

使用说明书

CHIRAL ART 填料

涂敷型正相

① 前言

非常感谢您本次选用 CHIRAL ART 涂敷型手性填料系列。CHIRAL ART 涂敷型填料是一款在球形硅胶基质上涂敷手性选择基团多糖衍生物的适用于光学异构体分离的制备型填料。本公司在 CHIRAL ART 填料的生产过程中进行了严格的品质管理，保证能为客户提供最高品质的产品。为了使产品最大限度发挥其性能并被长时间使用，请阅读此使用说明书并正确使用。

② 产品规格一览

项 目	CHIRAL ART Amylose-C CHIRAL ART Amylose-C Neo	CHIRAL ART Cellulose-C
颗粒径 (μm)	10, 20	
手性官能团	Amylose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)	Cellulose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)
类型	涂敷型	
装填密度(g/cm ³)	约 0.53	

③ 动态轴向压缩柱的装填方法

3-1 计算使用填料量

装填密度(g/cm³) × 计划装填柱床体积 (cm³)

3-2 匀浆配制和色谱柱装填

关于匀浆配制的溶剂和装填的溶剂，推荐选用异丙醇。向填料内加装填溶剂并持续搅拌，配制成浓度为30~40%的匀浆后进行快速上柱装填。装填压力虽与动态轴向压缩柱的耐压相关，但一般推荐设定装填压力设在 6~8MPa 之间。当装填的填料为 CHIRAL ART Amylose-C 或 Amylose-C Neo 时，装填完成后建议将装填溶剂置换成乙醇。

*匀浆浓度 (% w/v) = 填料量 (kg) / 匀浆体积(L) × 100

3-3 色谱柱性能确认 (填充状态评价)

装填完成后，请对色谱柱性能进行评价，包括理论塔板数 (N)、峰形的确认。如果理论塔板数及不对称因子未达到目标值，请重新探讨装填条件等。

色谱柱性能评价案例

洗脱液 : 正己烷 / 异丙醇 (90/10, v/v)
 线速度 : 180 cm/hr
 检测波长 : UV at 230 nm
 样品 : 1,3,5-Tri-*tert*-butylbenzene (0.5 mg/mL) [void volume marker]
 trans-Stilbene oxide (0.1 mg/mL) [peak 1, peak 2]
 样品溶解溶剂 : 洗脱液
 进样量 : 30 × 柱横截面积 (cm²) μL
 评价 : *trans*-Stilbene oxide (peak 2) 的理论塔板数(N)

理论塔板数 (N/m) 的判断基准 *

10 μm	20 μm
16,000	6,000

*易受色谱柱及 LC 系统影响，会上下有所浮动

④ 使用时的注意事项

- 由于本产品为多糖衍生物涂敷型填料，当色谱柱内混入能够溶解多糖衍生物的溶剂（THF、丙酮、乙酸乙酯、氯仿、二氯甲烷、DMSO、DMF 等）时，即使是少量存在都可能会引起色谱柱性能的大幅下降，因此必须避免使用含以上溶剂的洗脱液和样品溶解溶剂。

（※ THF：四氢呋喃、DMSO：二甲基亚砷、DMF：N,N-二甲基甲酰胺）

- 可作为流动相使用的溶剂及其配比（Volume/Volume）请参考下表。当使用记载范围以外的溶剂组成时，有可能会造成填料劣化。

烷烃/异丙醇 ¹	烷烃/乙醇 ¹	甲醇/乙醇	甲醇/乙腈 ²
100/0 - 0/100	100/0 - 0/100	100/0 - 0/100	100/0 - 85/15 15/85 - 0/100

- 一般情况下使用的烷烃多为正己烷、正庚烷。尽管上表以外的醇类（甲醇、正丙醇、正丁醇、仲丁醇等）也可以使用，但由于甲醇与烷烃的互溶性较低，当加入甲醇的量超过5%以上时，需添加同等量的乙醇。
 - 虽然可以使用100%甲醇及100%乙腈，但直接进行甲醇和乙腈的置换，可能会引起填料劣化，因此当需要对色谱柱进行互溶性不佳溶剂间的转换时，CHIRAL ART Amylose-C/Amylose-C Neo 请先用乙醇置换过渡，CHIRAL Cellulose-C 用异丙醇置换过渡。
- 进行洗脱液置换时，请注意有机溶剂间的互溶性。从烷烃/醇类体系置换为极性有机溶剂（甲醇、乙腈等）体系时，CHIRAL ART Amylose-C/Amylose-C Neo 先用乙醇置换过渡，CHIRAL Cellulose-C 用异丙醇置换过渡，之后再使用选定的洗脱液进行充分平衡。请注意如直接进行烷烃体系到腈类体系的置换时，有可能导致色谱柱性能劣化。同时，使用极性有机溶剂（甲醇/乙醇体系、甲醇/乙腈体系等）为流动相时，推荐作为专用填料使用。
 - 分离对象为离子型化合物时，可通过向洗脱液中加入下列添加剂来改善峰形和提高分离再现性。由于添加剂的浓度越高越容易影响色谱柱的使用寿命，因此请以0.1%为基准对添加量酌情增减。
 - 碱性化合物：0.1%（上限0.5%）二乙胺（DEA）、丁胺、乙醇胺等。
 - 酸性化合物：0.1%（上限0.5%）三氟乙酸（TFA）、醋酸、甲酸等。
 - 当样品内含有大量杂质的情况，推荐对样品进行过滤等前处理或使用保护柱。
 - 制备时使用的柱压不可高于装填压力。

⑤ 色谱柱的清洗与保管

清洗方法

- 对色谱柱进行清洗时，提高洗脱液中极性大的有机溶剂的浓度（如：使用流动相为烷烃/醇体系时，提高醇类的浓度），以便洗脱出色谱柱内强保留物质。如需进一步进行清洗时，CHIRAL ART Amylose-C/Amylose-C Neo 用乙醇，CHIRAL Cellulose-C 用异丙醇通液。
- 使用的洗脱液内含有酸或胺类等添加剂时，请先使用不含此类物质的混合溶剂（与洗脱液同等配比）进行置换后，再使用前述方法进行清洗。

装填色谱柱的保存

- 当色谱柱长时间不用时，清洗完色谱柱后，CHIRAL ART Amylose-C/Amylose-C Neo 置换成乙醇，CHIRAL Cellulose-C 置换成异丙醇保存（请避免放置于高温、潮湿的环境中）。保存过程中为避免柱内干燥，请注意拧紧密封栓。
- 即使是短时间不用，也应避免在含添加剂的洗脱液内保存。

⑥ 填料的保存

未使用填料：请直接按出厂时的容器状态保存，并避免放置于高温潮湿的环境。

使用完后的填料：制备完成后，请按⑤对填料进行清洗。如计划浆体状态保存，请将 CHIRAL ART Amylose-C/Amylose-C Neo 内溶剂置换成乙醇，CHIRAL Cellulose-C 置换成异丙醇后，再将填料从色谱柱内取出，移至容器内密封保存。如计划干燥状态保存，将从色谱柱内取出的填料 60 °C 以下干燥后保存，请避免放置于高温潮湿的环境。

※ 产品一旦开封，概不退换。