



Руководство пользователя



Biotage, Inc.
A Dyax Corp. Company

P/N 07788 Ver. 2.0



Purification by Design™

United States

Biotage, Inc.
PO Box 8006
Charlottesville, VA 22906-8006
Tel: 434-979-2319 • Fax: 434-979-4743
Toll-Free: 1-800-446-4752

United Kingdom and Europe

Biotage UK Ltd.
15 Harforde Court, John Tate Road,
Foxholes Business Park
Hertford, England SG13 7NW
Tel: + 44 1992 501535 • Fax: + 44 1992 501547

Japan

Biotage Japan Ltd.
K.S. Bldg, 7F 1-31-11
Kichijojihon-cho, Musashino-shi,
Tokyo 180-0004, Japan
Tel: 81-422-28-1233 • Fax: 81-422-28-1236

Все приведенные в руководстве названия устройств и систем являются торговыми марками и должны использоваться в строгом соответствии с этим фактом. Не существует никаких ограничений или обязательств на использование значков ® и ™ в тексте руководства.

© 2001 Biotage, Inc
Версия 2.0 – Сентябрь 2001

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---|-----------|
| Хроматографические системы FLASH&Условия гарантийного обслуживания | 5 |
| Наименование торговых марок и патентов | 5 |
| Приветствие | 6 |
| Общие предостережения | 6 |
| Условия безопасной эксплуатации | 6 |
| Обозначения, используемые в руководстве | 6 |
| Идентификация компонентов FLASH+ | 8 |
| 1. Начало работы с новым стендом FLASH+ | 10 |
| 1.1 Распаковка | 10 |
| 1.2 Установка | 10 |
| 1.3 Использование с имеющимся резервуаром | 11 |
| 1.4 Использование с новым резервуаром | 11 |
| 1.5 Использование с регулятором воздуха | 11 |
| 1.6 Использование без регулятора воздуха | 12 |
| 1.7 Подсоединение выходных трубок | 12 |
| 1.7.1 С ограничителем | 13 |
| 1.7.2 Только трубки | 13 |
| 2. Расширение стенда FLASH 12i/40i присоединением компрессионного модуля Flash 12+ & 25+ | 13 |
| 2.1 FLASH 12i/40i | 14 |
| 2.2 Стартовый комплект для расширения FLASH+ - № 07861 | 14 |
| 2.3 Использование капилляров из нержавеющей стали для сбора фракций | 15 |
| 3. Установка картриджа FLASH+ в компрессионный модуль | 15 |
| 4. Загрузка образца в компрессионный модуль FLASH+ | 18 |
| 4.1 Загрузка образца в самплет | 18 |
| 4.2 Сушка растворенного образца в самплете | 19 |
| 4.2.1 Сушка самплетов в вакууме | 19 |
| 4.2.2 Время, необходимое для сушки самплета | 20 |
| 4.3 Установка самплета в картридж | 20 |
| 4.4 Установка картриджа с самплетом в модуль | 20 |
| 4.5 Загрузка образца в компрессионный модуль шприцом | 21 |
| 4.6 Загрузка образца в компрессионный модуль с использованием ZIF-SIM | 22 |
| 5. Начало разделения | 23 |
| 6. Извлечение картриджа FLASH+ | 23 |
| 7. Выбор ZIF-SIM | 25 |
| 8. Загрузка образца с ограниченной растворимостью с использованием ZIF-SIM | 25 |
| 8.1 Подготовка и загрузка образца в ZIF-SIM | 25 |
| 8.2 Сборка модуля ZIF-SIM | 26 |
| 8.3 Извлечение ZIF-SIM и цилиндра | 27 |
| 8.4 Проведение разделения | 28 |
| 9. Обслуживание и очистка ZIF-SIM | 29 |
| 10. Работа по новой технологии ZIF-SIM | 30 |
| 10.1 Системы Biotage 12i/40i | 30 |
| 10.1.1 Извлечение SIM-1040 | 30 |
| 10.1.2 Установка нового ZIF-SIM | 30 |
| 10.2 Элюирующие системы Flash с использованием SLM 10, 35 или 60 | 31 |
| 10.2.1 Извлечение сборки SLM | 31 |
| 10.2.2 Установка ZIF-SIM | 31 |
| 11. Оптимизация разделения | 32 |
| 11.1 Растворимость | 32 |

| | |
|--|-----------|
| 11.2 ТСХ для нормально-фазового разделения | 32 |
| 11.3 Критерии для ТСХ разделения | 32 |
| 11.3.1 Колоночное разделение, обуславливаемое значением ΔCV , не ΔR | 33 |
| 11.3.2 Варьирование силы элюента для достижения значения R_f | 34 |
| 11.3.3 Варьирование селективности элюента для достижения значения R_f в диапазоне 0,15 - 0,35 | 35 |
| 11.3.4 Рекомендуемые размер частиц образца и условия подготовки при использовании картриджей FLASH | 37 |
| 12. Идентификация узлов компрессионных модулей FLASH+ | 37 |
| 13. Идентификация узлов модулей ZIF-SIM | 43 |
| 14. Компоненты и аксессуары FLASH+ | 44 |
| 15. Получение дополнительной информации | 45 |

Хроматографические системы FLASH&Условия гарантийного обслуживания

Компания Biotage гарантирует высокое качество и полную работоспособность всех поставляемых систем FLASH, а также отсутствие дефектов при работе в условиях строгого следования инструкциям по эксплуатации. При возникновении неисправностей в течение 12 месяцев с момента начала эксплуатации системы компания Biotage осуществляет ремонт или замену оборудования бесплатно. Гарантийные обязательства распространяются на все отдельные компоненты системы, включая трубки, фитинги, уплотнительные кольца и прокладки при условии правильной эксплуатации с момента начала работы.

Гарантийные обязательства компании в случае ремонта распространяются только на оборудование, эксплуатация которого проводилась в строгом соответствии с правилами и руководствами. Компания Biotage не возлагает на себя обязательств по ремонту или замене оборудования, которое, по заключению компании, подвергалось переделке, разборке и эксплуатации с нарушением правил и руководств.

Наименование торговых марок и патентов

Ниже приведены названия всех торговых названий изделий, упомянутых в данном руководстве. Необходимо заявить, что возможные ошибки и неточности являются непреднамеренными.

Все приведенные в руководстве названия устройств и систем являются торговыми марками и должны использоваться в строгом соответствии с этим фактом. Не существует никаких ограничений или обязательств на использование значков ® и ™ в тексте руководства.

Biotage, FLASH, FLASH+, FLASH 12+, FLASH 12i, FLASH 25+, FLASH 40+, FLASH 40i, FLASH 65, SIM, SAMPLET, ZIF, ZIF-SIM, FlashElute и MultElute являются торговыми марками (™) компании Biotage, Inc., a Duax Corp. Company.

Chemraz® является зарегистрированной торговой маркой Greene, Tweed and Company.

Duax® является зарегистрированной торговой маркой Duax Corp.

KP-Sil ™ является торговой маркой Biotage, Inc.

Luer-Lok ™ является торговой маркой Becton-Dickinson and Co.

Одно или несколько изделий упомянутых в данном руководстве, защищено одним или несколькими из следующих патентов: US 6,068,766, US 6,132,605 и US 6,294,087.

Приветствие

Компания Biotage благодарит Вас за приобретение хроматографического модуля или системы FLASH+. Руководство пользователя предназначено для ознакомления со всем спектром изделий серии FLASH+ компании Biotage.

Общие предостережения

Всегда работайте с системой FLASH+ при включенной лабораторной вентиляции.

Работа с системой FLASH+ подразумевает использование растворителей под давлением. Перед вводом находящегося под давлением растворителя убедитесь, что все уплотнения установлены и закреплены надлежащим образом. Необходимо соблюдать все условия, предписываемые требованиями GLP.

При работе с потенциально опасными веществами также необходимо соблюдать все условия, предписываемые требованиями GLP.

Поток растворителя может создавать статические заряды. Перед началом работы убедитесь, что емкость с растворителем и компрессионный модуль FLASH+ заземлены соответствующим образом.

Условия безопасной эксплуатации

Управление и обслуживание хроматографической системой FLASH+ рекомендуется проводить подготовленным лицам. Внимательно изучите руководство пользователя перед началом работы. Для безопасного использования и эффективного управления необходимо точно следовать всем инструкциям руководства.

Обозначения, используемые в руководстве

Для более полного понимания информации в тексте руководства приведены рисунки и таблицы. Часть рисунков содержит нумерованные сноски, показывающие расположение отдельных компонентов системы. При упоминании в тексте определенного компонента системы приводится номер соответствующего рисунка и сноски. Например, подсказка “Рис.2, 3 “ означает, что изображение упоминаемого компонента системы проиллюстрировано на сноске 3 к рис.2.

1. Замечания

Замечание: Текст примечания приводится в руководстве для дополнительной полезной или важной информации.

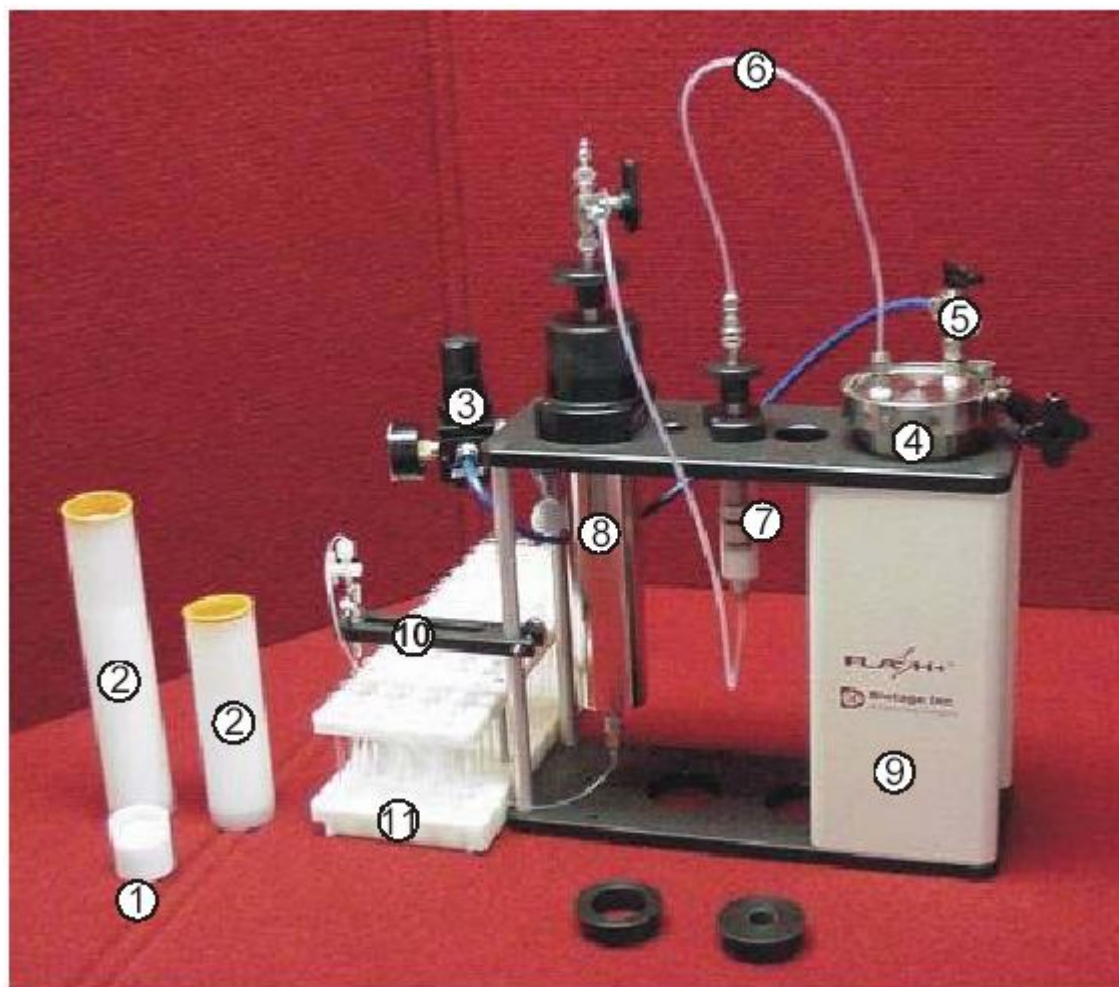
2. Предупреждения

Предупреждение: Текст предупреждения приводится для предостережения о возможной опасности и ее устранения для оборудования или персонала.

