

Bedienungsanleitung

Shodex GPC KF-2000 serie

(Bitte lesen Sie dieses Handbuch sorgfältig durch, um die beste und gleichbleibende Leistung der Säule über einen längeren Zeitraum sicherzustellen)

Wichtige Hinweise zur Handhabung

Warnung!

- Bitte lesen Sie das Sicherheitsdatenblatt (SDB) der Reagenzien und Lösungsmittel, die mit der Säule verwendet werden, und machen Sie sich mit ihrer ordnungsgemäßen Handhabung vertraut, um mögliche Gesundheitsgefahren oder Todesfälle zu verhindern.
- Bitte tragen Sie beim Umgang mit organischen Lösungsmitteln sowie sauren und alkalischen Reagenzien eine geeignete persönliche Schutzausrüstung wie Schutzbrille und Handschuhe. Vermeiden Sie jeden direkten Körperkontakt, um Verletzungen durch Chemikalien zu verhindern.

Vor Verwendung der Säule

- (1) Bitte überprüfen Sie die Verpackung und die Außenseite der Säule visuell auf eventuelle Schäden.
- (2) Bitte überprüfen Sie den Produktnamen und die Seriennummer (Serial no. oder S/N), die auf der Säulenverpackung und dem Klebeetikett auf dem Säulenkörper angegeben sind.
- (3) Bitte laden Sie das Analysenzertifikat (CoA) für das erworbene Produkt herunter. Dieses können Sie auf der Website von Shodex (<https://www.shodex.com/download/>) herunterladen. Dabei werden sie aufgefordert, die Seriennummer einzugeben.

1. Einleitung

Vielen Dank, dass Sie sich für dieses Shodex-Produkt entschieden haben. Die Shodex GPC KF-2000-Serie besteht aus Chromatographiesäulen mit Größenausschluss und werden mit organischen Lösungsmitteln verwendet. Die Säulenserie eignet sich zur präparativen Isolierung von organischen Verbindungen und Oligomeren geeignet. Es stehen Säulen mit unterschiedlichen Ausschlussgrenzen zur Verfügung. Bitte wählen Sie Säulen mit solchen Ziel-Molekulargewichtsbereichen (siehe unten), die dem Molekulargewichtsbereich Ihrer Proben entsprechen.

2. Column Components

Weitere Informationen finden Sie auf der Website von Shodex: <https://www.shodex.com/en/da/07.html>

3. Spezifikationen der Säule

Produktcode	Produktname	Größe der Säule (mm)		Partikelgröße (µm)	Theoretische Plattennummer (je Säule)	Ausschlussgrenze* ¹
		i.D.	Länge			
F6102401	GPC KF-2001	20,0	300	6	≥ 18.000	1.500
F6102402	GPC KF-2002	20,0	300	6	≥ 18.000	5.000
F6102425	GPC KF-2002.5	20,0	300	6	≥ 18.000	20.000
F6102403	GPC KF-2003	20,0	300	6	≥ 18.000	70.000
F6102404	GPC KF-2004	20,0	300	7	≥ 14.000	400.000
F6102405	GPC KF-2005	20,0	300	10	≥ 10.000	4.000.000
F6102406	GPC KF-2006	20,0	300	10	≥ 10.000	(20.000.000)* ²
F6102409	GPC KF-2006M	20,0	300	10	≥ 10.000	(20.000.000)* ²
F6700406	GPC KF-G 8B	8,0	50	15	(Schutzsäule)	-

Bei KF-2006M handelt es sich um eine Mischgelsäule, die einen breiteren Analysebereich für das Molekulargewicht bietet.

