

# 色谱柱使用说明

## Shodex IC SI-90 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

- 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 IC SI-90 4E 是可以分析氟离子、氯离子、亚硝酸根离子、溴离子、硝酸根离子、磷酸根离子、硫酸根离子等一般无机阴离子以及醋酸根离子、甲酸根离子等有机酸的使用碳酸钠体系流动相的抑制器法阴离子分析色谱柱。

### 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 ( $\mu\text{m}$ )	理论塔板数 (1根色谱柱)
		内径	长度		
F6995244	IC SI-90 4E	4.0	250	9	$\geq 5,000$
F6709620	IC SI-90G	4.6	10	9	(保护柱)

填料 : 键合了季铵基的聚乙烯醇多孔颗粒

色谱柱材质 : PEEK

色谱柱末端螺母 : 外螺纹型 No.10-32 UNF

出厂储存溶剂 : 1.8 mM 碳酸钠 + 1.7 mM 碳酸氢钠水溶液

### 4. 使用条件

产品名称	流速 (mL/min)		耐压 (MPa/色谱柱)	pH 范围	温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	
	常用	最大			建议	范围
IC SI-90 4E	1.0	2.0	10	3 ~ 12	25	20 ~ 60
IC SI-90G	—	—	—			

可用溶剂如下。

- (1) 一般使用碳酸钠和碳酸氢钠混合水溶液。
- (2) 基本的流动相为 1.8 mM 碳酸钠 + 1.7 mM 碳酸氢钠水溶液。提高碳酸钠的比例洗脱能力变强。
- (3) 如果样品进样量在 50  $\mu\text{L}$  以上且硝酸根离子、磷酸根离子峰变宽，或者分析各阴离子浓度在 1 mg/L 以下的样品时，请使用 1.0 mM 碳酸钠+ 4.0 mM 碳酸氢钠水溶液。
- (4) 同时分析醋酸根离子、甲酸根离子等有机酸离子和无机阴离子时，请使用 12 mM 碳酸氢钠水溶液。
- (5) 乙腈或甲醇的添加上限为 10 % (v/v)。

### 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。

※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。

## 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  $\mu\text{m}$ )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) 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  $\mu\text{m}$ )过滤样品。
- (2) 标准样品的进样量为每柱 50  $\mu\text{L}$  以下。
- (3) 含有蛋白质的样品，请先进行除蛋白处理。可以使用超滤膜的方法进行除蛋白。
- (4) 含有疏水性杂质的样品，请先用固相萃取柱去除杂质。

### 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。

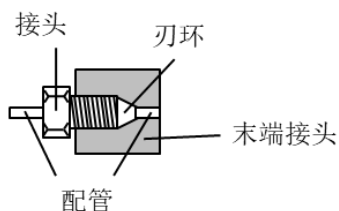
### 注意

※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（ $\rightarrow$ ）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 0.5 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 0.5 mL/min 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 0.5 mL/min 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 0.5 mL/min 以下的流速通液 3 ~ 5 倍的柱体积。

## 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 的流速。

#### (清洗例 1) 亲水性物质污染时

清洗液		通液时间
(1)	水	15 分钟
(2)	10 倍浓度的流动相	60 分钟
(3)	水	15 分钟
(4)	流动相（把色谱柱恢复正接后通液）	60 分钟

#### (清洗例 2) 疏水性物质污染时

清洗液		通液时间
(1)	水	15 分钟
(2)	水/乙腈=95/5	10 分钟
(3)	乙腈	60 分钟
(4)	水	30 分钟
(5)	流动相（把色谱柱恢复正接后通液）	60 分钟

(清洗例 3) 硝酸根离子峰形异常(拖尾、峰形不良)时

※请正向连接色谱柱进行如下操作。

清洗液		通液时间
(1)	水	15 分钟
(2)	1 M 碳酸钠水溶液	25 分钟
(3)	*把色谱柱从设备中拆下, 拧紧两端堵头, 室温下放置 3 天	
(4)	流动相	60 分钟

\*放置 4 天以上可能会导致色谱柱性能劣化

### 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。