Обратите внимание на предупреждения, приведенные в руководстве для избежания порчи оборудования или причинения вреда персоналу.

3. Стандартные операционные процедуры представлены в виде пронумерованных стадий. Проводите все стадии в указанном порядке, за исключением вышеприведенных заметок.

Идентификация компонентов FLASH+



Компоненты FLASH+ (с поставляемым по требованию ZIF-SIM)

- | | |
|---|---|
| 1. Самплет | 7. ZIF-SIM 35 |
| 2. Картриджи (M & S) | 8. Компрессионный модуль FLASH+ (см. фотографии на след. странице) |
| 3. Регулятор давления (по требованию) | 9. Стенд системы FLASH+ |
| 4. Резервуар растворителя (без подставки) | 10. Направляющая коллектора фракций |
| 5. Клапан воздушной линии | 11. Штатив для пробирок Biotage (по требованию) |
| 6. Линия растворителя из резервуара | |

Система FLASH+ в комплекте включает: стенд, резервуар, компрессионный модуль картриджа (12+, 25+ или 40+), необходимый картридж и при необходимости ZIF-SIM. Эти компоненты и картриджи могут поставляться в комплекте либо в комбинации с существующими и новыми компонентами.



FLASH 12+



FLASH 25+



FLASH 40+

1. Самплеты (расходные)
2. Головка компрессионного модуля со средней (M) компрессионной емкостью
3. Головка компрессионного модуля (по требованию, для второй системы)
4. Средний (M) картридж (расходный)
5. Короткая (S) компрессионная емкость (по требованию)
6. Короткий (S) картридж (расходный)

Компоненты компрессионного модуля, расходные и поставляемые по требованию

Для быстрой навигации по руководству ниже приведены номера глав и секций, в которых приводится описание отдельных компонентов.

- | | |
|--|--|
| <ol style="list-style-type: none"> 1. Стенд <ul style="list-style-type: none"> А. Новый (1.1, 1.2) Б. Существующий (2.0) 3. Резервуар <ul style="list-style-type: none"> А. Новый (1.4, 1.5 или 1.6) Б. Существующий (1.3) | <ol style="list-style-type: none"> 2. Компрессионный модуль <ul style="list-style-type: none"> А. Новый (3.0) Б. Существующий (3.0) 4. ZIF-SIM <ul style="list-style-type: none"> А. Новый (4.6) Б. Существующий (4.6) |
|--|--|

1. Начало работы с новым стендом FLASH+

1.1 Распаковка

Распакуйте упаковку стенда системы и проверьте наличие следующих компонентов:

- 1 Стенд FLASH+ с выдвигающейся наружу ручкой и выходным портом дозатора (рис. 1-1).
- 2 Стартовый комплект, состоящий из:
 - Линия воздуха голубого цвета
 - Шприц объемом 2 мл, 2 шт
 - Шприц объемом 10 мл, 2 шт
 - Адаптер для линии воздуха
 - Прокладка резервуара
 - Ограничители, 2 шт
 - Адаптеры, 40+ к 25+, 40+ к 12+



Рис. 1-1

1.2 Установка

Для правильной установки стенда FLASH+ необходимо выполнить следующие действия:

- 1 Поместите резервуар для растворителя 1-L в углубление на верхней панели стенда, как показано на рис. 1-2. Это может быть как имеющийся в наличии резервуар к новому стенду либо новый резервуар, входящий в состав новой системы.
- 2 При наличии ZIF-SIM поместите их в свободные отверстия в верхней части стенда FLASH+. (Рис. 1-3 и 1-4)



Рис. 1-2



Рис. 1-3



Рис. 1-4

- 3 При использовании картриджа 40+ поместите оба недействующих адаптера в дополнительные углубления в основании стенда. (Рис. 1-5)

- 4 Если Вы используете одновременно картриджи 12+ и 25+, поместите соответствующий адаптер (40+ к адаптеру 25+, рис. 1-6 или 40+ к адаптеру 12+, рис. 1-7) в углубления для картриджа 40+. Установите незадействованные адаптеры в дополнительные углубления в основании станда.



Рис. 1-5



Рис. 1-6



Рис. 1-7

1.3 Использование с имеющимся резервуаром

Если Вы используете уже имеющийся в наличии резервуар, соединенный с линией растворителя, воздушной линией и/или ZIF-SIM, следуйте указаниям, изложенным в разделе 3 “Установка картриджа FLASH+ в компрессионный модуль”.

1.4 Использование с новым резервуаром

Если Вы начинаете работу с новым резервуаром, присоедините воздушную линию голубого цвета к 3-канальному клапану в верхней части нового резервуара, вставляя ее в штуцер с гайкой. Плотно затяните гайку вручную. (Рис. 1-8) Затем, сделайте четверть оборота ключом 9/16” для более плотной посадки.

1.5 Использование с регулятором воздуха

- 1 Обрежьте один конец линии воздуха голубого цвета, выходящей из резервуара, таким образом, чтобы длина линии позволяла соединить ее с фитингом AIR OUT на регуляторе воздуха. (Рис. 1-9)
- 2 Подсоедините конец другой линии воздуха голубого цвета к фитингу AIR IN на регуляторе.
- 3 Вставьте конец линии воздуха голубого цвета, выходящей из фитинга AIR IN, в крышку источника сжатого воздуха, вталкивая его в короткий соединительный фитинг адаптера воздушной линии.



Рис. 1-8



Рис. 1-9

1.6 Использование без регулятора воздуха

- 1 Вставьте конец линии воздуха голубого цвета, выходящей из резервуара, в крышку источника сжатого воздуха, вталкивая его в короткий соединительный фитинг адаптера воздушной линии.
- 2 Рассмотрите идентификацию частей системы FLASH в начале руководства для корректной посадки линии воздуха в систему (без включения внешних соединений).
- 3 Ваш стенд готов к использованию.

1.7 Подсоединение выходных трубок

Выходные трубки могут быть соединены с выходным портом системы FLASH, расположенным на направляющей коллектора фракций. На выходной трубке имеется фитинг с гайкой-луером. Фитинг может быть соединен непосредственно с выходным портом системы FLASH либо с ограничителем при необходимости контроля скорости потока. Новая система FLASH+ использует ограничители с луером и муфтой. (Рис. 1-10) Новые ограничители с блокирующей муфтой могут устанавливаться на данные системы. Устанавливайте выходные трубки и ограничители в следующем порядке:



Ограничители

Рис. 1-10

1.7.1 Ограничители

- 1 Вставьте полиэтиленовый ограничитель в выходной порт FLASH на направляющей коллектора фракций.
- 2 Поверните блокирующую муфту приблизительно на четверть оборота – пока ограничитель не будет мягко посажен. Убедитесь, что части посажены правильно.
- 3 Установите кран ограничителя в нужную позицию. (Рис. 1-11)

1.7.2. Только трубки

- 1 Установите трубку в ограничитель либо непосредственно в выходной порт системы FLASH.
- 2 Поверните фитинг до мягкой посадки.
- 3 Установите контролирующий кран ограничителя в нужную позицию.
- 4 Установите направляющую в нужную позицию для сбора фракций.



*Ограничитель
закрыт*



Ограничитель открыт



Без ограничителя

Рис. 1-11

2. Расширение стенда FLASH 12i/40i присоединением компрессионного модуля Flash 12+ & 25+

Замечание: При расширении стенда FLASH с использованием компрессионного модуля Flash необходим стартовый набор для сборки FLASH+ (Кат. № 07861).

2.1 FLASH 12i/40i

При расширении системы FLASH 12i/40i с использованием нового компрессионного модуля Flash 12+ или 25+ сначала Вам необходимо отсоединить все существующие модули в следующей последовательности:

- 1 Если модуль находится на стенде и подсоединен к инъекционному крану, удалите инъекционный кран, отвернув гайку на $\frac{1}{4}$ " с насечкой в основании крана примерно на $\frac{1}{4}$ - $\frac{1}{2}$ оборота. (Рис. 2-1) Не отворачивайте гайку с насечкой полностью. Снимите кран.
- 2 Отсоедините линию растворителя от дна используемого компрессионного модуля. Не отворачивайте полностью гайку с насечкой. (Рис. 2-2)
- 3 Снимите используемый компрессионный модуль со стенда.
- 4 Вставьте в стенд соответствующий адаптер (40 к 25+ или 40 к 12+) из стартового набора для сборки FLASH+. (Рис. 2-3 и 2-4) Сохраните неиспользованный адаптер для использования картриджей различного размера в будущем).



Рис. 2-1



Рис. 2-2



Рис. 2-3
(FLASH 25+)



Рис. 2-4
(FLASH 12+)

Замечание: Расширение стенда 12i/40i не может быть выполнено с использованием компрессионного модуля 40+.

2.2 Стартовый комплект для расширения FLASH+ - № 07861

Включает набор трубок и переходных колец, необходимых для расширения стенда FLASH 12i/40i с подсоединением нового компрессионного модуля Flash 12+ либо Flash 25+.

Последовательность расширения стенда с использованием стартового комплекта:

- 1 Присоедините один конец трубки $\frac{1}{16}$ " FEP к одной стороне зажимной сборки $\frac{1}{16}$ ". Вставьте трубку в отверстие гайки на $\frac{1}{16}$ ", заверните вручную, затем сделайте четверть оборота ключом для более плотной посадки гайки и ферулы на трубку $\frac{1}{16}$ ".

