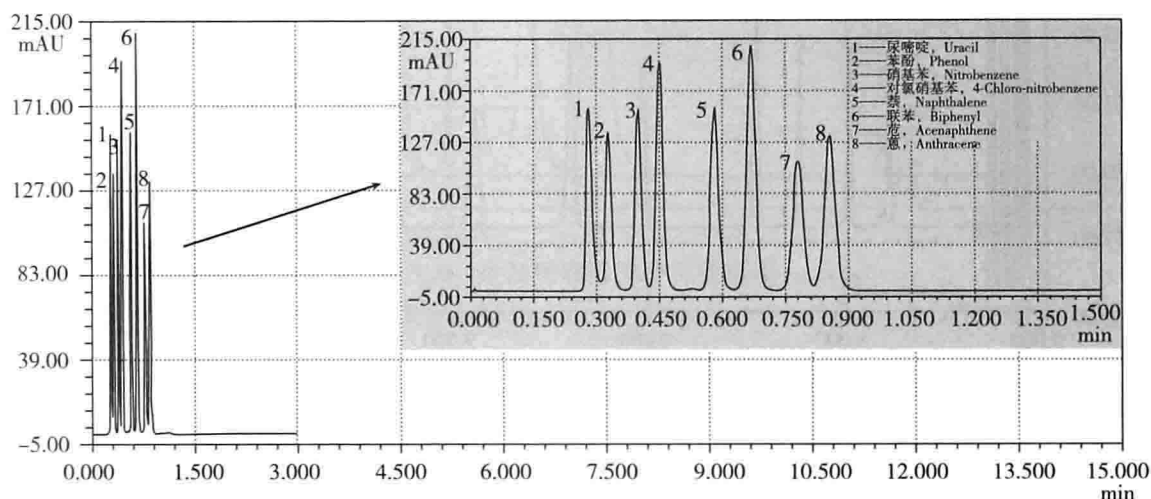


图 1-2 EX1700 出峰速度

快速出峰:0.3 分钟开始出峰,1 分钟内出 8 个峰

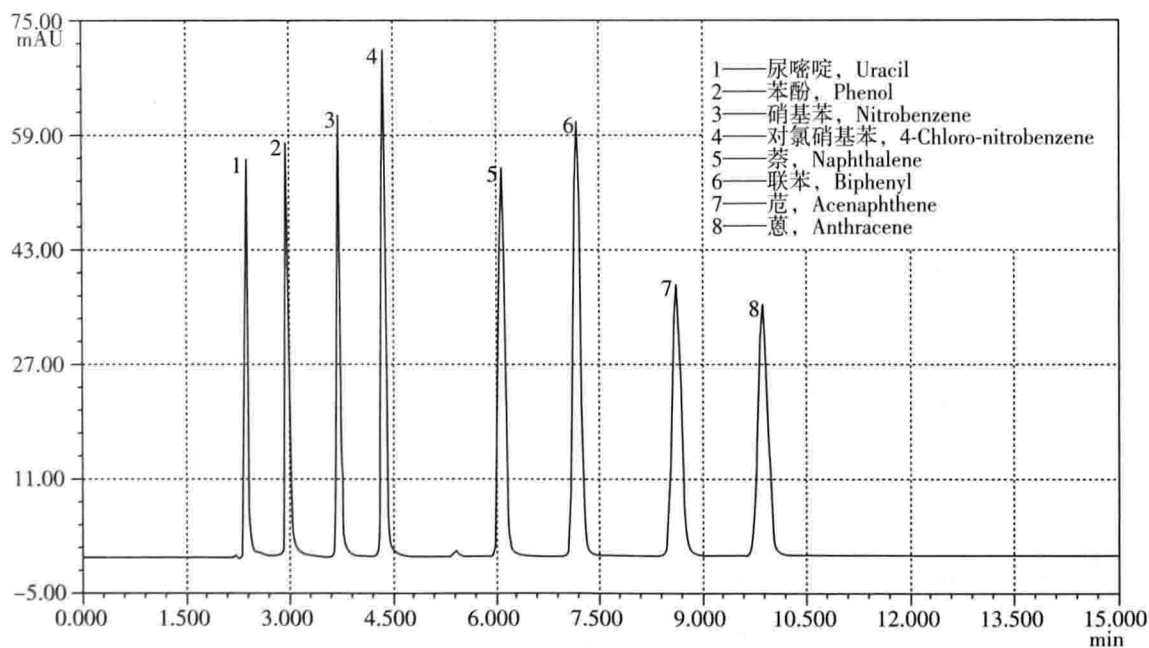


图 1-3 常规 HPLC 色谱系统的出峰速度

慢速:2.4 分钟开始出峰,10 分钟左右出 8 个峰