

色谱柱使用说明

Shodex GPC LF-404

为充分发挥色谱柱性能并保持长期稳定的使用，请在使用前仔细阅读使用说明。)

使用注意事项 <重要>

警告

※当取用用于分析的溶剂和试剂时，请确认制造商发出的安全数据表(SDS)，并遵守使用的注意事项，否则可能会导致严重伤害或死亡。

※在取用有机溶剂、酸和碱等试剂时，应穿戴防护设备，如防护眼镜和手套，避免与人体直接接触，存在化学伤害的风险。

使用前

- 检查色谱柱的包装和外观是否有异常。
- 检查色谱柱盒、柱身标签上的产品名称和序列号(Serial no.或S/N)。
- 出厂检测报告(CERTIFICATE OF ANALYSIS)请在Shodex官方网站点击出厂检测报告下载进行下载。下载时需要输入产品序列号。
出厂检测报告下载链接 <https://www.shodex.com/download/>

1. 前言

感谢您购买Shodex的产品。

Shodex GPC LF-404 是油溶性尺寸排阻色谱柱，是一款支持高性能分析的半微量色谱柱。LF-404使用孔径分布广(细孔多分散型)的填料，可以得到线性高，没有拐点的标准曲线。适用于分析分子量分布宽的高分子样品。

2. 色谱柱各部分名称

请参照Shodex官方网站。

参照链接 <https://www.shodex.com/cn/da/07.html>

3. 色谱柱规格

订货号	产品名称	尺寸 (mm)		粒径 (μm)	理论塔板数 (1根色谱柱)	线性分析范围* (聚苯乙烯换算)	排阻限分子量* (聚苯乙烯换算)
		内径	长度				
F6021043	GPC LF-404	4.6	250	6	≥ 14,000	300 ~ 2,000,000	2,000,000
F6709621	GPC LF-G	4.6	10	6	(保护柱)	—	—

*参考值

填料 : 苯乙烯-二乙烯基苯共聚物多孔颗粒
 色谱柱材质 : SUS-316
 色谱柱末端螺母 : 外螺纹型 No.10-32 UNF
 出厂储存溶剂 : 四氢呋喃(THF)

4. 使用条件

4-1. 基本条件

产品名称	流速 (mL/min)		耐压 (MPa/色谱柱)	温度 (°C)	
	常用	最大		建议	范围
GPC LF-404	0.3	0.6	3.5	25 ~ 40	20 ~ 60
GPC LF-G	—	—	—		

4-2. 溶剂置换性

溶剂	置换性	溶剂	置换性
氯仿	○	六氟异丙醇(HFIP)	○*
四氯化碳	○	N-甲基吡咯烷酮(NMP)	○*
甲苯	○	二甲基亚砷(DMSO)	○*
甲醚酮	○	己烷	×
30 % 间甲酚/氯仿	○	乙腈	×
30 % 邻氯苯酚/氯仿	○	甲醇	×
N,N-二甲基甲酰胺(DMF)	○*	水	×
N,N-二甲基乙酰胺(DMAc)	○*		