- 2 Отверните гайку и присоедините трубку к фитингу на 1/16", расположенному на зажимной сборке 1/4" x 1/16" компрессионного модуля.
- 3 Присоедините вход 1/4" зажимной сборки к нижнему концу трубки компрессионного модуля. (Рис. 3-8 и 3-9)
- 4 Присоедините другой конец трубки 1/16" FEP к адаптеру 1/16" x 1/8" зажимной сборки.
- 5 Присоедините вход 1/8" адаптера к верхней части зажимной сборки на направляющей коллектора фракций.

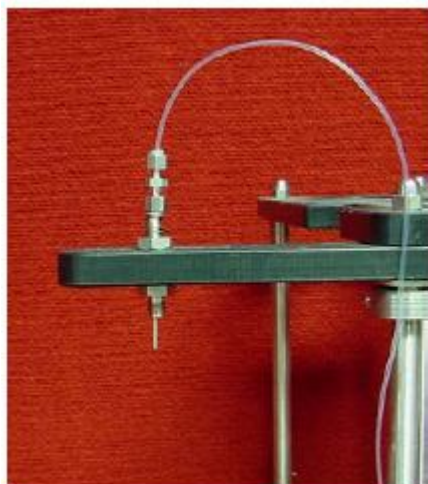


Рис. 2-5

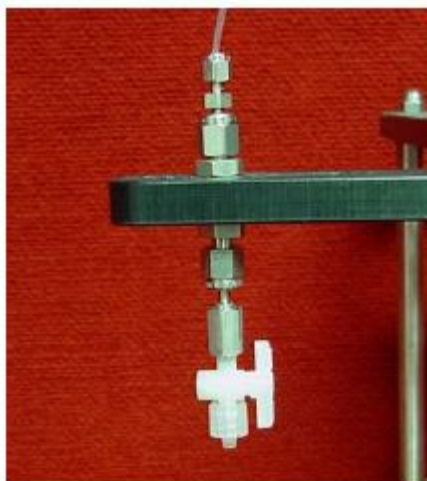


Рис. 2-6

2.3 Использование капилляров из нержавеющей стали для сбора фракций

- 1 Вставьте выходной капилляр на 1/16" в сборку на 1/16". (Рис. 2-5)
- 2 Присоедините тефлоновую трубку на 1/16" к сборке на 1/16".
- 3 Поверните луерный фитинг в направлении направляющей коллектора фракций и пропустите сборку на 1/16" сквозь направляющую.

3. Установка картриджа FLASH+ в компрессионный модуль

Следующая последовательность операций описывает процедуру установки картриджа FLASH+ в компрессионный модуль.

- 1 Возьмите компрессионный модуль как показано на Рис. 3-1.
- 2 Сдвигайте компрессионную емкость по направлению к плечам головки до касания.
- 3 Поверните компрессионную емкость на 90° до тех пор, пока блокирующие петли не будут освобождены и компрессионная емкость не снимется с поршневой сборки головки. (Рис. 3-2)

- 4 Вывентите центральный винт из поршневой сборки до тех пор, пока она не поравняется с внутренней поверхностью для корректной посадки поршневой сборки и компрессионной емкости в момент посадки картриджа. (Рис. 3-3)

Замечание: Длина винта слегка отличается в случаях нахождения и отсутствия самплета в картридже. См. раздел 4.3 “Установка самплета в картридж”.



Рис. 3-1



Рис. 3-2



Рис. 3-3

- 5 Осторожно положите головку на бок.
6 Возьмите нужный для разделения картридж и удалите оранжевую заглушку. Сохраните заглушку.

Замечание: Если используемый самплет уже находится в картридже, следуйте инструкциям раздела 4.

- 7 Поместите картридж в компрессионную емкость, вставляя его концом с более глубокой впадиной вверх. (Рис. 3-4)
8 Поместите поршневую сборку в картридж (в компрессионной емкости) и мягко нажмите для посадки. Верхний край компрессионной емкости должен примыкать вплотную к внутреннему пространству между плечами головки, как на стадии 2. (Рис. 3-5)
9 Держа цилиндр одной рукой, поверните головку на 90° до тех пор, пока она не заблокирует компрессионную емкость.
10 Продолжая удерживать головку, позвольте цилиндру повиснуть на ней. Компрессионная емкость должна удерживаться двумя штырьками, вошедшими в соответствующие пазы.
11 Рукой держите компрессионную емкость и вытяните поршень сборки. (Рис. 3-6)
12 Поверните выпуклую ручку на поршневой сборке в направлении по часовой стрелке до тех пор, пока не почувствуете, что центральный винт упирается в поверхность картриджа. (Рис. 3-6, стрелка)
13 Поверните ручку в направлении по часовой стрелке еще на 1 – 1,5 оборота для более полной посадки компрессионного модуля.



Рис. 3-4



Рис. 3-5



Рис. 3-6

- 14 Поместите всю собранный компрессионный модуль в соответствующий адаптер, при необходимости.
- 15 Присоедините инъекционный кран к верхней части компрессионного модуля Flash+. (Рис. 3-7)
- 16 Присоедините нижний выходной фитинг (Рис. 3-8), насаживая его на выход компрессионного модуля, затем заверните ручную гайку на $\frac{1}{4}$ " с насечкой в направлении по часовой стрелке. (Рис. 3-9)



Рис. 3-7

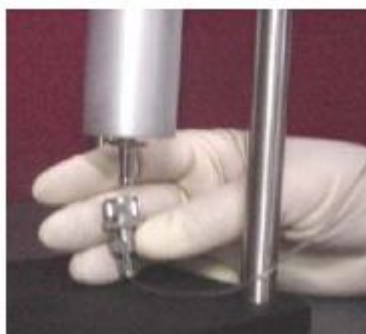


Рис. 3-8



Рис. 3-9

- 17 Заверните ручную гайку на $\frac{1}{4}$ ".
- 18 Убедитесь, что все подсоединения сделаны и имеется непрерывная линия от резервуара растворителя через компрессионный модуль к направляющей коллектора фракций. (Рис. 3-10, синяя стрелка) Инъекционный кран на компрессионном модуле должен быть открыт в момент начала процесса разделения.

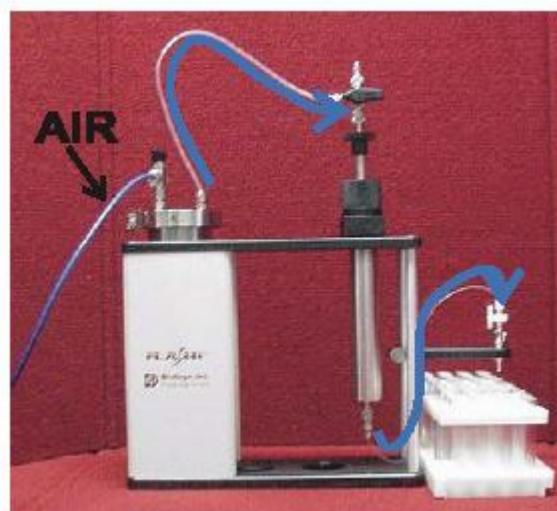


Рис. 3-10

4. Загрузка образца в компрессионный модуль FLASH+

В настоящем разделе изложены три метода загрузки образца: с использованием смплета (4.1), простую загрузку шприцом (4.5) и с использованием ZIF-SIM (4.6).

4.1 Загрузка образца в смплет

Подготовьте новый смплет, установите его на чистую поверхность и подготовьте к заполнению образцом. На верху смплета фрит утоплен. Нижний фрит расположен на одном уровне с внешней поверхностью. (Рис. 4-1) Необходимо зафиксировать информацию об образце на идентификационной карте смплета.

- 1 Растворите Ваш образец в необходимом количестве растворителя. (12 мм смплет \leq 1 мл растворителя; 25 мм смплет \leq 5 мл; 40 мм \leq 15 мл)
- 2 Используя настраиваемую пипетку, заполните ее растворенным образцом и нанесите его на верхнюю поверхность смплета. Позвольте растворенному образцу впитаться полностью, прежде чем переходить к следующим шагам. (Рис. 4-2 и 4-3)

а Если образец растворяется в элюенте или более слабом растворителе, заполняйте картридж, как описано в разделе 4.3.

б Если образец растворяется в более сильном растворителе (напр. метаноле), чем используемый при разделении элюент, он должен быть предварительно высушен в смплете перед помещением в картридж. См. раздел 4.2 “Сушка растворенного образца в смплете”.

4.2 Сушка растворенного образца в смплете

Высушивание смплета (содержащий растворенный образец) может производиться двумя путями:



Рис. 4-1



Рис. 4-2



Рис. 4-3

- 1 Подсоедините смплет к источнику сжатого воздуха для того, чтобы позволить растворителю испаряться последовательно. При этом образец должен быть стабилен в растворенном состоянии в течении 24 часов. Если компоненты образца нестабильны, может произойти их разложение.
- 2 С другой стороны, смплет может быть быстро высушен в вакууме как при использовании вакуумного термостата (если стабильна температура) так и в простом эксикаторе. Рекомендуется метод 2.

Замечание: При высушивании образца в вакууме будьте осторожны – повышайте разрежение медленно. См. раздел 4.2.1.

Предупреждение: Не используйте направленных источников разрежения.

4.2.1 Сушка смплетов в вакууме

Если разрежение повышается слишком быстро, растворитель может “вскипеть”, что приведет к потере или обоюдному загрязнению с другими образцами.

Следующие рекомендации необходимо соблюдать при повышении вакуума:

- 1 Доведите вакуум до 600 мм рт ст, затем сделайте двухминутную паузу.
- 2 Доведите вакуум до 570 мм рт ст в течение следующих 10 минут, затем сделайте тридцатиминутную паузу.
- 3 При необходимости доведите вакуум до максимального значения при нагревании.

4.2.2 Время, необходимое для сушки смплета

Большинство используемых растворителей способны испариться из смплета в течение одного часа в условиях глубокого вакуума без нагревания. Тесты компании Biotage с использованием стандартного вакуумного эксикатора и вакуумного насоса показали, что максимально используемый объем следующих растворителей испаряется за время, указанное в таблице 4.1.

| Растворитель | Время сушки, ч |
|---------------------|-----------------------|
| Метанол | 1,5 |
| Этилацетат | 1,0 |
| Метиленхлорид | 0,5 |
| Гексан | 0,5 |

После окончания сушки смплеты могут устанавливаться в картриджи FLASH+ , см. следующий раздел.

4.3 Установка смплета в картридж

- 1 Вставьте смплет в картридж. (Рис. 4-4 и 4-5)
- 2 Установка смплета в картридж должна производиться в чистых перчатках, чистым шпателем или другим подобным инструментом, до тех пор, пока смплет не заполнит верхний фрит картриджа. Заполнение легко контролировать через стенки картриджа. (Рис. 4-6)



Рис. 4-4



Рис. 4-5



Рис. 4-6

4.4 Установка картриджа с смплетом в модуль

- 1 Поместите картридж, со вставленным смплетом, в компрессионную емкость. (Рис. 4-7) (Картридж будет выступать над компрессионной емкостью) Если

нет необходимости в дальнейшей установке чего-либо, поместите компрессионную емкость в стенд.