*¹ Nur Referenzwert / gemessen mit Polystyrol
² Geschätzter Wert

Basismaterial : Kugelförmige poröse Teilchen aus Styrol-Divinylbenzol-Copolymer
 Säulengehäuse : SUS-316
 Schraubentyp : Innengewinde-Typ-Nr.10-32 UNF
 Versandlösungsmittel: Tetrahydrofuran (THF)

4. Gebrauchsbedingungen

4.1 System Einstellungen

Produktname	Durchfluss (ml/min)		Maximaler Druck (MPa je Säule)	Temperatur (°C)	
	Empfohlen	Maximum		Empfohlen	Maximum
GPC KF-2001 - KF-2006M	3,5	4,5	2,0	ZT* - 40	60
GPC KF-G 8B	-	-	-		

* Zimmertemperatur

4.2 Liste der verwendbaren Lösungsmittel

Lösungsmittel	Produktname			
	KF-2001	KF-2002, KF2002.5	KF-2003	KF-2004 to KF-2006, KF-2006M
Chloroform	✓	✓	✓	✓
Benzol	✓	✓	✓	✓
Toluol	✓	✓	✓	✓
Tetrachlorkohlenstoff	x	✓	✓	✓
p-Xylol	x	✓	✓	✓
Dioxan	x	✓	✓	✓
30 % m-Kresol/Chloroform	x	✓	✓	✓
30 % o-Chlorphenol/Chloroform	x	✓	✓	✓
30 % HFIP/Chloroform	x	✓	✓	✓
o-Dichlorbenzol (ODCB)	x	x	✓	✓
1,2,4-Trichlorbenzol (TCB)	x	x	✓	✓
Diethylether	x	x	✓	✓
Ethylacetat	x	x	✓	✓
Aceton	x	x	✓	✓
Methylethylketon	x	x	✓	✓
N,N-Dimethylformamid (DMF)	x	x	✓	✓
N,N-Dimethylacetamid (DMAc)	x	x	✓	✓
m-Kresol	x	x	✓	✓
o-Chlorphenol	x	x	✓	✓
Chinolin	x	x	✓	✓
N-Methylpyrrolidon (NMP)	x	x	✓	✓
Hexafluorisopropanol (HFIP)	x	x	x	✓
Dimethylsulfoxid (DMSO)	x	x	x	x
Hexan	x	x	x	x
Acetonitril	x	x	x	x

Methanol	×	×	×	×
Wasser	×	×	×	×

✓: Kann verwendet werden ✗: Kann nicht verwendet werden

Das übliche Elutionsmittel ist THF.

Warnung!

- THF produziert schrittweise Peroxide, wenn es mit dem Sauerstoff in der Luft reagiert. Bei hoher Peroxidkonzentration besteht Explosionsgefahr. Besondere Vorsicht ist geboten, wenn die entnommene Probenlösung nach der Trennung konzentriert wird.

Achtung!

- Verwenden Sie die Säule innerhalb der oben angegebenen Bereiche für Durchflussrate, Druck und Temperatur. Die Verwendung der Säule außerhalb des angegebenen Bereichs kann die Säule beschädigen und ihre Leistung beeinträchtigen.
- THF ohne BHT bildet leicht Peroxide, wodurch eine instabile Basislinie entsteht. Falls Sie THF ohne BHT verwenden müssen, nutzen Sie ausschließlich frisches Lösungsmittel aus einer ungeöffneten Flasche.
- Verwenden Sie THF mit BHT nicht, wenn die Flasche für eine Weile offen war, da sie Peroxide enthalten könnte.
- THF nimmt leicht Feuchtigkeit auf. Achten Sie darauf, dass das Lösungsmittel während der Analyse keine Feuchtigkeit aus der Luft absorbiert.
- Der Säulendruck wird von der Zusammensetzung des Elutionsmittels, der Durchflussrate und der Säulentemperatur beeinflusst. Wenn Sie die Zusammensetzung des Elutionsmittels ändern, passen Sie die Durchflussrate und die Säulentemperatur so an, dass der Säulendruck unter dem verwendbaren Maximaldruck bleibt.
- Der Scherabbau tritt eher bei Verbindungen mit größerem Molekulargewicht auf. Das Ergebnis des Scherabbaus kann sich in der Messung eines niedrigeren Molekulargewichts als dem tatsächlichen Wert und/oder einer geringen Reproduzierbarkeit zeigen. Wenn der Verdacht auf Scherabbau besteht, sollte eine niedrigere Durchflussrate verwendet werden.

