

CROWNPAK® CR(+)/CR(-)使用注意事項

中文補充版

尊敬的用戶：

非常感謝您選用 DAICEL 公司生產的手性色譜柱。CROWNPAK® CR(+)/CR(-)柱是將冠醚衍生物塗布在矽膠表面而制得。本產品的特點是矽膠表面的手性衍生物對有機溶劑非常敏感，使用不當會溶解手性固定相，使手性柱失去分離能力且這種損壞是不可逆的。因此，在使用前一定要徹底清洗儀器管路、正確選擇流動相。在使用前本產品請仔細閱讀包裝盒中的英文版使用說明書。如有任何疑問，請直接與我們聯繫。

在連接該手性柱進行實驗前，請按以下步驟操作：

1. 使用前：

1.1 確認儀器各部件狀態：

- 校準各泵的流速看是否準確。強烈推薦使用單泵（即只使用一個泵），所用的流動相請手配，混合均勻。

1.2 使用溶劑及配製：

- 使用的水溶劑為色譜級純淨水，高氯酸為色譜純或分析純。
- 配製時請採用以下操作：將水溶液在攪拌器下攪拌，滴加入高氯酸，用 PH 計檢測。配好後攪拌 15min 請再次檢測，以確保溶劑混合均勻。
- 如果文獻方法不是滴定法，請照文獻方法配製好流動相(同樣要充分攪拌)以後再用 PH 計檢測，看該溶液 PH 值是否在我們規定的使用範圍內。
- CR(+)/CR(-)柱所使用的高氯酸水溶液的 PH 範圍為 PH1.0-2.0。

CROWNPAK® CR(+)/CR(-)使用注意事項

中文補充版

1.3 樣品的配製：

- 樣品只能用流動相或純水溶解。
- 注意：千萬不要溶解於甲醇、乙醇、異丙醇、乙酸乙酯、二氯甲烷等有機溶劑中。另外，若樣品為油狀物，請在配樣前確認樣品裏沒有殘留任何有機溶劑。

1.4 溶劑切換：

請在連接色譜柱前，按下述要點徹底做好溶劑切換

- 根據 HPLC 系統中不同的當前流動相，採用不同的沖洗方法清洗所有管路：包括所有溶劑入口、泵、進樣裝置和其他連接管路（在進樣器和檢測器之間用兩通代替色譜柱連接起來）。
- 如果當前流動相是正相流動相（如正己烷/醇），要先用無水乙醇或異丙醇沖洗約 80mL，再用純水沖洗約 80mL，然後用配製好的測試流動相沖洗 50mL，最後連接上 CROWNPAK® CR(+)/CR(-)色譜柱。
- 如果當前流動相是反相流動相（如水/乙腈、緩衝液/甲醇），要先用純水徹底沖洗（約 100 mL）以除去其中存在的有機溶劑或緩衝液，然後用配製好的測試流動相沖洗約 50 mL，最後連接上 CROWNPAK® CR(+)/CR(-)色譜柱。
- 注意：其餘未用的流路也必須過渡為純水系統，以免誤操作時讓其他溶劑進入系統，造成嚴重後果。

2· 使用中：

2.1 CROWNPAK® CR(+)/CR(-)柱一般以 HClO₄ 水溶液(pH 1.0-2.0)為流動相，唯一可以添加的有機溶劑為甲醇，如果添加甲醇，甲醇含量最多不能超過 15%（體積百分比）。其他的有機溶劑不能使用，否則會對手性柱造成不可逆的破壞。

CROWNPAK® CR(+)/CR(-)使用注意事項

中文補充版

- 2.2 該手性柱不能接觸 K^+ 離子， K^+ 離子會佔據冠醚的手性空穴從而不可逆的損壞手性柱的分離能力。
- 2.3 CROWNPAK® CR(+)/CR(-)柱的使用溫度範圍為：-5°C-50°C。為了您的手性柱有更長的壽命，請保持系統壓力在 15MPa 以下。
- 2.4 強烈推薦使用 CR(+)/CR(-)保護柱。

3、使用後：

測試完成後請用純水以 0.5ml/min的流速沖洗柱子 30-60min，並將手性柱保存於 4°C 冰箱中。

使用中常見問題及解決措施：

1. 樣品峰出現分叉情況：
 - 可能造成此現象的原因：
 - a) 柱子使用過程中系統壓力超過 15MPa
 - b) 分析樣品過程中有殘渣污染柱頭
 - c) 保護柱損壞
 - 可採取的應對方法：
 - a) 若有保護柱請將保護柱取下後再驗柱
 - b) 若還是有分叉現象，請將柱子反接後驗柱

若問題依然存在，請及時與我公司聯繫。

CROWNPAK® CR(+)/CR(-)使用注意事項

中文補充版

2. 出峰不斷提前：

出峰不斷提前是填料不斷流失的表現，主要是由於甲醇的比例超過 15%或是系統中進了有機溶劑造成的，以上情況造成的填料流失是不可逆的損壞，柱子將無法修復。

● 可能造成此現象的原因：

- a) 泵的抽力不正常
- b) 配製的高氯酸水溶液密度不均勻
- c) 流動相中甲醇的比例超過 15%
- d) 在使用前未用純水徹底沖洗整個系統（注意：包括包括所有溶劑入口、泵、進樣裝置和其他連接管路）
- e) 樣品溶解過程中使用了甲醇等有機溶劑，或者油狀樣品中有有機溶劑殘留
- f) 流動相及樣品溶液中有 K⁺存在

3. 樣品沒有保留，在 2.0min 左右出峰：

初步斷定是手性填料完全流失的表現，柱子對手性樣品沒有分離能力，這種損壞是無法修復的。

爲了避免以上 2、3 所述情況的出現，請在閱讀英文版說明書注意事項的基礎上，嚴格按照我們的中文補充說明操作。

強烈建議客戶在拿到管柱後嚴格按照 DAICEL 公司的驗柱報告用標準品檢驗管柱，確認管柱性能。若對管柱有任何異議，請在收到貨物後 15 個工作日內提出。若由於操作使用不當對管柱所造成的不可逆損壞，本公司將不承擔任何責任。