- 2 Возьмите головку и поверните круглую ручку с насечкой в направлении против часовой стрелки для того, чтобы вытянуть центральный винт до тех пор, пока он полностью не заполнит внутреннее пространство между плечами головки.
- 3 Аккуратно опустите поршневую сборку в картридж с вставленным в него самплетом, до мягкой посадки сборки. (Рис. 4-8)
- 4 Возьмите компрессионную емкость одной рукой. Другой рукой поверните головку на 90° до тех пор, пока она не заблокирует цилиндр. (Рис. 4-9)
- 5 Удерживайте головку, закручивая центральный винт до тех пор, пока не почувствуете легкое сопротивление при контакте нижней части сборки, распределяющей поток, с верхним фритом самплета. (Рис. 4-10) Поверните дополнительно винт на 1 – 1,5 оборота в направлении по часовой стрелке для более плотной посадки. Имейте в виду, что при нахождении самплета в картридже центральный винт не должен быть слишком глубоко.
- 6 Следуйте инструкциям раздела 5 “Начало разделения”.



Рис. 4-7



Рис. 4-8



Рис. 4-9



Рис. 4-10

4.5 Загрузка образца в компрессионный модуль шприцом

- 1 Заполните подходящий шприц-луер (2 или 10 мл) жидким образцом.
- 2 Присоедините шприц к фитингу на инъекционном кране. (Рис. 4-11)
- 3 Переведите кран из горизонтальной позиции (указывающей в направлении резервуара растворителя) в вертикальную позицию (в направлении компрессионного модуля) для инъекции. (Рис. 4-12)
- 4 Аккуратно введите образец в модуль. Дождитесь исчезновения противодавления.

- 5 Возвратите кран в горизонтальную позицию, направляя поток растворителя через компрессионный модуль. Удалите шприц. (Рис. 4-13)
- 6 Следуйте инструкциям раздела 5 “Начало разделения”.



Рис. 4-11



Рис. 4-12



Рис. 4-13

4.6 Загрузка образца в компрессионный модуль с использованием ZIF-SIM

Следуйте инструкциям раздела 7 для приготовления образцов с низкой растворимостью с использованием ZIF-SIM.

- 1 Установите ZIF-SIM в соответствующую позицию на стенде. (Рис. 4-14, белая стрелка)
- 2 Присоедините линию 1/8” с выхода резервуара растворителя к верху ZIF-SIM. Заверните гайку с насечками на 1/8” на верхней части ZIF-SIM для создания герметичной жидкостной линии. (Рис. 4-14, 1)
- 3 Присоедините линию 1/8” от нижнего выхода ZIF-SIM к верху компрессионного модуля. Заверните ручную круглую ручку с насечкой на 1/8” на поршневой сборке для создания герметичной жидкостной линии. (Рис. 4-14, 2)
- 4 Присоедините линию 1/16” от нижней части компрессионного модуля к фитингу на направляющей стенда. Затяните гайку-луер для создания герметичной жидкостной линии. (Рис. 4-14, 3; 1-11)
- 5 Следуйте инструкциям раздела 5 “Начало разделения”.

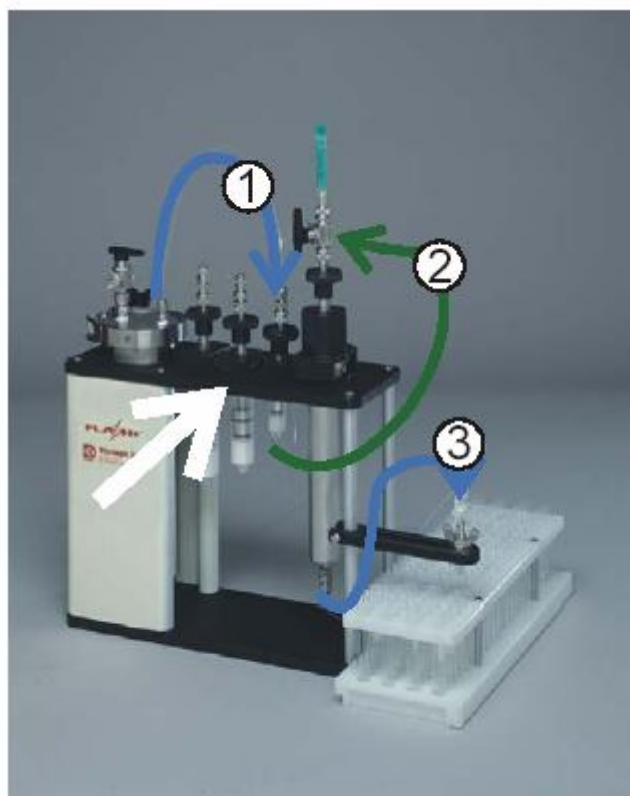


Рис. 4-14

5. Начало разделения

Следующая последовательность действий описывает рекомендуемую процедуру начала разделения:

- 1 Убедитесь, что давление воздуха по показаниям датчика составляет 15 – 30 psig. Если это не так, установите нужное значение регулятором воздуха.
- 2 Создайте давление в резервуаре растворителя, поворачивая кран в верхней части резервуара в направлении воздушной линии голубого цвета. (Рис. 5-1)
- 3 Убедитесь, что инжекционный кран находится в горизонтальной позиции. (Рис. 5-2)
- 4 Растворитель должен проходить сквозь резервуар, через ZIF-SIM, если тот подсоединен, затем через компрессионный модуль и фитинг-луер на направляющей станда. (Рис. 4-14) Система без ZIF-SIM показана на Рис. 5-3.



Рис. 5-1



Рис. 5-2



Рис. 5-3

Замечание: Если Вы заметили утечку из компрессионного модуля, затяните ручку на верхней части модуля до прекращения утечки.

Замечание: Если вы работаете с коллектором фракций, подсоедините линию от выхода компрессионного модуля к коллектору фракций, используя подходящий фитинг.

6. Извлечение картриджа FLASH+

Следующая последовательность действий описывает процедуру извлечения картриджа FLASH+:

- 1 Медленно поворачивайте воздушный вентиль по направлению к позиции open (vent) (Рис. 6-1) для разгерметизации модуля картриджа и для сброса давления растворителя через колонку.

- 2 Отверните ручку на верхней части модуля (примерно на 2 – 2,5 оборота) до тех пор, пока головка не будет освобождена. (Рис. 6-2)
- 3 Возьмите компрессионную емкость в одну руку. Другой рукой поверните головку на 90°, чтобы освободить блокирующие кнопки.
- 4 Поднимите головку. Картридж либо останется в компрессионной емкости, либо, что наблюдается чаще, будет присоединен к поршневой сборке. (Рис. 6-3)



Рис. 6-1

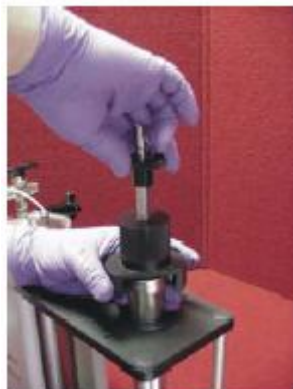


Рис. 6-2



Рис. 6-3



Рис. 6-4

- 5 Если картридж останется присоединенным к поршневой сборке, отсоедините его. (Рис. 6-4)
- 6 Поставьте головку на чистую поверхность.
- 7 Поставьте на место оранжевую заглушку на конце использованного картриджа. Заглушка будет вставлена в конец картриджа как без самплета, так и вместе с ним.
- 8 Разместите картридж в безопасном месте.

Замечание: Для получения информации о сменных и запасных частях см. разделы 12 – 14 в конце описания.

7. Выбор ZIF-SIM



Рис. 7-1 Семейство ZIF-SIM (с FLASH 40+)

Замечание: Эта инструкция заменяет все ссылки на использование SIM-1040 в стандартных руководствах на FLASH 12 и FLASH 40.

Выбор оптимального ZIF-SIM для разделения зависит от размера картриджа, размера частиц и природы образца (см. таблицу).

| Рекомендации по выбору ZIF-SIM | | | |
|--------------------------------|------------|---|-------------------------|
| Пункт рис. 7-1 | Кат. номер | Пригодность для картриджей следующих размеров | Макс. кол-во силикагеля |
| 3 | FZIM-0010 | Все регулярные и версии FLASH 12 и 25 | 2,5 грамм |
| 2 | FZIM-0035 | Все регулярные и версии FLASH 12, 25 и 40 | 10 грамм |
| 1 | FZIM-0060 | Все регулярные и версии FLASH 40 и 65 | 20 грамм |

8. Загрузка образца с ограниченной растворимостью с использованием ZIF-SIM

Инструкции следующих разделов применимы к ZIF-SIM всех размеров:

8.1 Подготовка и загрузка образца в ZIF-SIM

- 1 Растворите Ваш образец в минимальном количестве сильного растворителя и прибавьте минимально необходимое количество силикагеля для сорбции растворенного образца.

Замечание: Количество силикагеля, необходимое для предварительной сорбции образца, составляет массу, в 1-3 раза большую массы образца, однако это количество также зависит от того, насколько высока

вязкость образца. (Максимальное количество силикагеля, которое может быть использовано, указано в таблице раздела 7).

- 2 Упарьте досуха и загрузите силикагель со связанным образцом в цилиндр ZIF-SIM. (Рис. 8-1) Высушенный и предварительно сорбированный образец должен представлять собой легко сыпучий порошок для получения оптимальных результатов.
- 3 Вставьте верхний фрит в верхнюю часть цилиндра ZIF-SIM. (Рис. 8-2)
- 4 Легким постукиванием по заполненному цилиндру ZIF-SIM добейтесь более плотной усадки силикагеля.
- 5 Используя специальный инструмент, вдавите фрит вниз, пока он не соприкоснется с сухим образцом. (Рис. 8-3)

Предупреждение: Поскольку силикагель перед использованием рекомендуется упаковывать мягко, в начале процесса возможна небольшая его усадка, что может вызвать подтекание при прохождении жидкости. Для устранения утечки заверните черную ручку с насечкой поршневой сборки компрессионного модуля в направлении по часовой стрелке.



