

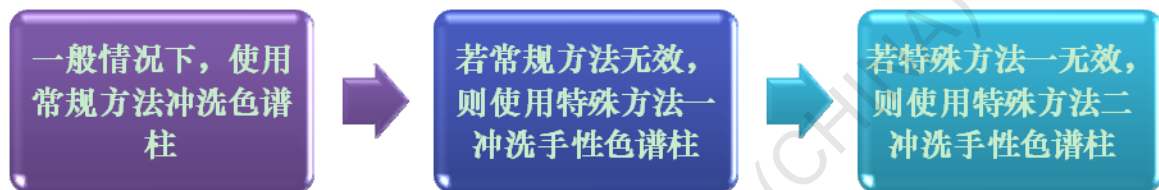


多糖涂敷型手性柱（正相流动相）冲洗方法

(当手性色谱柱分离度下降、柱压过高等色谱柱异常现象发生时，才需要使用本方法冲洗)

以下冲洗步骤及流动相体系适用于多糖涂敷型手性柱 AD/AD-H/AD-3, AS/AS-H/AS-3, OD/OD-H/OD-3, OJ/OJ-H/OJ-3, AY-H/AY-3, OZ-H/OZ-3, OB/OB-H, OC, OK, 但是流速仅适用于 5 μ m, 4.6*150/250mm 规格, 对于其他规格的手性柱, 其冲洗时所用的流速请根据各自所能耐受柱压不同另行调整

冲洗过程中, 10 μ m 柱柱压请勿超过 3Mpa,
5 μ m 柱柱压请勿超过 5Mpa, 3 μ m 柱柱压请勿超过 10Mpa



● 常规方法:

首选方法: 流动相冲洗法:

1. 中性流动相冲洗 (去除流动相中的酸碱添加剂), 0.3ml/min, 冲洗 50min;
例如: 使用时流动相体系为 Hexane/IPA/TFA=90/10/0.1, 则冲洗时的流动相需调整成 Hexane/IPA=90/10 或 Hexane/IPA=80/20;
2. 正己烷/异丙醇=90/10, 0.3ml/min 过渡到 0.5ml/min;
3. 以正常流速作 TSO 标准品检测。

● 特殊方法一:

若常规方法无效, 使用 100%乙醇或 100%异丙醇冲洗:

1. 异丙醇过渡, 0.3ml/min, 冲洗 50min (若使用 100%乙醇冲洗, 则需要过渡);
2. 使用 100%乙醇或 100%异丙醇冲洗, 0.3ml/min, 冲洗 3h;
3. 正己烷/异丙醇=90/10, 0.3ml/min 过渡到 0.5ml/min;
4. 以正常流速作 TSO 标准品检测。

● 特殊方法二:

若特殊方法一无效, 请使用以下冲洗方法 (不适用于 AY-H/AY-3):

一、对酸性残留物, 用碱性条件冲洗:

1. 异丙醇过渡, 0.3ml/min, 冲洗 50min;
2. 乙醇 (0.1% DEA), 0.4 ml/min, 冲洗 3h;
3. 异丙醇过渡, 0.3ml/min, 冲洗 50min;
4. 正己烷/异丙醇=90/10, TSO 标准品检测。



二、 对于碱性残留物，就用酸性条件冲洗：

1. 异丙醇过渡，0.3ml/min，冲洗 50min；
2. 乙醇（0.1% TFA），0.4 ml/min，冲洗 3h；
3. 异丙醇过渡，0.3ml/min，冲洗 50min；
4. 正己烷/异丙醇=90/10，TSO 标准品检测。

三、 若无法确认残留物的酸碱性，就用酸碱条件都冲洗下：

1. 异丙醇过渡，0.3 ml/min，冲洗 50min；
2. 乙醇（0.1% TFA），0.4 ml/min，冲洗 3h；
3. 乙醇（0.1% DEA），0.4 ml/min，冲洗 3h；
4. 异丙醇过渡，0.3ml/min，冲洗 50min；
5. 正己烷/异丙醇=90/10，TSO 标准品检测。

注意：

- 由于 100%的醇黏度较大，流速最好保持在 0.3-0.4ml/min。
- 可能有的柱子使用时间较长，故柱压会升高一些，所以冲洗时流速可以适当降低。
- TFA：三氟乙酸；DEA：二乙胺。

若按以上步骤冲洗手性柱后，手性柱性能依旧没有提高，请及时联系我公司。

联系方式：+86-21-50460086*7；chiral@ctc.daicel.com