5. Vorbereitung des Elutionsmittels

- (1) Entgasen Sie das Elutionsmittel vollständig, um die Bildung von Luftblasen zu verhindern.
- (2) Das Vorhandensein kleiner Ablagerungen oder unlöslicher Substanzen kann zu einer Verschlechterung der Säule führen und/oder werden diese auf den Chromatogrammen als Störgeräusche abgebildet. Filtern Sie das Elutionsmittel mit einem 0,45-µm-Einwegfilter, um ein solches Problem zu verhindern.

Achtung!

- Es wird empfohlen, organische Lösungsmittel von garantierter Qualität zu verwenden, die problemlos für eine HPLC eingesetzt werden können. Werden organische Lösungsmittel unterschiedlicher Qualität zusammen verwendet, muss vor der Verwendung sichergestellt sein, dass sie sich allesamt für die Analyse eignen. Der Inhalt kann sich verändert haben, Feuchtigkeit aufgenommen haben oder kontaminiert worden sein.
- Verwenden Sie stets frisch zubereitete Lösungsmittel. Über einen längeren Zeitraum gelagerte Lösungsmittel können ihre Zusammensetzung verändert haben und dadurch das Elutionsmuster beeinflussen und/oder die Säule beschädigen.

Hinweis

- Die Verwendung eines Online-Entgasers wird empfohlen.

6. Vorbereitung der Probe

- (1) Wenn möglich, verwenden Sie das Elutionsmittel für die Analyse, um Proben aufzulösen oder zu verdünnen. Sollte dies nicht möglich sein, verwenden Sie ein Lösungsmittel, dessen Zusammensetzung der des Elutionsmittels so nahe wie möglich kommt, dabei die Probe jedoch vollständig auflöst oder verdünnt.
- (2) Filtern Sie die Probenlösung mit einem 0,45-µm-Einwegfilter, um zu verhindern, dass die Säule verstopft oder beschädigt wird.

- (3) Zur Vorbereitung von Proben mit einem Molekulargewicht von mehr als 1.000.000 lässt man die Probe zunächst einen Tag lang im Elutionsmittel der Analyse stehen, bis sie vollständig aufgequollen ist. Anschließend wird die Probenlösung langsam geschüttelt, um die Probe vollständig aufzulösen. Seien Sie vorsichtig, da aggressives Schütteln die Polymerketten des Analyten zerschneiden kann.
- (4) Das empfohlene Injektionsvolumen der Probe beträgt weniger als 250–1.000 µl.
- (5) Die Viskosität einer hochmolekularen Verbindung wird weitgehend durch ihr Molekulargewicht und ihre Konzentration beeinflusst. Proben mit hoher Viskosität führen zu einer Peakverbreiterung und Elutionsverzögerung, was die Ermittlung der genauen Molekulargewichtsverteilung erschwert. Im Allgemeinen gilt: Je größer das Molekulargewicht der Verbindung ist, desto höher ist ihre Viskosität. Um den Einfluss der hohen Viskosität zu unterdrücken, empfiehlt es sich, die Probenkonzentration zu senken. Bitte verwenden Sie bei der Vorbereitung von Proben für die Analyse der Molekulargewichtsverteilung die nachstehende Referenztable.

Molekulargewichtsbereich	Optimale Konzentration (w/v)
≤ 5.000	≤ 1,0 %
5.000 - 25.000	≤ 0,5 %
25.000 - 200.000	≤ 0,25 %
200.000 - 2.000.000	≤ 0,1 %
≥ 2.000.000	≤ 0,05 %

- (6) Allgemeine organische Substanzen können in einer höheren Konzentration injiziert werden als Polymere. Die empfohlene Probenkonzentration beträgt weniger als 10 % (w/v). Eine Überladung beschädigt die Säule nicht – wenn die Peakform jedoch verzerrt sein sollte, senken Sie die Probenkonzentration.
- (7) Wenn die Probe Wasser, Methanol oder Hexan enthält, entfernen Sie diese vor der Injektion.