Рис. 8-1



Рис. 8-2



Рис. 8-3

8.2 Сборка модуля ZIF-SIM

- 1 Извлеките поршневую насадку ZIF настолько далеко, чтобы позволить ей быть полностью вставленной в цилиндр ZIF-SIM без нажима на верхний фрит. (Рис. 8-4)
- 2 Вставьте насадку ZIF в цилиндр ZIF-SIM так, чтобы ее выступы были расположены под 90° в фиксирующих пазах. (Рис. 8-5)
- 3 Удерживая цилиндр ZIF-SIM в направлении от себя, поверните насадку в направлении против часовой стрелки до полной посадки выступов цилиндра ZIF-SIM в фиксирующих пазах. (Рис. 8-6)



Рис. 8-4



Рис. 8-5



Рис. 8-6



Рис. 8-7

- 4 Возьмите круглую секцию сборки, зафиксированную в удерживающих пазах (Рис. 8-7), и поверните круглую черную ручку в направлении по часовой стрелке. (Это действие будет вдвигать поршневую сборку ZIF в цилиндр ZIF-SIM). Возникновение сопротивления означает, что насадка ZIF контактирует с верхним фритом.
- 5 Поверните ручку на $\frac{1}{2}$ - $\frac{3}{4}$ оборота. Теперь сборка посажена и через стенки цилиндра ZIF-SIM будет наблюдаться черная кольцевая полоса, образованная кольцевым уплотнением Chemraz. (Рис. 8-7, белая стрелка)

8.3 Извлечение ZIF-SIM и цилиндра

- 1 Для извлечения ZIF-SIM со стенда FLASH+ сначала отсоедините входную линию растворителя (если она подсоединена), отвернув вручную гайку на $\frac{1}{8}$ " в верхней части сборки. Затем отсоедините выходную линию ZIF-SIM с нижней части цилиндра ZIF-SIM. Теперь сборку ZIF-SIM можно снять с рамы.
- 2 Для извлечения сборки сначала отверните круглую ручку на $\frac{1}{2}$ - 1 оборот. (Рис. 8-8)
- 3 Удерживая цилиндр ZIF-SIM в направлении от себя, поверните насадку в направлении по часовой стрелке на 90° . Это действие освободит выступы цилиндра ZIF-SIM из фиксирующих пазов и позволит легко извлечь его из поршневой насадки. (Рис. 8-9)



Рис. 8-8



Рис. 8-9

8.4 Проведение разделения

В инструкции к установке ZIF-SIM указаны ссылки на рис. 8-10.

- 1 Присоедините входную линию растворителя к верхней части ZIF-SIM, заворачивая гайку с насечкой на 1/8". (1)
- 2 Установите ZIF-SIM в подходящее отверстие в верхней части стенда FLASH+ (2)
- 3 Соедините выходную линию ZIF-SIM с нижней частью цилиндра ZIF-SIM, используя фитинг-луер. (3)
- 4 Присоедините другой конец линии ZIF-SIM к 3-канальному инъекционному крану в верхней части компрессионного модуля, заворачивая гайку с насечкой на 1/8". (4)

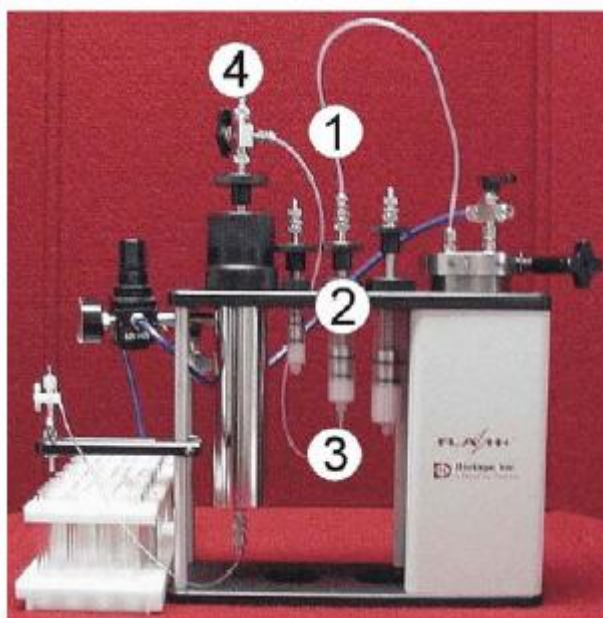


Рис. 8-10

Замечание: Если Вы работаете с коллектором фракций, соедините линию от выхода компрессионного модуля с коллектором фракций, используя подходящие фитинги.

- 5 Поверните инъекционный кран из позиции INJECT на 90°, чтобы он указывал на выходную линию ZIF-SIM. Это действие направит образец и растворитель через ZIF-SIM и картридж для разделения и сбора фракций.

- 6 Создайте давление в резервуаре для растворителя.
- 7 Отрегулируйте скорость потока растворителя как поворотом ограничительного крана, так и установкой нужного значения давления воздуха.
- 8 При окончании сбора фракций, закройте ограничительный кран и поверните кран AIR на резервуаре растворителя в положение VENT для сброса давления.
- 9 Откройте ограничительный кран для сброса давления перед извлечением картриджа.

9. Обслуживание и очистка ZIF-SIM

В данном разделе приведены общие инструкции, применимые к ZIF-SIM всех трех размеров. ZIF-SIM должны быть удалены из цилиндров ZIF-SIM. Детальное изображение ZIF-SIM см. на стр. 26.

1. Ослабьте гайку с насечками на $\frac{1}{4}$ " на адаптере от $\frac{1}{4}$ " к $\frac{1}{8}$ " на 1 – 1,25 оборота и извлеките фитинг.
2. После того, как фитинг будет удален, можно извлечь насадку распределителя потока и входную линию вместе с уплотнительным кольцом Chemraz и уплотнителем ZIF. (Рис. 9-2)
3. Отложите корпус ZIF-SIM в сторону.
4. Снимите уплотнитель ZIF с входной линии с насадкой распределителя потока. (Рис. 9-3)
5. Осторожно удалите уплотнительное кольцо с уплотнителя ZIF.
6. Осторожно удалите уплотнительное кольцо с насадки распределителя потока.
7. Произведите очистку частей, если это необходимо.
8. Произведите сборку частей ZIF-SIM в обратном порядке, при необходимости замените уплотнительное кольцо Chemraz.



Рис. 9-1



Рис. 9-2



Рис. 9-3

10. Работа по новой технологии ZIF-SIM

Компания Biotage приступила к выпуску новой линии ZIF-SIM 1 с сентября 2000 г. Системы FLASH, приобретенные ранее, укомплектованы SIM-1040.

Предупреждение: Цилиндры SIM-1040 НЕ могут быть заменены на новые ZIF-SIM35 системы. Не пытайтесь использовать цилиндры SIM-1040 вместе с ZIF-SIM35. См. также таблицу в разделе 7.

ZIF-SIM обладает рядом преимуществ перед более ранними версиями SIM. Пользователям, обладающим ZIF-SIM для расширения систем FLASH 12i/40i, необходимо соблюдать следующие инструкции по установке.

10.1 Системы Biotage 12i/40i

10.1.1 Извлечение SIM-1040

- 1 Отсоедините входную линию растворителя с верхней части сборки насадки SIM-1040, используя адаптер.
- 2 Отсоедините выходную линию SIM с нижней части цилиндра SIM, используя фитинг-луер.
- 3 Отсоедините SIM-1040.
- 4 Отсоедините адаптер на конце линии подачи растворителя, ослабляя винт на 1/8". (Адаптер представляет собой фитинг на 1/8" с вкрученным белым пластиковым луером). Отсоедините фитинг.
- 5 Отсоедините гайку с насечками на 1/8" с верхней части адаптера от обжимной гайки 1/4" к 1/8".

10.1.2 Установка нового ZIF-SIM

- 1 Поместите сборку ZIF-SIM в стенд FLASH.

Замечание: стенд более ранней модификации FLASH 12/40 имеет только одно отверстие для размещения SIM-1040. Это отверстие подходит для размещения ZIF-SIM10 и ZIF-SIM35, но не пригодно для ZIF-SIM60.

(Хотя размеры этого отверстия слишком велики для обоих ZIF-SIM, это не оказывает какого-либо значительного эффекта).

Замечание: возможно приобретение нового станда, пригодного для размещения ZIF-SIM всех трех размеров и компрессионного модуля FLASH+. Информация в разделе 14.

- 2 Соедините входную линию растворителя с верхней частью адаптера на новом ZIF-SIM, закручивая гайку на 1/8" на входной линии растворителя в резьбу адаптера на 1/8". Установка ZIF-SIM завершена.

10.2 Элюирующие системы Flash с использованием SLM 10, 35 или 60

Компания Biotage приступила к выпуску новой линии ZIF-SIM 1 сентября 2000 г. Системы, приобретенные ранее, укомплектованы SLM 10, 35 или 60.

Замечание: новые ZIF-SIM используют оригинальные цилиндры и фриты, используемые в элюирующих системах Flash SLM и, таким образом, могут использоваться с ZIF-SIM.

ZIF-SIM обладает рядом преимуществ перед более ранними SLM. Пользователям, обладающим ZIF-SIM для расширения элюирующих систем Flash, необходимо соблюдать следующие инструкции по установке.

Замечание: Для установки ZIF-SIM в основной стенд элюирующей системы Flash необходимо приобрести ответную часть луера для адаптера на обжимную гайку на 1/8" (#06091).

10.2.1 Извлечение сборки SLM

- 1 Отсоедините входную линию растворителя с верхней части сборки SLM.
- 2 Отсоедините старую сборку SLM
- 3 Отсоедините гайку с насечками на 1/8" с верхней части адаптера с 1/4" к 1/8".

10.2.2 Установка ZIF-SIM

- 1 Поместите ZIF-SIM в основной стенд.
- 2 Соедините ответную часть луера на адаптере на 1/8" (#06091) с фитингом на верхней части используемого ZIF-SIM.
- 3 Соедините входной линией растворителя основной корпус и ответную часть используемого для уплотнения до настоящего момента луера.
- 4 Установка завершена на этой стадии, эксплуатируйте новый ZIF-SIM аналогично SLM. Более детальную информацию Вы можете найти на страницах настоящего описания.

11. Оптимизация разделения

Оптимальный метод очистки Flash подразумевает изократическое элюирование для сбора очищенной субстанции каждого образца. Однако, пользователь может варьировать растворитель для достижения желаемой степени разделения серий соединений.

11.1 Растворимость

Если образцы растворимы в гексане, на первой стадии разделения используйте этилацетат или метиленхлорид. Если образцы имеют ограниченную растворимость в этих элюентах, растворяйте их в менее полярном растворителе (например, в метаноле), предварительно нанесите на самплет или силикагель и загрузите в ZIF-SIM.

11.2 ТСХ для нормально-фазового разделения

Растворите небольшое количество образца в выбранном растворителе. Нанесите пятно на ТСХ пластину и проведите исследование по выбору условий разделения. Вычислите значение R_f для интересующих Вас компонентов и оцените объем, необходимый для элюирования с картриджа, CV, как $1/R_f$.

