# CHIRALPAK® AGP 手性柱使用注意事项中文补充版

#### 尊敬的用户:

非常感谢您选用大赛璐公司生产的手性色谱柱。为了更好地使用该手性柱, 延长其使用寿命,以下几点需要特别注意:

- 1. AGP是酸性糖蛋白柱,由于蛋白质容易变性失活,故在使用时,对有机相的种类和浓度的选择都有一定的限制。通常情况下,用甲醇,乙醇,异丙醇和乙腈为流动相的有机相。其他有机相请不要使用,如有特殊需求,请使用前和我司确认是否安全,以防使用不当对柱寿命造成的影响。
- 2. 流动相中若使用异丙醇为有机相,则其含量不超过流动相总体积的 25%;若使用其他有机相(甲醇,乙醇和乙腈),则有机相的比例最好 不超过 15%;若使用混合醇(例如甲醇和乙醇混合),则混合醇的总 含量不超过 15%。
- 3. 水相的缓冲盐浓度在 10mM-100mM 之间, 通常在 10mM-20mM 之间。
- 4. 流动相的 pH 范围是 4-7。
- 5. 推荐使用温度 20℃-25℃,最高不超过 30℃。
- 6. 柱子最高耐受压力在 14Mpa 左右, 为了保护柱子延长使用寿命, 请在 9Mpa 以下使用。
- 7. AGP 的负载量不大,通常情况下配置样品浓度 0.05-0.5mg/ml,进样量 1µl-20µl 比较合适。不同样品,可以适度调整。负载过大时将导致分析结果不准确,表现为分离度显著下降和柱效降低。
- 8. 柱子出厂保存溶剂为 15%的异丙醇和 85%的水,黏度较大,第一次使用时,请用纯水小流速冲洗(0.1-0.2ml/min),将保存溶剂中的异丙醇置换出,再开始用流动相平衡柱子,进行实验。另外,请将流速从0.1ml/min慢慢升高到合适的流速,而不是突然调节到最大流速。

地址:中国上海市外高桥保税区希雅路 69 号 16 号楼 5 层 C 部 邮编: 200131 电话: +86-21-5046-0086 传真: +86-21-5046-2321 网址: www.daicelchiraltech.cn 流动相的成分、比例不同,则粘度不同,更换流动相时,需要相应地调整流速,以防止柱压过高。

另外,在使用前一定要彻底清洗仪器管路、正确选择流动相。<u>在使用前本产品请仔细阅读包装盒中的英文版使用说明书。</u>如有任何疑问,请直接与我们联系(+86-21-50460086)。

# 1. 使用前(连接该手性柱进行实验前,请按以下步骤操作):

- 1.1 确认仪器各部件状态:
  - 校准各泵的流速看是否准确。

## 1.2 使用溶剂及配制:

- 使用的有机溶剂 (流动相)均为色谱级
- 配制流动相时,请充分振荡混合均匀,并且超声排除气泡。
- 若在流动相中添加了带电荷的添加剂(例如: DMOA: N,N-Dimethyloctyl amine, HFBA: Heptafluorobutyric acid, OA: Octanoic acid),则这根柱子以后的实验中也应该一直使用带电荷的添加剂,否则实验数据可能不准确。

#### 1.3 样品的配制:

- 通常使用纯水溶解样品,或者85%以上的水和15%以内的有机相(有机相为甲醇,乙醇,异丙醇和乙腈,最好和流动相中的有机相成分相同)的混合溶剂。一般不能使用100%的甲醇,乙醇,异丙醇和乙腈溶解样品。若溶解样品的溶剂与流动相组分差别过大,需要特别注意会出现样品结晶析出的可能,一般表现为柱压升高,峰型不正常等现象。
- 请在配样前确认样品里有没有残留对柱子有损伤性的有机溶剂或其他杂质(如:与蛋白质有强吸附作用力的化学物质)。
- 样品溶解后,需要用有机相过滤膜(通常为 0.45μm)过滤。

#### 1.4 溶剂切换:

### 请在连接色谱柱前,按下述要点彻底做好溶剂切换

- 根据 HPLC 系统中不同的当前流动相,采用不同的冲洗方法清洗所有管路:包括所有溶剂入口、泵、进样管路和其他连接管路(用二通代替色谱柱连接流路冲洗色谱系统)。
- 如果当前流动相是水相流动相(如水/乙腈、缓冲液/甲醇),要先用纯水 彻底冲洗(约60 mL)以除去其中存在的有机溶剂或缓冲液,然后连接 上手性柱。按照说明书要求,用纯水活化柱子。
- 如果当前系统是非水流动相(如烷烃类,异丙醇或乙醇),则先用 100%的异丙醇(约60 mL)对仪器各个管路进行彻底冲洗,然后用纯水(约60 mL)冲洗。最后可以接上柱子。
- 如果当前系统的流动相中不是以上两种情况,请先和我们联系。
- 刚接上手性柱时,不要突然升高至最大流速,建议先小流速冲洗柱子,再逐渐升高到实验所需的最佳流速。
- 注意:对于流动相流路较多的 HPLC 仪器(如:四元泵),建议其余未用的流路也必须按照此步骤依次过渡,以免误操作时让其他溶剂进入系统,造成严重后果。
- 如果在连接手性柱至 HPLC 仪器之前,不严格按照本说明冲洗置换 HPLC 仪器系统的溶剂,色谱柱有可能在第一次进样之前就被破坏,一 般表现为柱压偏高,柱效严重下降,样品甚至没有保留,不能被分离等 等。

## 2. 使用中:

强烈推荐使用**保护柱**。尤其对一些实际样品,比如生化样品,血浆样品,含有辅料的制剂等。因为此类样品中的一些组分一旦进入色谱柱中,就可能难以被洗脱出来,从而导致柱压升高,柱效下降迅速。

网址: www.daicelchiraltech.cn

## 3、使用后:

实验结束后,根据使用的流动相体系,确认是否需要采用溶剂冲洗色谱柱,然后按照说明书的保存方法,将色谱柱密封保存,通常是 85%的水和 15%的异丙醇。

若对手性柱有任何异议,请在收到货物后15个工 作日内提出。若由于操作使用不当对手性柱所造 成的不可逆损坏, 我公司将不承担任何责任。 DAICEL CHIRAL