○: 可用于溶剂的置换 *: 40 °C 以上的条件下使用 ×: 不能用于溶剂的置换

基本的流动相为四氢呋喃(THF)。请尽可能使用含稳定剂(BHT)的 THF。

警告

※THF 和空气中的氧气反应会逐渐形成过氧化物。浓缩过氧化物有爆炸危险，浓缩分离后的组分时，要特别注意。

注意

※请遵守使用条件，在可用范围之外使用可能会导致色谱柱性能下降。

※使用不含有 BHT 的 THF，容易产生过氧化物，基线很难稳定。如果要使用不含有 BHT 的 THF 时，请开封后直接使用。

※即使是含有 BHT 的 THF，开封后经过长时间放置，也很可能产生过氧化物，请避免使用。

※THF 有很强的吸湿性，使用中请注意避免吸收空气中的水分。

※柱压随流动相组成、流速和柱温而变化。在改变流动相组成时，要调整流速和柱温，使其不超过最大可用压力。

※高分子的分子量越大越容易引起分子链断裂。如果分子链断裂测试结果会比实际值小，造成再现性差的问题。在可能引起分子链断裂的时候，请降低分析流速。

5. 流动相的配制

(1) 流动相请充分脱气防止有气泡。

(2) 流动相中含有不溶的杂质可能会导致色谱柱性能下降和色谱图噪声，因此请使用滤膜(0.45 μm)过滤流动相。

注意

※使用水时，请使用超纯水装置新配制的水或者刚开封的 HPLC 级蒸馏水。使用有机溶剂时，请使用 HPLC 级以上的试剂。使用品质不同的有机溶剂时，使用前请确认其品质适合分析。开封时间长的有机溶剂可能有性质改变、吸湿、污染的问题，请不要使用。

※请勿使用已长时间保存的流动相，组成的变化可能导致洗脱行为的变化和色谱柱的劣化。

参考

※建议使用具有在线脱气功能的脱气机。

6. 样品的配制

(1) 尽量使用流动相溶解和稀释样品。如果难以溶解在流动相中，请尽量和流动相组成接近。

(2) 为了防止由于颗粒物（不溶物）的堵塞导致色谱柱变差，劣化或性能变差，请使用滤膜(0.45 μm)过滤样品。

(3) 分子量 1,000,000 以上的高分子样品，请在流动相中静置半天至一天，使样品充分浸润后小心搅拌使样品完全溶解。搅拌时要注意避免分子链断裂。

(4) 样品进样量为 5 ~ 30 μL。

(5) 高分子样品溶液的粘度和分子量及浓度有很大关系。样品溶液的粘度过高会造成峰变宽或延迟洗脱等问题，影响分子量分布测定。一般来说分子量越大粘度越高，请降低样品浓度。请根据下列表格配制样品溶液。

样品分子量范围	浓度 (w/v)
~ 5,000	1.0 % 以下
5,000 ~ 25,000	0.5 % 以下
25,000 ~ 200,000	0.25 % 以下
200,000 ~ 2,000,000	0.1 % 以下
2,000,000 ~	0.05 % 以下

(6) 样品中含有水、甲醇、己烷时，请先将其除去后再注入色谱柱。

注意

※样品使用非流动相溶剂溶解时，如果含有不溶于流动相的物质，可能会产生进样后堵塞色谱柱的情况。

参考

※为了保护分析柱，建议使用保护柱。

7. 色谱柱的使用方法

GPC LF-404 是半微量色谱柱。为了充分发挥色谱柱的性能，请搭配半微量设备使用。

7-1. 流路中的溶剂置换

安装色谱柱前请先将设备中的流路充分洗净，完全置换成流动相。另外，请切换阀清洗并置换进样器的流路（进样环）。置换不互溶或溶解性低的溶剂时，先使置换成双方溶剂都能互溶的溶剂，再置换成使用溶剂。

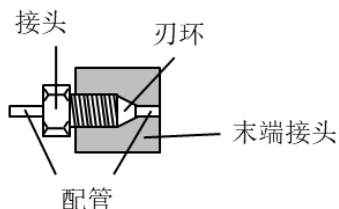
注意

※色谱柱不能使用的溶剂在流路中残留可能会造成色谱柱的劣化。

※流动相组成发生显著变化，可能造成泵、管路中的污垢脱落，可能会造成色谱柱的劣化。

7-2. 色谱柱的连接

- (1) 查看色谱柱身标签，然后将色谱柱连接到设备，使流动相沿流动方向（→）流动。使用保护柱时，请依次先连接保护柱，再连接分析柱。
- (2) 请一边按住配管一边拧紧色谱柱的末端接头，防止配管和末端接头中产生空隙。空隙会造成样品的扩散，导致色谱峰变宽。



