

色谱柱使用说明

Shodex GPC KD-800 系列

(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 KD-800 系列是油溶性尺寸排阻色谱柱。适用于使用有机溶剂作为流动相进行有机物和低聚物的分离以及高分子的分子量分布测定。我们有一系列排阻限不同的产品, 可以根据样品的分子量范围进行选择。

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* ¹ (PEG/PEO* ² 换算) | 排阻限分子量* ¹ (PEG/PEO* ² 换算) |
|----------|--------------|---------|-----|-------------------------|------------------|--|--|
| | | 内径 | 长度 | | | | |
| F6028210 | GPC KD-801 | 8.0 | 300 | 6 | $\geq 17,000$ | 100 ~ 1,500 | 2,500 |
| F6028220 | GPC KD-802 | 8.0 | 300 | 6 | $\geq 17,000$ | 200 ~ 4,000 | 7,000 |
| F6028225 | GPC KD-802.5 | 8.0 | 300 | 6 | $\geq 17,000$ | 400 ~ 10,000 | 20,000 |
| F6028230 | GPC KD-803 | 8.0 | 300 | 6 | $\geq 17,000$ | 1,000 ~ 50,000 | 70,000 |
| F6028240 | GPC KD-804 | 8.0 | 300 | 7 | $\geq 17,000$ | 4,000 ~ 200,000 | 200,000 |
| F6028250 | GPC KD-805 | 8.0 | 300 | 10 | $\geq 11,000$ | 30,000 ~ (4,000,000)* ³ | (4,000,000)* ³ |
| F6028260 | GPC KD-806 | 8.0 | 300 | 10 | $\geq 11,000$ | 30,000 ~ (40,000,000)* ³ | (40,000,000)* ³ |
| F6028290 | GPC KD-806M | 8.0 | 300 | 10 | $\geq 13,000$ | 1,000 ~ (40,000,000)* ³ | (40,000,000)* ³ |
| F6028270 | GPC KD-807 | 8.0 | 300 | 18 | $\geq 6,000$ | 50,000 ~ (200,000,000)* ³ | (200,000,000)* ³ |
| F6700411 | GPC KD-G 4A | 4.6 | 10 | 8 | (保护柱) | — | — |

KD-806M 是适合分析分子量分布广的样品的混合填料色谱柱。

*¹ 参考值

*² PEG/PEO: 聚乙二醇/聚环氧乙烷

*³ ()内估算值

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 : N,N-二甲基甲酰胺(DMF)*

* N,N-二甲基甲酰胺 [Cas No. 68-12-2] 是 REACH 法则中的高度关注物质 (SVHC) 清单中收录的
 的认可对象物质的的候选物质。

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 | 最大 |
| GPC KD-801 ~ KD-807 | 0.5 ~ 1.0 | 1.5 | 3.5 | 50 | 60 |
| GPC KD-G 4A | — | — | — | | |

4-2. 溶剂置换性

| 溶剂 | 产品名称 | | |
|------------------|-------------------|--------|-----------------|
| | KD-801 ~ KD-802.5 | KD-803 | KD-804 ~ KD-807 |
| 苯 | × | ○ | ○ |
| 甲苯 | × | ○ | ○ |
| 对二甲苯 | × | ○ | ○ |
| 邻二氯苯(ODCB) | × | ○ | ○ |
| 1,2,4-三氯苯(TCB) | × | ○ | ○ |
| 二恶烷 | × | ○ | ○ |
| 乙醚 | × | ○ | ○ |
| 丙酮 | × | ○ | ○ |
| 甲乙酮 | × | ○ | ○ |
| N,N-二甲基乙酰胺(DMAc) | × | ○ | ○ |
| 六氟异丙醇(HFIP) | × | ○ | ○ |
| 间甲酚 | × | ○ | ○ |
| 邻氯苯酚 | × | ○ | ○ |
| 喹啉 | × | ○ | ○ |
| N-甲基吡咯烷酮(NMP) | × | ○ | ○ |
| 30 % 间甲酚/氯仿 | × | ○ | ○ |
| 30 % 邻氯苯酚/氯仿 | × | ○ | ○ |
| 30 % HFIP/氯仿 | × | ○ | ○ |
| 四氢呋喃(THF) | × | × | ○ |
| 氯仿 | × | × | ○ |
| 二甲基亚砷(DMSO) | × | × | ○ |
| 四氯化碳 | × | × | ○ |
| 乙酸乙酯 | × | × | ○ |
| 己烷 | × | × | × |
| 乙腈 | × | × | × |
| 甲醇 | × | × | × |
| 水 | × | × | × |

○: 可用于溶剂的置换 ×: 不能用于溶剂的置换

- (1) 基本的流动相为 N,N-二甲基甲酰胺(DMF)。
- (2) 可以在 DMF 中添加溴化锂等盐使用, 添加量建议为 10 ~ 50 mM。

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。

※DMF 容易变性, 有很强的吸湿性, 请开封后直接使用。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 50 ~ 100 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

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

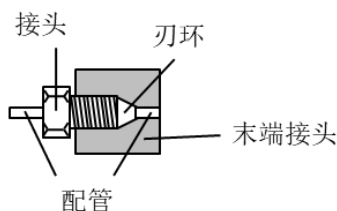
※色谱柱不能使用的溶剂在流路中残留可能会造成色谱柱的劣化。

※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 0.3 mL/min 以下然后开始送液。在升温使用色谱柱时，以低流速液直到达到设定温度，然后逐渐将流速增加到所需流速。

(4) 色谱柱可以串联使用。排阻限分子量不同的色谱柱串联时，请先连接排阻限大的色谱柱。KD-806M 是为了优化标准曲线的直线性，使用不同排阻限分子量填料混合填充的色谱柱，和其他系列色谱柱串联使用会破坏填料混合比例，可能使标准曲线弯曲。需要 KD-806M 串联使用时，请串联同款 KD-806M。

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 0.3 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 0.3 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 0.3 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 DMF 置换成 THF 时，先置换成 DMF 和 THF 1:1 的混合溶剂，再置换成 THF。

(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）从含有溴化锂的 DMF 置换成 THF 时，先置换成 DMF，再使用上述 (2) 的方法置换成 THF。

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，如果使用三氯苯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。