色谱柱使用说明
Shodex Asahipak ODP-50 4B, 4D, 4E

（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

(1) 检查色谱柱的包装和外观是否有异常。

(2) 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)。

(3) 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 Asahipak ODP-50系列是键合了十八烷基(C18)的聚合物基质反相色谱柱。可以在酸性至碱性(pH2 ~ 13)宽范围的pH值条件下使用，也可以使用水、100 %缓冲液作为流动相。

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)	含碳量 (%)	理论塔板数 (1 根色谱柱)
		内径	长度			
F6710023	**Asahipak ODP-50 4B**	4.6	50	5	17	≥ 2,500
F7620004	**Asahipak ODP-50 4D**	4.6	150	5	17	≥ 9,000
F7620003	**Asahipak ODP-50 4E**	4.6	250	5	17	≥ 14,000
F6710022	**Asahipak ODP-50G 4A**	4.6	10	5	17	（保护柱）

填料　：键合了十八烷基的聚乙烯醇多孔颗粒
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　：水/乙腈=35/65

4. 使用条件

产品名称	流速（mL/min）		耐压 (MPa/色谱柱)	pH 范围	温度范围* (℃)
	常用	最大			
Asahipak ODP-50 4B	0.4 ~ 0.6	1.5	5	2 ~ 13	4 ~ 60
Asahipak ODP-50 4D	0.5 ~ 0.8		15		
Asahipak ODP-50 4E					
Asahipak ODP-50G 4A	—	—	—		

可用溶剂如下。

(1) 可以使用 100 %的水、甲醇、乙腈溶液，以及水和甲醇或乙腈任意比例混合的溶液作为流动相。含有芳香环的物质，使用甲醇可能会明显降低理论塔板数，这种情况建议使用乙腈。

(2) 也可以使用磷酸盐、醋酸盐、Tris 等缓冲溶液和氯化钠、氯化钾、硫酸钠等各种盐。此外，也可以使用三氟乙酸、甲酸、乙酸等酸作为流动相。

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。

※当使用缓冲液（或含盐的水溶液）和有机溶剂的混合溶液作为流动相时，请务必防止盐的析出。

※当使用高腐蚀性的盐类如氯化钠时，在分析结束后请冲洗设备和色谱柱，以确保没有盐的残留。否则设备和柱子的金属部件可能会生锈。

※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。

※请不要使用盐酸，盐酸会腐蚀不锈钢。

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。对于梯度洗脱，建议使用初始流动相配制样品。

(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) 样品进样量为每柱 20 μL 以下。

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。

※如果样品浓度过高，过量进样可能导致色谱柱无法发挥原有性能，造成峰型异常、分离不良或再现性不好等情况。如有这种情况，可以稀释样品溶液或者减少进样量进行调整。

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。

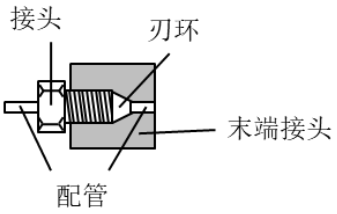
注意 ※色谱柱不能使用的溶剂在流路中残留可能会造成色谱柱的劣化。

※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) 将流速设置为常用流速一半以下然后开始送液。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，以常用流速一半以下的流速送液，压力突然升高可能会使色谱柱劣化。

※色谱柱升温使用后，请使用常用流速一半以下的流速继续送液至色谱柱回复室温后再停泵。如果在色谱柱温度很高时停止送液，当流动相温度降低时发生收缩会造成色谱柱内部空隙，使色谱柱劣化。

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，请以常用流速一半以下的流速通液 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） 当用水/乙腈混合溶液置换高浓度的缓冲溶液（或盐的水溶液）时，请先置换成水，再置换成水/乙腈混合溶液。

(3) 在进行梯度洗脱时，由于流动相成分的变化，在梯度洗脱过程中柱压可能超过最大可用压力。调整流速和柱温，使其不超过最大可用压力。

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】

(1) 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。

(2) 吸附物质的具体清洗方法请参考下面例子。在清洗色谱柱时，请逆接色谱柱。请使用 0.5 mL/min 以下（ODP-50 4B 为 0.4 mL/min 以下）的流速，通液量建议为 5 ~ 10 倍柱体积。

（清洗例 1：碱清洗） 长期使用酸性至中性的流动相条件时
使用 0.1 M 氢氧化钠水溶液/乙腈= 80/20 的溶液通液。

（清洗例 2：酸清洗） 长期使用碱性至中性的流动相条件时
使用 50 mM 磷酸水溶液/乙腈= 90/10 的溶液通液。

（清洗例 3：有机溶剂清洗） 长期使用水比例高的流动相条件时
使用水/乙腈= 20/80 的溶液通液。

注意 ※洗净液长时间保留在色谱柱中可能会造成色谱柱提前劣化，色谱柱清洗后请尽快更换成流动相。

8. 色谱柱的保存

置换成出厂时的储存溶剂，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。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。