11.3 Критерии для ТСХ разделения

Раздел содержит краткое содержание работ, выполненных сотрудниками компании Biotage с целью свести к минимуму наиболее часто предпринимаемые попытки и ошибки при оптимизации разделения с использованием системы FLASH. Следует сфокусировать внимание на следующих положениях:

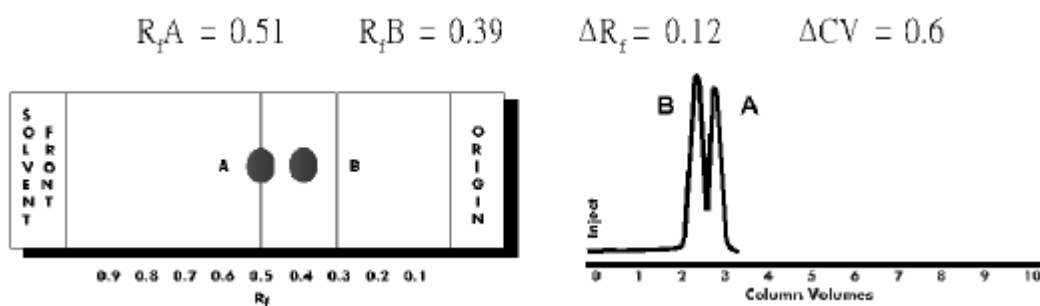
- 1 Необходимо спрогнозировать разрешающую способность колонки, предварительно проведя исследование методом ТСХ (раздел 11.3.1).
- 2 Определить максимально селективный элюент для разделения в системе FLASH (11.3.3).
- 3 Определить максимально сильный элюент для разделения в системе FLASH (11.2.3).

Замечание: в первую очередь рекомендуется выбрать максимально селективный элюент, затем подбирать наиболее сильный.

- 4 Определить оптимальный размер колонки и загружаемого образца (11.3.4).

11.3.1 Колоночное разделение, обуславливаемое значением ΔCV , не ΔR_f

При воплощении условий разделения, подобранных методом ТСХ в колоночном варианте хроматографии, использование величины R_f как первостепенного фактора для предсказания степени разделения не оправдано. Как показано на рис. 11-1, условия для хорошего разрешения на пластине ТСХ не гарантируют хорошего колоночного разрешения. Это объясняется тем, что величина R_f обратно пропорциональна времени элюирования компонента с хроматографической колонки (Таблица 11.1). Оптимизация разделения с использованием величины R_f не всегда гарантирует удовлетворительное колоночное разделение.



Состав элюирующей смеси: толуол 95%, гексан 5%

Рис. 11-1

Следовательно, фактор ΔCV является более предпочтительным для предсказания поведения колонки при тех или иных условиях.* В большинстве случаев, следует проводить разделение в условиях, которые при подборе методом ТСХ обеспечивают достижение значения R_f в диапазоне 0,15 – 0,35 для интересующих компонентов, при этом в варианте колоночной хроматографии значение CV будет составлять 2,8 – 6,7.** Компоненты, имеющие значение R_f выше 0,35, будут элюироваться несколько раньше, чем те, значение R_f которых ниже 0,15, кроме того, элюирование последних компонентов потребует расхода значительных количеств растворителя. В следующей таблице указаны величины параметров для оптимального разделения – сила и селективность элюента.

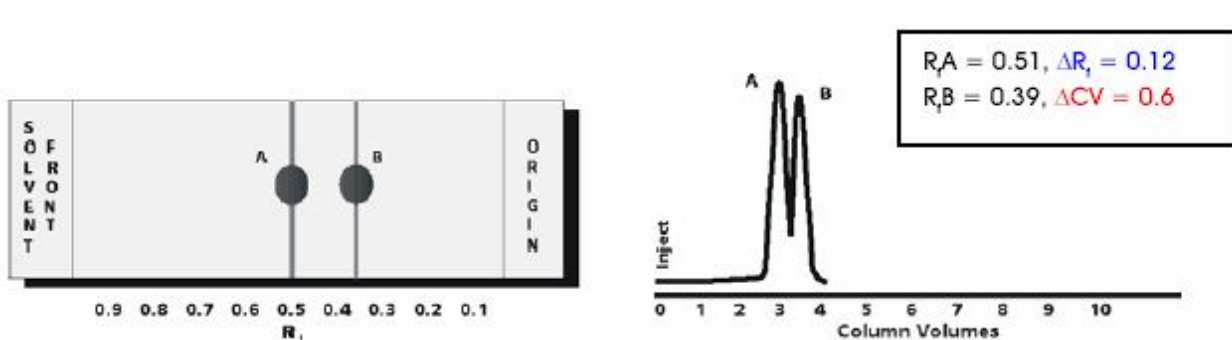
| Таблица 11-1 Измеренные значения объема колонки и элюента с использованием R_f | | | | | | | |
|--|------|-------------------|------|------|------|------|------|
| R_f | CV | Объем элюента, мл | | | | | |
| | | 12+S | 12+M | 25+S | 25+M | 40+S | 40+M |
| 0,80 | 1,25 | 8 | 16 | 34 | 68 | 88 | 176 |
| 0,67 | 1,50 | 9 | 18 | 39 | 75 | 99 | 198 |
| 0,50 | 2,00 | 12 | 24 | 52 | 104 | 132 | 264 |
| 0,40 | 2,50 | 15 | 30 | 65 | 130 | 165 | 330 |
| 0,33 | 3,00 | 18 | 36 | 77 | 154 | 198 | 396 |
| 0,25 | 4,00 | 24 | 48 | 103 | 206 | 264 | 528 |
| 0,20 | 5,00 | 30 | 60 | 129 | 258 | 330 | 660 |
| 0,125 | 8,00 | 48 | 96 | 206 | 412 | 528 | 1056 |
| 0,100 | 10,0 | 60 | 120 | 258 | 516 | 660 | 1320 |

* Различие в величине объема колонки (CV) при котором происходит элюирование двух компонентов.

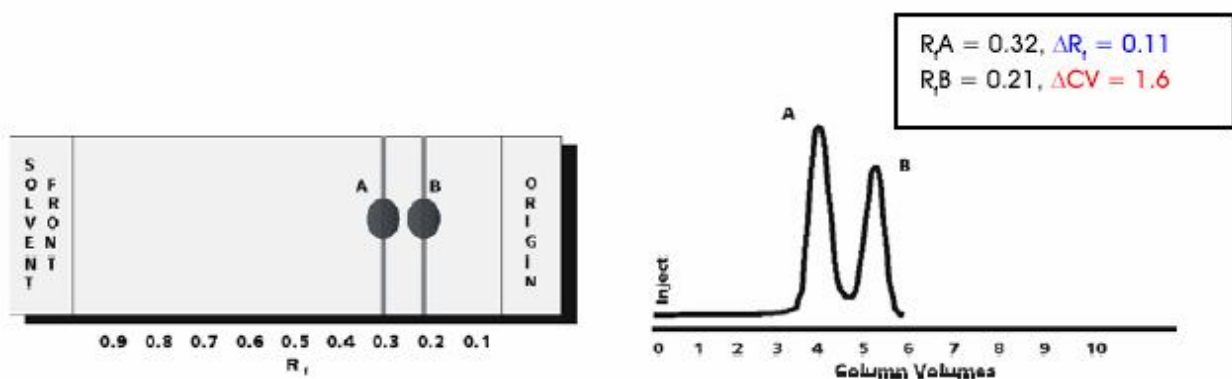
** Благодаря высокой поверхностной активности силикагеля KP-Sil компании Biotage, значения CV будут по крайней мере равны, а иногда и выше указанных.

11.3.2 Варьирование силы элюента для достижения значения R_f

С учетом предыдущих рекомендаций получены примеры разделения веществ, проиллюстрированные на рис. 11-2. Значительное улучшение разделения достигается с применением “медленной” системы. В данном случае разделение было оптимизировано изменением соотношения количеств сильного и слабого растворителей в элюирующей смеси. Следует учесть, что значения ΔR_f близки, а ΔCV различны.



Система А Тoluол 95%, гексан 5%



Система В Тoluол 70%, гексан 30%

Рис. 11-2 Использование “медленной” системы – элюирование смесью толуол-гексан в процентном соотношении 70 к 30 (В) по сравнению с “быстрой” – смесью в процентном соотношении 95 к 5 значительно улучшает степень разделения.

11.3.3 Варьирование селективности элюента для достижения значения R_f в диапазоне 0,15 – 0,35

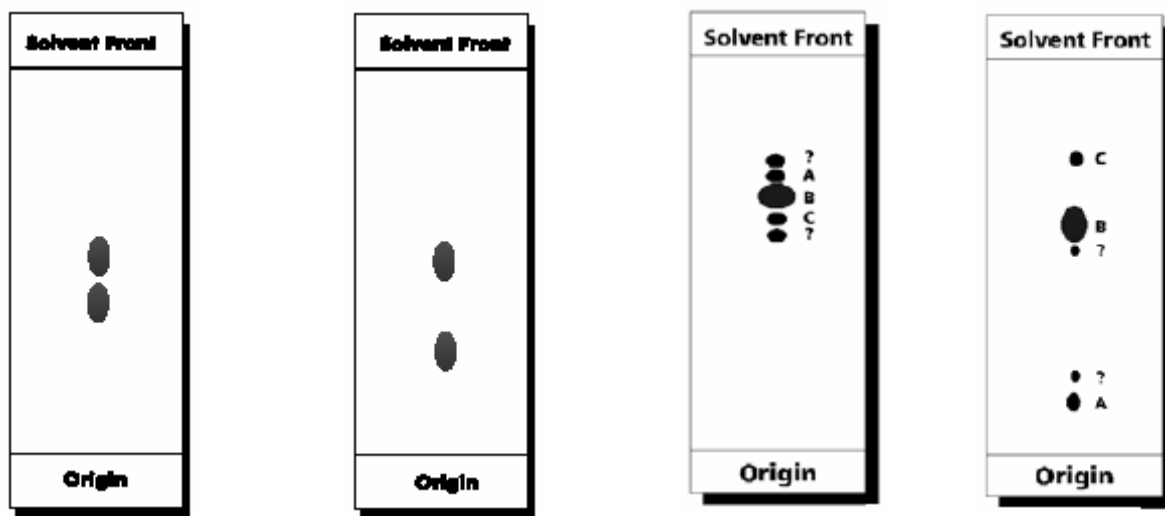
В большинстве случаев, значение R_f одного компонента в отношении другого может быть изменено варьированием “типа” (т.е селективности) используемого растворителя при его постоянной силе.

Приблизительная оценка силы смеси растворителей может быть произведена, если известно средняя сила индивидуальных компонентов смеси (см. таблицу 11.2 для оценки силы наиболее часто используемых растворителей и их силы).

На рис. 11-3 продемонстрировано, что значение R_f более полярного компонента изменено замещением этилацетата на метиленхлорид, в результате чего достигнута лучшая селективность разделения.

В ряде случаев, варьирование полярности компонентов элюирующей смеси может влиять на селективность разделения более радикально, например, изменять порядок выхода компонентов, как показано на рис. 11-4. Следует заметить, что в

представленном случае, хотя значение R_f компонента “В” одинаково на обеих пластинах, элюирование компонентов “А” и “С” происходит в разном порядке.



Гексан-Этилацетат
Сила 0,29

Гексан-Метиленхлорид
Сила 0,28

Гексан-
Этилацетат
2 : 1

Метиленхлорид
100%

| Компонент | R_f1 | R_f2 |
|-----------|--------|--------|
| A | 0,70 | 0,13 |
| B | 0,65 | 0,53 |
| C | 0,58 | 0,75 |

Рис. 11-3 Элюирующая смесь различного состава с одинаковой силой обеспечивает различную селективность разделения.

