CROWNPAK® CR(+)/CR(-)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。CROWNPAK® CR(+)/CR(-)柱是将冠醚衍生物涂布在硅胶表面而制得。本产品的特点是硅胶表面的手性衍生物对有机溶剂非常敏感，使用不当会溶解手性固定相，使手性柱失去分离能力且这种损坏是**不可逆**的。因此，在使用前一定要彻底清洗仪器管路、正确选择流动相。**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。**如有任何疑问，请直接与我们联系(+86-21-50460086)。

在连接该手性柱进行实验前，请按以下步骤操作：

1. 使用前：

1.1 确认仪器各部件状态：

- 校准各泵的流速看是否准确。强烈推荐使用**单泵**（即只使用一个泵），所用的流动相请手配，混合均匀。

1.2 使用溶剂及配制：

- 使用的水溶剂为色谱级纯净水，高氯酸为色谱纯或分析纯。
- 配制时请采用以下操作：将水溶液在搅拌器下搅拌，滴加入高氯酸，用 PH 计检测。配好后搅拌 15min 请再次检测，以确保溶剂混合均匀。
- 如果文献方法不是滴定法，请照文献方法配制好流动相(同样要充分搅拌)以后再用 PH 计检测，看该溶液 PH 值是否在我们规定的使用范围内。
- CR(+)/CR(-)柱所使用的高氯酸水溶液的 PH 范围为 PH1.0-2.0。

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

DAICEL CHIRAL TECHNOLOGIES (CHINA) CO., LTD.

1.3 样品的配制:

- 样品只能用流动相或纯水溶解。
- 注意：千万不要溶解于甲醇、乙醇、异丙醇、乙酸乙酯、二氯甲烷等有机溶剂中。另外，若样品为油状物，请在配样前确认样品里没有残留任何有机溶剂。

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、**进样装置**和其他连接管路（在进样器和检测器之间用两通代替色谱柱连接起来）。
- 如果当前流动相是正相流动相（如正己烷/醇），要先用无水乙醇或异丙醇冲洗约 80mL，再用纯水冲洗约 80mL，然后用配制好的测试流动相冲洗 50mL，最后连接上 CROWNPAK® CR(+)/CR(-)色谱柱。
- 如果当前流动相是反相流动相（如水/乙腈、缓冲液/甲醇），要先用纯水彻底冲洗（约 100 mL）以除去其中存在的有机溶剂或缓冲液，然后用配制好的测试流动相冲洗约 50 mL，最后连接上 CROWNPAK® CR(+)/CR(-)色谱柱。
- 注意：其余未用的流路也必须过渡为纯水系统，以免误操作时让其他溶剂进入系统，造成严重后果。

2. 使用中:

2.1 CROWNPAK® CR(+)/CR(-)柱一般以 $HClO_4$ 水溶液(pH 1.0-2.0)为流动相，**唯一可以添加的有机溶剂为甲醇，如果添加甲醇，甲醇含量最多不能超过 15%（体积百分比）。**其它的有机溶剂不能使用，否则会对手性柱造成不可逆的破坏。

2.2 该手性柱不能接触 K^+ 离子，K^+ 离子会占据冠醚的手性空穴从而不可逆的损坏手性柱的分离能力。

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

2.3 CROWNPAK® CR(+)/CR(-)柱的使用温度范围为：-5℃-50℃。为了您的手性柱有更长的寿命，请保持系统压力在 15MPa 以下。

2.4 强烈推荐使用 **CR(+)/CR(-)保护柱**。

3、使用后:

测试完成后请用纯水以 0.5ml/min 的流速冲洗柱子 30-60min, 并将手性柱保存于 4℃冰箱中。

使用中常见问题及解决措施:

1. 样品峰出现分叉情况:
   - 可能造成此现象的原因:
     a) 柱子使用过程中系统压力超过 15MPa
     b) 分析样品过程中有残渣污染柱头
     c) 保护柱损坏
   - 可采取的应对方法:
     a) 若有保护柱请将保护柱取下后再验柱
     b) 若还是有分叉现象，请将柱子反接后验柱

   若问题依然存在，请及时与我公司联系。

2. 出峰不断提前:

   出峰不断提前是填料不断流失的表现，主要是由于甲醇的比例超过 15%或是系统中进了有机溶剂造成的，以上情况造成的填料流失是不可逆的损坏，柱子将无法修复。
   - 可能造成此现象的原因:
     a) 泵的抽力不正常
     b) 配制的高氯酸水溶液密度不均匀
     c) 流动相中甲醇的比例超过 15%

DAICEL CHIRAL TECHNOLOGIES (CHINA) CO., LTD.

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

d) 在使用前未用纯水彻底冲洗整个系统（注意：包括包括所有溶剂入口、泵、进样装置和其他连接管路）

e) 样品溶解过程中使用了甲醇等有机溶剂，或者油状样品中有有机溶剂残留

f) 流动相及样品溶液中有 K^+存在

3. 样品没有保留，在 2.0min 左右出峰:

初步断定是手性填料完全流失的表现，柱子对手性样品没有分离能力，这种损坏是无法修复的。

为了避免以上 2、3 所述情况的出现，请在阅读英文版说明书注意事项的基础上，严格按照我们的中文补充说明操作。

强烈建议客户在拿到柱子后严格按照大赛璐公司的验柱报告用标准品检验柱子，确认柱子性能。请于到货 15 天内将确认的结果告知我们，并将谱图传至大赛璐实验室。

（联系方式：86-21-50460086，传真：86-21-50462321）

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 TECHNOLOGIES (CHINA) CO., LTD.

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