

色谱柱使用说明

Shodex IC SI-37 4D

(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-37 4D是使用氢氧化钾和氢氧化钠等OH系流动相的抑制器法阴离子分析用色谱柱。除了标准无机阴离子如氟离子、氯离子、亚硝酸根离子、溴离子、硝酸根离子、磷酸根离子、硫酸根离子外, 还可以分析亚氯酸根离子、溴酸根离子、氯酸根离子等卤氧化物。

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)
		内径	长度		
F6999371	IC SI-37 4D	4.0	150	3.5	≥ 14,000
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 : 10 mM 硫酸钠水溶液 (SI-37 4D)
1.8 mM 碳酸钠 + 1.7 mM 碳酸氢钠水溶液 (SI-90G)

4. 使用条件

产品名称	流速 (mL/min)		耐压 (MPa/色谱柱)	pH 范围	温度 (°C)	
	常用	最大			建议	常用
IC SI-37 4D	0.5	0.9	20	3 ~ 13	30	20 ~ 60
IC SI-90G	—	—	—			

可用溶剂如下。

- (1) 一般使用氢氧化钾或氢氧化钠水溶液。
- (2) 基本的流动相为 23 mM 氢氧化钾水溶液。提高流动相浓度洗脱能力会变强。
- (3) 乙腈的最大使用量为 100 %。

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) 作为流动相使用的水，请使用超纯水设备制备的电阻率为 18.2 MΩ·cm 的超纯水。
- (2) 请使用淋洗液自动发生器制备氢氧化钾、氢氧化钠水溶液。不得已需要手动配制时，请使用超纯水稀释优级纯氢氧化钾和氢氧化钠溶液。
- (3) 流动相请充分脱气防止有气泡。
- (4) 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。

※流动相请使用时即时配制，组成的变化可能导致洗脱行为的变化和色谱柱的劣化。

※手动配制流动相时，请使用带有二氧化碳捕集装置的容器。

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 μm)过滤样品。
- (2) 标准样品的进样量为每柱 25 μL 以下。浓度在 0.1 mg/L 以下的低浓度样品，进样量提升到 100 ~ 200 μL 可以提高检测灵敏度。
- (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。

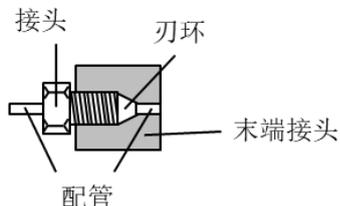
注意

※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（→）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 0.25 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。
- (4) 初次使用时，请先使用流动相，以 0.25 mL/min 的流速通液 40 分钟以上，再连接抑制器。再次连接置换成出厂储存溶剂的色谱柱时，也需要同样操作。

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 0.25 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 0.25 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 0.25 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 0.25 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	20 分钟
(2)	100 mM 氢氧化钾或氢氧化钠水溶液	70 分钟
(3)	水	20 分钟
(4)	流动相（把色谱柱恢复正接后通液）	70 分钟

(清洗例 2) 疏水性物质污染时

清洗液		通液时间
(1)	水	20 分钟
(2)	水/乙腈=95/5	15 分钟
(3)	乙腈	70 分钟
(4)	水	40 分钟
(5)	流动相 (把色谱柱恢复正接后通液)	70 分钟

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。

※使用例如 100 mM 氢氧化钠水溶液这样碱性强的流动相，有可能损坏检测器的检测池。请不要连接检测器，洗净液从色谱柱出口直接流入废液缸。

8. 色谱柱的保存

用使用中的溶剂保存时，从装置中卸下色谱柱并拧紧两端堵头，放在冰箱中冷藏保存。不储存于冰箱时，请置换成出厂时储存溶剂，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。

※置换成出厂储存溶剂时，请先卸下抑制器，再置换成出厂储存溶剂。

※使用冷藏保存的色谱柱时，请先把色谱柱回复至室温，再打开两端堵头连接到设备中。

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。