- (3) 将流速设置为 0.1 mL/min 以下然后开始送液。在升温使用色谱柱时，以低流送液直到达到设定温度，然后逐渐将流速增加到所需流速。

警告

※请检查溶剂是否泄露。否则可能会造成漏电、腐蚀或化学损坏。

注意

※色谱柱连接到仪器上时，请避免气泡进入色谱柱，否则可能造成色谱柱劣化。

※当连接色谱柱或从停泵状态开始送液时，以 0.1 mL/min 以下流速送液，压力突然升高可能会使色谱柱劣化。

※升温使用色谱柱后，将流速降低至 0.1 mL/min 以下并保持送液，柱温恢复至室温，然后停泵。否则洗脱液冷却时发生收缩，在色谱柱内形成空隙可能导致色谱柱劣化。

参考

※建议设置泵的报警压力，以避免超过最大可用压力。

7-3. 流动相的置换

置换流动相时，请加热色谱柱至 40 ~ 60 °C，并以 0.1 mL/min 以下的流速通液 3 ~ 5 倍的柱体积。

(1) 请事先确认柱中溶剂与要置换的溶剂是否互溶。

(2) 置换成和色谱柱储存溶剂互溶的溶剂时，先置换成储存溶剂和使用溶剂 1:1 的混合溶剂，再置换成使用溶剂。

(例) 从 THF 置换成 DMF 时，先置换成 THF 和 DMF 1:1 的混合溶剂，再置换成 DMF。

(3) 置换不互溶或溶解性低的溶剂时，先置换成双方溶剂都能互溶的溶剂，再置换成使用溶剂。

(例) 从 THF 置换成含有溴化锂的 DMF 时，先使用上述 (2) 的方法置换成 DMF，再置换成含有溴化锂的 DMF。

注意

※请不要频繁更换流动相组成，可能会造成色谱柱劣化。

7-4. 色谱柱清洗方法

流路或者样品中有不溶物质或者吸附性物质残留在色谱柱内，可能会影响色谱柱的洗脱及压力的变化，这种情况清洗色谱柱可能有改善效果。

使用保护柱时，请先去除保护柱进行检测，如果效果改善了，则可能是保护柱的原因，请清洗保护柱。

如果去除了保护柱仍然没有改善，请清洗保护柱和分析柱，请注意把保护柱和分析柱分开清洗。另外，几根色谱柱串联使用时，请分开清洗。清洗色谱柱时，请不要连接检测器，流动相从色谱柱流出后直接流入废液缸即可。如果清洗色谱柱后仍未改善，请更换新的色谱柱。

【清洗方法】

如果不溶物堵在色谱柱入口，可以逆接色谱柱并以小于正常流速一半的流速通流动相来将其除去。

8. 色谱柱的保存

保持色谱柱内部的流动相，从装置中卸下色谱柱并拧紧两端堵头，在温度变化小的阴凉处储存。但是，如果使用 DMSO 等熔点高且在储存过程中可能会凝固的溶剂，请在保存前将其置换成出厂溶剂。关于置换流动相，请参照第 7-3 节 "流动相的置换"。

注意

※色谱柱内绝对不能干燥，否则可能导致色谱柱劣化。

9. 色谱柱的检定方法

检定方法请参照产品的出厂检测报告(CERTIFICATE OF ANALYSIS)。Shodex采用「半峰宽法」测定理论塔板数，采用非对称系数(FAS)作为峰对称性指标。详细的检定方法请参照Shodex官方网站。

参照链接 <https://www.shodex.com/cn/da/07.html>

注意

※理论塔板数和 FAS 根据样品及分析条件的变化会有较大差异。在检定色谱柱出厂性能的时候，请根据 CERTIFICATE OF ANALYSIS 记载的条件进行测试。

10. 其它注意事项

(1) 请勿拧开色谱柱的末端螺丝。

(2) 请勿对色谱柱施加敲击，掉落等强烈冲击。

(3) 请按照各地废弃物标准正确废弃旧的产品。

产品相关的应用实例，请参考 Shodex 官方网站(<https://www.shodex.com/>)。如果还有其他问题，请联系购买的经销商或者通过 Shodex 官方网站的[联系我们]进行咨询。