Achtung!

- Wird eine Probe in einem anderen Lösungsmittel als dem Elutionsmittel gelöst und enthält die Probenmatrix Bestandteile, die sich im Elutionsmittel nicht vollständig auflösen, können sich Ausfällungen bilden, welche die Säule verstopfen.

Hinweis

- Zum Schutz der Analysensäule wird die Verwendung einer Schutzsäule empfohlen.

7. Nutzungsverfahren der Säule

7.1 Vorbereitung des HPLC-Systems

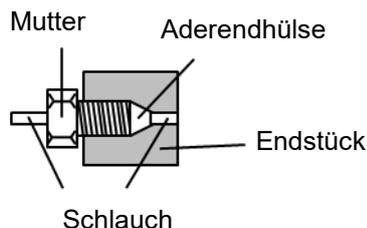
Reinigen Sie vor der Installation der Säule das gesamte LC-System, einschließlich aller Durchflussleitungen und des Probenkreislaufs, indem Sie das Ventil umschalten und anschließend die Waschlösung durch das zu verwendende Elutionsmittel ersetzen. Falls das gewünschte neue Elutionsmittel eine geringe Mischbarkeit/Löslichkeit gegenüber dem Elutionsmittel der vorherigen Analyse aufweist, verwenden Sie zunächst ein Elutionsmittel, das gegenüber beiden Elutionsmitteln mischbar/löslich ist. Ersetzen Sie es anschließend durch das gewünschte Elutionsmittel.

Achtung!

- Ist das im System verbliebene Elutionsmittel nicht mit der zu verwendenden Säule kompatibel, kann die Säule dadurch beschädigt werden.
- Eine drastische Veränderung der Zusammensetzung des Elutionsmittels kann dazu führen, dass im System adsorbierte Substanzen entfernt werden, wodurch sie in die Säule gelangen und diese beschädigen können.

7.2 Column Installation

- (1) Schließen Sie die Säule an das HPLC-System an, indem Sie dem „Flussrichtungspfeil“ (→) folgen, der auf dem Klebeetikett der Säule angegeben ist. Wird eine Schutzsäule verwendet, positionieren Sie diese vor (also vor dem Einlass) der Analysensäule.
- (2) Achten Sie darauf, den Schlauch bis zum Ende einzuführen und mit der Überwurfmutter zu sichern. Dabei ist wichtig, dass im Endstück zwischen Schlauch und Säule kein Zwischenraum besteht. Anderenfalls kann die Probe auslaufen und zu breiten Peaks führen.



- (3) Stellen Sie die anfängliche Durchflussrate auf weniger als 1,0 ml/min ein und starten Sie das System. Wird die Säule bei einer erhöhten Temperatur verwendet, halten Sie die Durchflussrate niedrig, bis die Temperatur der Säule die eingestellte Temperatur erreicht hat, und erhöhen Sie die Durchflussrate anschließend allmählich auf den gewünschten Wert.
- (4) Es können mehrere Säulen in einer Reihe geschaltet werden. Wenn Sie mehrere Säulen mit unterschiedlichen Ausschlussgrenzen verbinden, setzen Sie die Säule mit der höheren Ausschlussgrenze an die obere Stream-Position. Beim Einsatz von KF-2006M verwenden Sie mehrere KF-2006M-Säulen in Serie. Dies hat den Grund, dass bei der Herstellung von Mischgelsäulen zahlreiche verschiedene Gele mit unterschiedlichen Ausschlussgrenzen zum Einsatz kommen, um lineare Kalibrierkurven über die festgelegten Molekulargewichtsbereiche zu erhalten. Werden verschiedene Säulen zusammen verwendet, ändert sich das Mischungsverhältnis der Gele, wodurch die lineare Kalibrierkurve verfälscht werden kann.

