

# 色谱柱使用说明

## Shodex ORpak CDBS-453

(为充分发挥色谱柱性能并保持长期稳定的使用, 请在使用前仔细阅读使用说明。)

### 使用注意事项 <重要>

#### 警告

※当取用用于分析的溶剂和试剂时, 请确认制造商发出的安全数据表(SDS), 并遵守使用的注意事项, 否则可能会导致严重伤害或死亡。

※在取用有机溶剂、酸和碱等试剂时, 应穿戴防护设备, 如防护眼镜和手套, 避免与人体直接接触, 存在化学伤害的风险。

### 使用前

- 检查色谱柱的包装和外观是否有异常。
- 检查色谱柱盒、柱身标签上的产品名称和序列号(Serial no.或S/N)。
- 出厂检测报告(CERTIFICATE OF ANALYSIS)请在Shodex官方网站点击出厂检测报告下载进行下载。下载时需要输入产品序列号。  
出厂检测报告下载链接 <https://www.shodex.com/download/>

### 1. 前言

感谢您购买Shodex的产品。

Shodex ORpak CDBS-453是在硅胶基质上键合了 $\beta$ -环糊精的手性分离色谱柱。利用 $\beta$ -环糊精的包合能力, 通过主客体的相互作用分离光学异构体。

### 2. 色谱柱各部分名称

请参照Shodex官方网站。

参照链接 <https://www.shodex.com/cn/da/07.html>

### 3. 色谱柱规格

| 订货号      | 产品名称           | 尺寸 (mm) |     | 粒径 ( $\mu\text{m}$ ) | 理论塔板数 (1根色谱柱) |
|----------|----------------|---------|-----|----------------------|---------------|
|          |                | 内径      | 長さ  |                      |               |
| F7146003 | ORpak CDBS-453 | 4.6     | 150 | 3                    | $\geq 6,000$  |

填料 : 键合了 $\beta$ -环糊精衍生物的硅胶多孔颗粒  
 色谱柱材质 : SUS-316  
 色谱柱末端螺母 : 外螺纹型 No.10-32 UNF  
 出厂储存溶剂 : 0.05 % 醋酸 + 0.2 M 氯化钠水溶液/乙腈=95/5

### 4. 使用条件

| 产品名称           | 流速 (mL/min) |     | 耐压 (MPa/色谱柱) | pH 范围 | 温度 ( $^{\circ}\text{C}$ ) |        |
|----------------|-------------|-----|--------------|-------|---------------------------|--------|
|                | 常用          | 最大  |              |       | 建议*                       | 范围     |
| ORpak CDBS-453 | 0.3 ~ 0.8   | 1.2 | 20           | 2 ~ 7 | 10 ~ 30                   | 5 ~ 60 |

\*一般手性分离使用低温更合适。

可用溶剂如下。

- (1) 可以使用水或甲醇、乙腈等有机溶剂，也可以使用水和有机溶剂的混合溶液（任意比例）。
- (2) 也可以使用乙醇、2-丙醇(IPA)、四氢呋喃(THF)。
- (3) 也可以使用磷酸盐、醋酸盐的缓冲液及氯化钠等盐类。总盐浓度请控制在 1 M 以下。
- (4) 也可以添加醋酸，最大添加浓度为 6.0 % (w/v)。

### 注意

※请遵守使用条件，在可用范围之外使用可能会导致色谱柱性能下降。

※当使用缓冲液（或含盐的水溶液）和有机溶剂的混合溶液作为流动相时，请务必防止盐的析出。

※柱压随流动相组成、流速和柱温而变化。在改变流动相组成时，要调整流速和柱温，使其不超过最大可用压力。

## 5. 流动相的配制

- (1) 流动相请充分脱气防止有气泡。
- (2) 流动相中含有不溶的杂质可能会导致色谱柱性能下降和色谱图噪声，因此请使用滤膜(0.45 μm)过滤流动相。

### 注意

※使用水时，请使用超纯水装置新配制的水或者刚开封的 HPLC 级蒸馏水。使用有机溶剂时，请使用 HPLC 级以上的试剂。使用品质不同的有机溶剂时，使用前请确认其品质适合分析。开封时间长的有机溶剂可能有性质改变、吸湿、污染的问题，请不要使用。

※请勿使用已长时间保存的流动相，组成的变化可能导致洗脱行为的变化和色谱柱的劣化。

### 参考

※建议使用具有在线脱气功能的脱气机。

## 6. 样品的配制

- (1) 尽量使用流动相溶解和稀释样品。如果难以溶解在流动相中，请尽量和流动相组成接近。对于梯度洗脱，建议使用初始流动相配制样品。
- (2) 为了防止由于颗粒物（不溶物）的堵塞导致色谱柱变差，劣化或性能变差，请使用滤膜(0.45 μm)过滤样品。
- (3) 标准样品的进样量为每柱 20 μL 以下。
- (4) 生物样品请务必先进行除蛋白操作。