Рис. 11-4 Изменением типа элюента можно добиться значительного изменения степени разделения и порядка элюирования компонентов.

Таблица 11.2 Наиболее часто применяемые растворители для разделения

| Растворитель | Относительная сила | Группа селективности* |
|-----------------|--------------------|-----------------------|
| Метанол | 0,95 | II |
| Этанол | 0,88 | II |
| 2-Пропанол | 0,82 | II |
| Ацетонитрил | 0,65 | VIb |
| Этилацетат | 0,58 | VIa |
| Тetraгидрофуран | 0,57 | III |
| Ацетон | 0,56 | VIa |
| Метиленхлорид | 0,42 | V |
| Хлороформ | 0,40 | VIII |
| Диэтиловый эфир | 0,38 | I |
| Толуол | 0,29 | VII |
| Гексан | 0,01 | - |
| Гептан | 0,01 | - |
| Изооктан | 0,01 | - |

* Для более подробного обсуждения групп селективности растворителей см. *Introduction to Modern Liquid Chromatography*, Wiley, New York, 1979, L.R.Snyder and J.J.Kirkland.

11.3.4 Рекомендуемые размер частиц образца и условия подготовки при использовании картриджей FLASH

Рекомендуется производить относительно низкую загрузку картриджей FLASH образцом для повышения возможности накопления чистых компонентов с проведением минимальной оптимизации.

Количество неочищенного образца, загружаемого в варианте нормально-фазной хроматографии, составляет от 1 до 11 мг на грамм силикагеля (от 0,1 % до 1 % в весовом соотношении).

Рекомендуется растворение образцов в объеме оптимального растворителя, составляющего 10% величины CV. Растворение образца в небольших количествах сильного растворителя будет ухудшать степень разделения. При необходимости, после растворения образца в небольших количествах сильного растворителя следует произвести разбавление более слабым растворителем. Настоятельно рекомендуется использование самплета.

| Картридж | Размеры (внутр.диам, мм x длина, см) | Вес, г | Объем колонки, мл | Легкое разделение $\Delta CV = 6$ | Типичное разделение $\Delta CV = 2-3$ | Трудное разделение $\Delta CV = 1$ |
|----------|--------------------------------------|--------|-------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|------------------------------------|
| 12+S | 12 x 7,5 | 4,0 | 6 | 100-200 мг | 20-100 мг | 4-20 мг |
| 12+M | 12 x 15,0 | 8,0 | 12 | 200-400 мг | 40-200 мг | 8-40 мг |
| 25+S | 25 x 7,5 | 20 | 30 | 500-1000 мг | 100-500 мг | 20-100 мг |
| 25+M | 25 x 15,0 | 40 | 60 | 1000-2000 мг | 200-1000 мг | 40-200 мг |
| 40+S | 40 x 7,5 | 50 | 75 | 1250-2500 мг | 250-1250 мг | 50-250 мг |
| 40+M | 40 x 15,0 | 100 | 150 | 2500-5000 мг | 500-2500 мг | 100-500 мг |

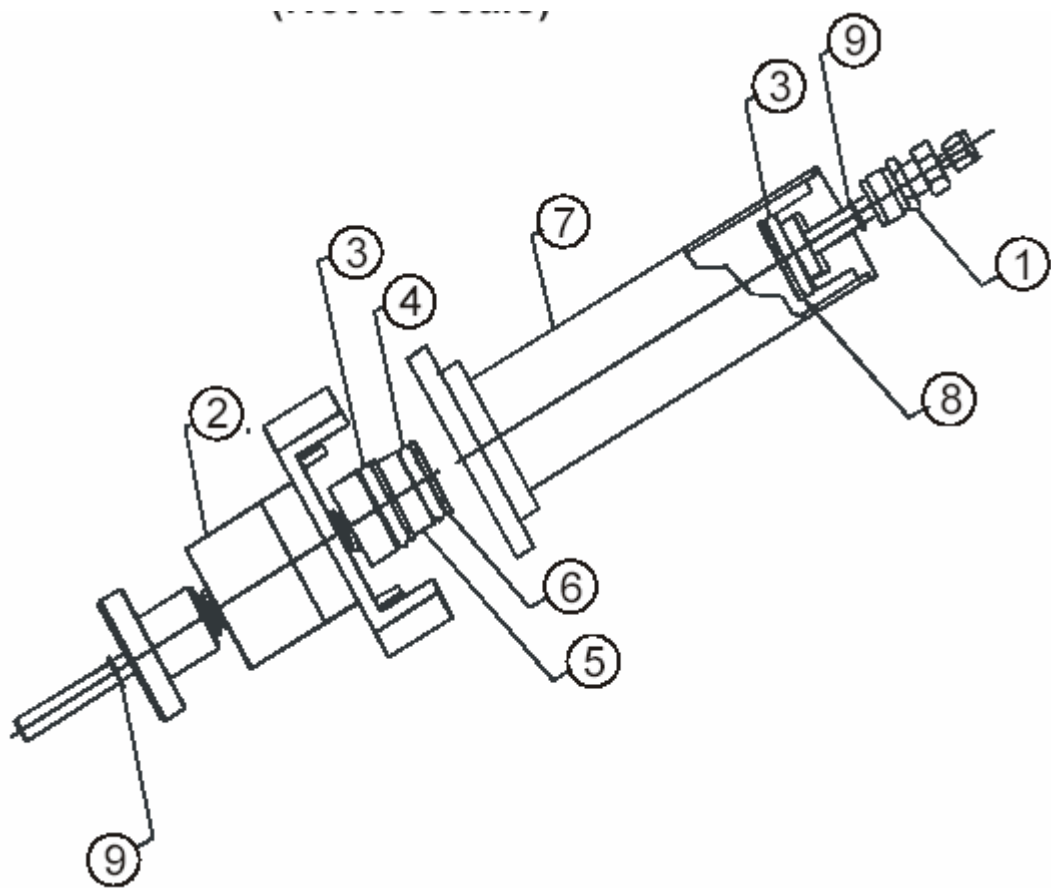
12. Идентификация узлов компрессионных модулей FLASH+

На представленных ниже рисунках указана идентификация основных частей для каждого компрессионного модуля FLASH+ в сборе. Рекомендуемые к периодической замене части отмечены знаком * в колонке с идентификационным номером в таблице. Дополнительный список компонентов системы и аксессуаров приведен в разделе 13.

Рекомендуется периодически пополнять запасы сменных частей для того, чтобы эксплуатация каждого модуля была долгой и надежной.

| № п/п | Кол-во | Описание | 25+ S | 25+ M |
|-------|--------|------------------------------------|--------|--------|
| | | | Кат. № | Кат. № |
| 9 | 2 | Удерживающее кольцо, ¼" SST | 03024* | 03024* |
| 8 | 1 | Нижние насадка и распределитель | 07258 | 07258 |
| 7 | 1 | Цилиндр, сварной | 07159 | 07108 |
| 6 | 1 | Верхние насадка и распределитель | 07098 | 07098 |
| 5 | 1 | Верхний адаптер | 07099 | 07099 |
| 4 | 1 | Уплотнительное кольцо 208, Chemraz | 06178* | 06178* |
| 3 | 2 | Уплотнительное кольцо 209, Chemraz | 06221* | 06221* |
| 2 | 1 | Заглушка | 07117 | 07117 |
| 1 | 1 | Трубка ¼ x 1/16 | 02979 | 02979 |

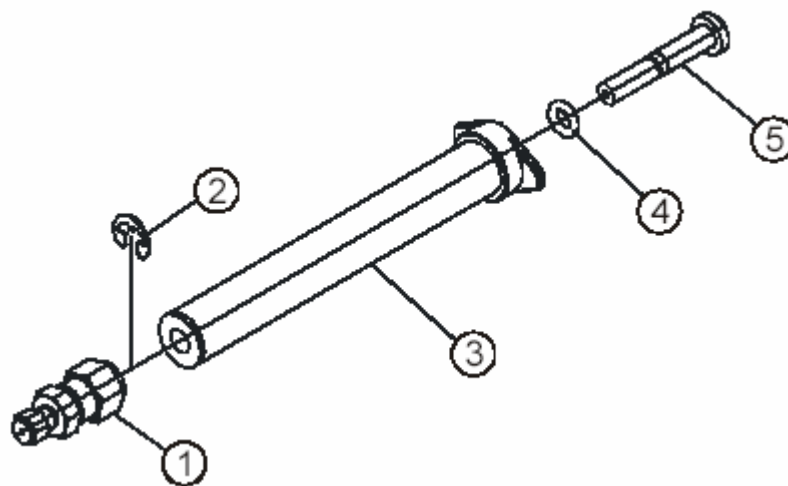
*Части, рекомендованные к периодической замене



Компрессионный модуль FLASH 25+

| № п/п | Кол- во | Описание | 12+ S | 12+M |
|----------|------------|------------------------------------|--------|--------|
| | | | Кат. № | Кат. № |
| 1 | 1 | Трубка ¼ x 1/16 | 02979 | 02979 |
| 2 | 1 | Удерживающее кольцо, ¼" SST | 03024* | 03024* |
| 3 | 1 | Цилиндр, сварной 12S | 07424 | 07393 |
| 4 | 1 | Уплотнительное кольцо 108, Chemraz | 02948* | 02948* |
| 5 | 1 | Нижние насадка и распределитель | 02946 | 02946 |

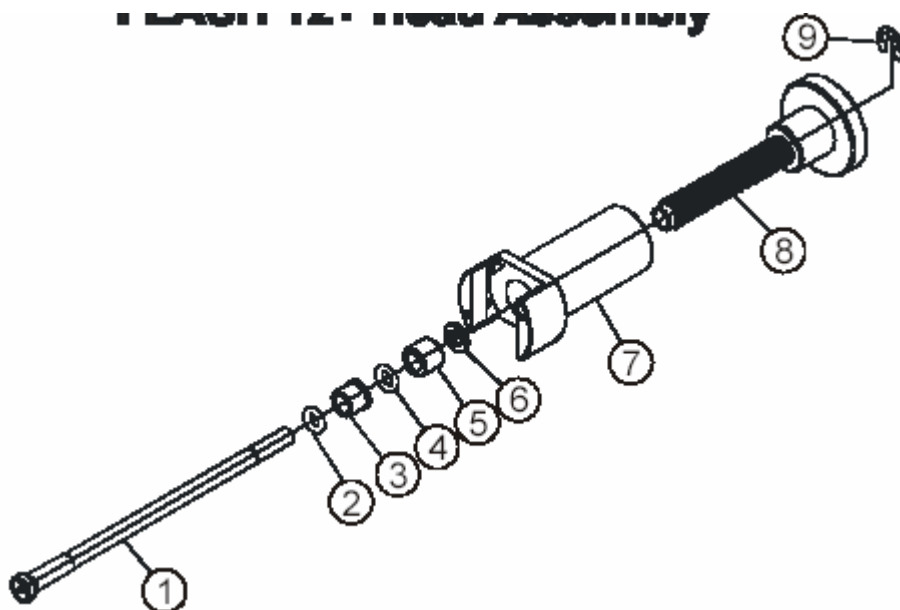
* Части, рекомендованные к периодической замене