Warnung!

- Stellen Sie sicher, dass kein Lösungsmittel austritt. Anderenfalls können Elektroschläge, Rost und/oder chemischen Verletzungen auftreten.

Achtung!

- Achten Sie bei der Installation der Säule darauf, dass keine Luftblasen hineingelangen. Luftblasen können die Säule beschädigen.
- Wenn Sie das System neu starten, nachdem Sie die Säule installiert oder den Durchfluss des Elutionsmittels gestoppt haben, tun sie weniger als 1,0 ml/min. Ein zu schneller Druckanstieg kann die Säule beschädigen.
- Wurde die Säule während der Analyse erhitzt, ist die Durchflussrate am Ende der Analyse auf weniger als 1,0 ml/min zu senken. Schalten Sie dann den Säulenofen aus und lassen Sie die Temperatur der Säule auf Raumtemperatur zurückgehen, bevor Sie die Pumpe abschalten. Damit soll verhindert werden, dass ein leerer Raum in der Säule entsteht, der die Säule beschädigt. Wenn die Pumpe gestoppt wird, während das Elutionsmittel in der Säule noch heiß ist, verringert sich das Volumen des Elutionsmittels und es entsteht ein Leerraum, wenn die Temperatur des Elutionsmittels sinkt.

Hinweis

- Es wird das Einstellen des Pumpenbegrenzers empfohlen, um die Überschreitung des maximalen Drucks zu vermeiden.

7.3 Austausch von Lösungsmitteln

Stellen Sie die Säulentemperatur beim Austausch des Lösungsmittels auf 40–60 °C ein und starten Sie das System bei weniger als 1,5 ml/min. Die Empfehlung für das einzuleitende Lösungsmittelvolumen für jeden Schritt beträgt das 3- bis 5-fache des Säulenvolumens. Wird das Lösungsmittel bei Raumtemperatur ausgetauscht, stellen Sie die Durchflussrate auf weniger als 1,0 ml/min ein.

- (1) Überprüfen Sie die Mischbarkeit/Löslichkeit des gewünschten neuen Lösungsmittels gegenüber dem aktuell in der Säule befindlichen Lösungsmittel.
- (2) Wenn Sie das aktuelle Lösungsmittel durch ein mischbares Lösungsmittel ersetzen, leiten Sie zunächst eine 1:1-Mischung aus dem aktuellen und dem neuen Lösungsmittel ein und ersetzen Sie es anschließend durch 100 % des neuen Lösungsmittels.
z. B. Beim Ersetzen von THF durch DMF lassen Sie zuerst ein 1:1-Gemisch aus THF und DMF einlaufen und geben Sie dann 100 % DMF hinzu.
- (3) Wenn Sie das aktuelle Lösungsmittel durch ein Lösungsmittel mit geringerer Mischbarkeit/Löslichkeit gegenüber dem aktuellen Lösungsmittel ersetzen, verwenden Sie zunächst ein Lösungsmittel, das gegenüber beiden Lösungsmitteln mischbar/löslich ist. Ersetzen Sie es anschließend durch das neue Lösungsmittel.
z. B. Wenn Sie THF durch DMF mit LiBr ersetzen, befolgen Sie zunächst Schritt (2) wie oben beschrieben und ersetzen Sie anschließend 100 % DMF durch DMF mit LiBr.

Achtung!

- Häufiges Auswechseln der Lösungsmittel verschlechtert die Säule und wird daher nicht empfohlen.

7.4 Reinigung der Säule

Probleme mit Peakformen, Änderungen der Elutionszeit oder ein erhöhter Säulendruck werden häufig durch die Ablagerung unlöslicher oder adsorbierender Komponenten aus der Probe/dem Durchfluss in der Säule verursacht. Diese Probleme können durch eine Reinigung der Säule behoben werden.