### 注意

※样品使用非流动相溶剂溶解时，如果含有不溶于流动相的物质，可能会产生进样后堵塞色谱柱的情况。

※如果样品浓度过高，过量进样可能导致色谱柱无法发挥原有性能，造成峰型异常、分离不良或再现性不好等情况。如有这种情况，可以稀释样品溶液或者减少进样量进行调整。

## 7. 色谱柱的使用方法

### 7-1. 流路中的溶剂置换

安装色谱柱前请先将设备中的流路充分洗净，完全置换成流动相。另外，请切换阀清洗并置换进样器的流路（进样环）。置换不互溶或溶解性低的溶剂时，先使置换成双方溶剂都能互溶的溶剂，再置换成使用溶剂。

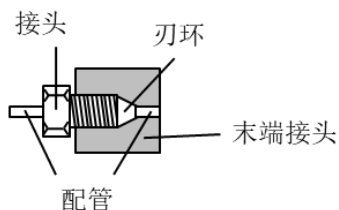
### 注意

※色谱柱不能使用的溶剂在流路中残留可能会造成色谱柱的劣化。

※流动相组成发生显著变化，可能造成泵、管路中的污垢脱落，可能会造成色谱柱的劣化。

## 7-2. 色谱柱的连接

- (1) 查看色谱柱身标签，然后将色谱柱连接到设备，使流动相沿流动方向（→）流动。
- (2) 请一边按住配管一边拧紧色谱柱的末端接头，防止配管和末端接头中产生空隙。空隙会造成样品的扩散，导致色谱峰变宽。



- (3) 将流速设置为 0.2 mL/min 然后开始送液。在升温使用色谱柱时，以低流送液直到达到设定温度，然后逐渐将流速增加到所需流速。

### 警告

※请检查溶剂是否泄露。否则可能会造成漏电、腐蚀或化学损坏。

### 注意

※色谱柱连接到仪器上时，请避免气泡进入色谱柱，否则可能造成色谱柱劣化。

※当连接色谱柱或从停泵状态开始送液时，以 0.2 mL/min 的流速送液，压力突然升高可能会使色谱柱劣化。

※色谱柱升温使用后，请使用 0.2 mL/min 的流速继续送液至色谱柱回复室温后再停泵。如果在色谱柱温度很高时停止送液，当流动相温度降低时发生收缩会造成色谱柱内部空隙，使色谱柱劣化。

### 参考

※建议设置泵的报警压力，以避免超过最大可用压力。

## 7-3. 流动相的置换

置换流动相时，请以 0.2mL/min 的流速通液 60 分钟。

- (1) 请事先确认柱中溶剂与要置换的溶剂是否互溶。
- (2) 置换不互溶或溶解性低的溶剂时，先置换成双方溶剂都能互溶的溶剂，再置换成使用溶剂。
- (3) 在进行梯度洗脱时，由于流动相成分的变化，在梯度洗脱过程中柱压可能超过最大可用压力。调整流速和柱温，使其不超过最大可用压力。

### 注意

※置换溶剂后，样品的保留时间可能需要一段时间才能稳定下来。开始测定前，请重复进样同一种样品以确定保留时间稳定。

## 7-4. 色谱柱清洗方法

流路或者样品中有不溶物质或者吸附性物质残留在色谱柱内，可能会影响色谱柱的洗脱及压力的变化，这种情况清洗色谱柱可能有改善效果。

柱串联使用时，请分开清洗。清洗色谱柱时，请不要连接检测器，流动相从色谱柱流出后直接流入废液缸即可。如果清洗色谱柱后仍未改善，请更换新的色谱柱。

### 【清洗方法】

- (1) 如果不溶物堵在色谱柱入口，可以逆接色谱柱并以小于正常流速一半的流速通流动相来将其除去。
- (2) 吸附物质的具体清洗方法请参考下面例子。在清洗色谱柱时，请逆接色谱柱。

(清洗例) 使用乙腈或甲醇以 0.5 mL/min 的流速通液 50 mL。

### 注意

※洗净液长时间保留在色谱柱中可能会造成色谱柱提前劣化，色谱柱清洗后请尽快更换成流动相。

## 8. 色谱柱的保存

保持色谱柱内部的流动相，从装置中卸下色谱柱并拧紧两端堵头，在温度变化小的阴凉处储存。

### 注意

※色谱柱内绝对不能干燥，否则可能导致色谱柱劣化。

## 9. 色谱柱的检定方法

检定方法请参照产品的出厂检测报告(CERTIFICATE OF ANALYSIS)。Shodex采用「半峰宽法」测定理论塔板数，采用非对称系数(FAS)作为峰对称性指标。详细的检定方法请参照Shodex官方网站。

参照链接 <https://www.shodex.com/cn/da/07.html>

### 注意

※理论塔板数和 FAS 根据样品及分析条件的变化会有较大差异。在检定色谱柱出厂性能的时候，请根据 CERTIFICATE OF ANALYSIS 记载的条件进行测试。

## 10. 其它注意事项

- (1) 请勿拧开色谱柱的末端螺丝。
- (2) 请勿对色谱柱施加敲击，掉落等强烈冲击。
- (3) 请按照各地废弃物标准正确废弃旧的产品。

产品相关的应用实例，请参考 Shodex 官方网站(<https://www.shodex.com/>)。如果还有其他问题，请联系购买的经销商或者通过 Shodex 官方网站的[联系我们]进行咨询。