Wird eine Schutzsäule zusammen mit der Analysensäule verwendet, entfernen Sie zunächst die Schutzsäule und überprüfen Sie einzig die Leistung der Analysensäule. Wurde das Problem gelöst, lag die Ursache höchstwahrscheinlich bei der Schutzsäule. Reinigen und/oder regenerieren Sie in diesem Fall die. Reinigen und/oder regenerieren Sie in diesem Fall die Schutzsäule. Wurde das Problem nicht durch Entfernen der Schutzsäule gelöst, reinigen und/oder regenerieren Sie sowohl die Schutz- als auch die Analysensäulen. Falls mehrere Analysensäulen zusammen verwendet werden, sind sie getrennt zu reinigen.

Lassen Sie die Waschlösung beim Reinigen und/oder Regenerieren der Säule aus dem Säulenauslass direkt in den Abfallbehälter fließen und nicht durch den Detektor laufen.

Sollte sich die Säulenleistung nach der Reinigung nicht verbessert (erholt) haben, tauschen Sie die Säule bitte durch eine neue aus.

<Reinigungsmethode>

Unlösliche Komponenten, die den Einlass der Säule blockieren, können durch Umkehrung der Durchflussrichtung entfernt werden, d. h. durch Einleiten des Elutionsmittels vom Säulenauslass her, wobei die Durchflussrate weniger als die Hälfte der empfohlenen Durchflussrate betragen sollte.

8. Lagerung der Säule

Entfernen Sie die Säule aus dem HPLC-System und behalten Sie das für die Analyse verwendete Lösungsmittel. Ziehen Sie die Endkappen fest und lagern Sie die Säule an einem Ort mit stabiler Temperatur (hierbei empfiehlt sich ein kühler und dunkler Raum). Wenn die Säule mit einem Lösungsmittel verwendet wird, das während der Lagerung kristallisieren kann (z. B. Trichlorbenzol, welches einen hohen Schmelzpunkt aufweist), ersetzen Sie das Lösungsmittel in der Säule durch das Versandlösungsmittel. In Abschnitt 7.3 „Austausch von Lösungsmitteln“ erfahren Sie, wie das Elutionsmittel ausgetauscht werden kann.

Achtung!

- Lassen Sie das Innere der Säule niemals austrocknen. Anderenfalls kann die Säule beschädigt werden.

9. Column Inspection

Bitte beachten Sie die im Analysezertifikat beschriebene Prüfmethode. Bei Shodex erfolgt die Berechnung der Plattenzahl anhand der „Halbwertsbreite“ und die Berechnung der Peak-Symmetrie mithilfe des „Asymmetriefaktors“ (Fas).

Weitere Informationen finden Sie auf der Website von Shodex: <https://www.shodex.com/en/da/07.html>

Attention!

- Die Werte für Plattenzahl und Fas unterscheiden sich je nach verwendeten Proben und/oder Analysebedingungen erheblich. Um den anfänglichen Säulenzustand zu überprüfen, verwenden Sie bitte die selbe Probe unter den im Analysezertifikat genannten Analysebedingungen.

10. Zusätzliche Warnhinweise

- (1) Die Endstücke dürfen nicht entfernt werden.
- (2) Es darf keine Gewalt auf die Säule ausgeübt werden. Lassen Sie die Säule nicht fallen und schlagen Sie sie nicht gegen eine harte Oberfläche.
- (3) Bitte befolgen Sie die von den örtlichen Vorschriften vorgeschriebene Methode zur Abfallentsorgung.

Auf der Website von Shodex (<https://www.shodex.com/>) finden Sie Einzelheiten zu den Produkten und deren Anwendung.

Falls Sie weitere Unterstützung benötigen, wenden Sie sich an den Händler, von dem Sie die Säule erworben haben, oder an Ihre regionale Shodex-Supportstelle (https://www.shodex.com/en/support_office/list).