Сборка компрессионной емкости FLASH 12+

| № п/п | Кол-во | Описание | Кат. № |
|-------|--------|--|--------|
| 9 | 1 | Удерживающее кольцо, 1/4" SST | 03024* |
| 8 | 1 | Компрессионный винт в сборе | 07397 |
| 7 | 1 | Заглушка | 07400 |
| 6 | 1 | Очиститель, 0,438 внешн.д x 0,251 внутр. д | 07398* |
| 5 | 1 | Верхнее компрессионное кольцо | 07573 |
| 4 | 1 | Уплотнительное кольцо 108, Chemraz | 02948* |
| 3 | 2 | Нижние компрессионное кольцо | 07574 |
| 2 | 1 | Уплотнительное кольцо 107, Chemraz | 04593* |
| 1 | 1 | Верхняя распределяющая насадка | 07355 |

* Части, рекомендованные к периодической замене

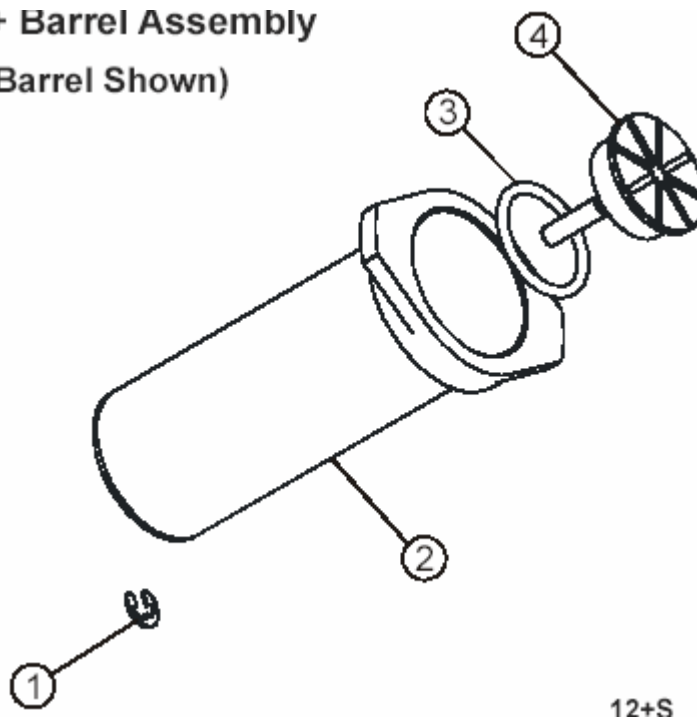


Головка FLASH 12+

| № п/п | Кол-во | Описание | 12+ S | 12+ M |
|-------|--------|--------------------------------------|--------|--------|
| | | | Кат. № | Кат. № |
| 4 | 1 | Нижняя распределяющая насадка | 07332 | 07332 |
| 3 | 1 | Уплотнительное кольцо 2-218, Chemraz | 07766* | 07766* |
| 2 | 1 | Цилиндр, сварной 40S | 07317 | 07316 |
| 1 | 1 | Удерживающее кольцо, 1/4" SST | 03024* | 03024* |

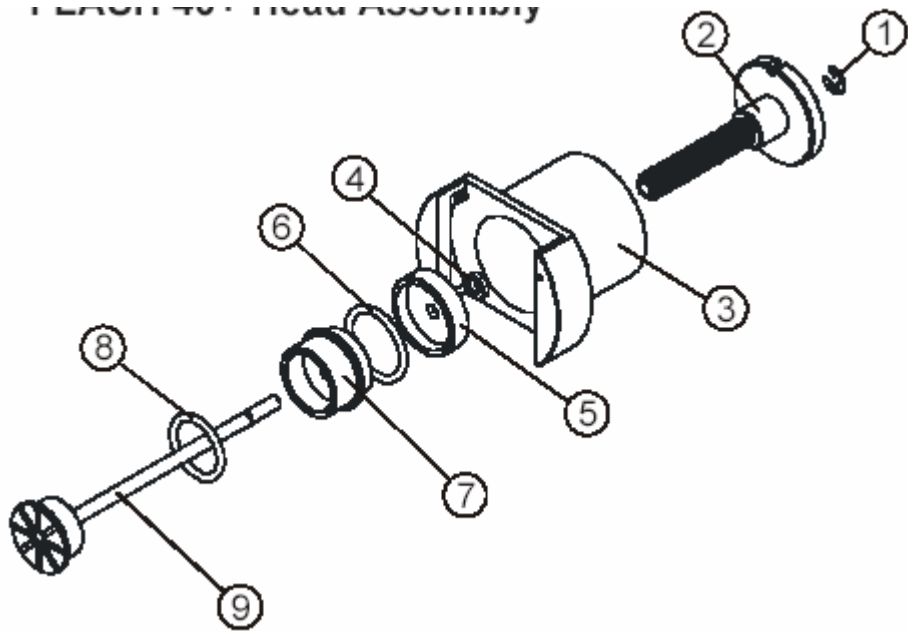
* Части, рекомендованные к периодической замене

+ Barrel Assembly
Barrel Shown)



Сборка компрессионной емкости FLASH 40+ (Показан цилиндр 40+)

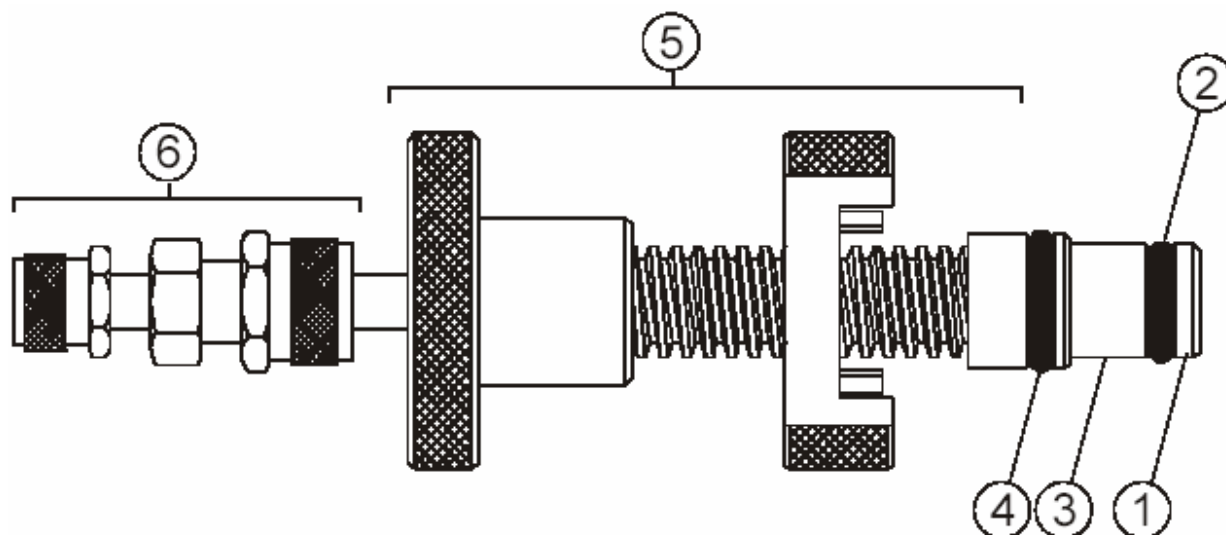
| № п/п | Кол-во | Описание | Кат. № |
|-------|--------|--------------------------------------|--------|
| 9 | 1 | Верхняя распределяющая насадка | 07323 |
| 8 | 1 | Уплотнительное кольцо 2-215, Chemraz | 07765* |
| 7 | 1 | Компрессионная втулка | 07604 |
| 6 | 1 | Уплотнительное кольцо 2-218, Chemraz | 07766* |
| 5 | 1 | Компрессионная насадка | 07605 |
| 4 | 1 | Очиститель | 07602* |
| 3 | 1 | Заглушка | 07386 |
| 2 | 1 | Компрессионный винт | 07327 |
| 1 | 1 | Удерживающее кольцо 1/4", SST | 03024* |



Головка 40+

13. Идентификация узлов модулей ZIF-SIM

На представленном ниже рисунке указана идентификация основных узлов и частей для каждого модуля ZIF-SIM. Каждый модуль ZIF-SIM поставляется вместе с поршневой сборкой и цилиндром для ввода образца (не показано). Рекомендуемые к периодической замене части отмечены знаком * в колонке с идентификационным номером в таблице.



| № п/п | Кол-во | Описание | Кат. № |
|-------------------|--------|--|--------|
| ZIF-SIM 10 | | | |
| 1 | 1 | Насадка, распределяющая поток и входная трубка | 06004 |
| 2 | 1 | Уплотнительное кольцо 109, Chemraz | 06176 |
| 3 | 1 | Компрессор ZIF | 06005 |
| 4 | 1 | Уплотнительное кольцо 111, Chemraz | 00656 |
| 5 | 1 | Корпус ZIF-SIM | 06020 |
| 6 | 1 | Адаптер 1/4" x 1/8" | 04154 |
| ZIF-SIM 35 | | | |
| 1 | 1 | Насадка, распределяющая поток и входная трубка | 06130 |
| 2 | 1 | Уплотнительное кольцо 206, Chemraz | 06177 |
| 3 | 1 | Компрессор ZIF | 06131 |
| 4 | 1 | Уплотнительное кольцо 208, Chemraz | 06178 |
| 5 | 1 | Корпус ZIF-SIM | 06132 |
| 6 | 1 | Адаптер 1/4" x 1/8" | 04154 |
| ZIF-SIM 60 | | | |
| 1 | 1 | Насадка, распределяющая поток и входная трубка | 06210 |
| 2 | 1 | Уплотнительное кольцо 209, Chemraz | 06221 |
| 3 | 1 | Компрессор ZIF | 06214 |
| 4 | 1 | Уплотнительное кольцо 211, Chemraz | 06220 |
| 5 | 1 | Корпус ZIF-SIM | 06218 |
| 6 | 1 | Адаптер 1/4" x 1/8" | 04154 |

14. Компоненты и аксессуары FLASH+

| Описание | Кат. номер |
|---|------------|
| Стартовый набор для сборки системы FLASH+ - включает новый стенд FLASH+, все трубки, шприцы, руководство пользователя | 07923 |
| Стартовый набор для расширения системы FLASH+ - включает переходные кольца и трубки для расширения существующей системы FLASH+ до FLASH 12+ или FLASH 25+ | 07861 |
| ZIF-SIM 10 Сборка ZIF-SIM 10, одна (1) Инструмент для установки ZIF-SIM 10 фрита, один (1) Набор трубок ZIF-SIM, один (1) Упаковка 20 цилиндров и фритов, одна (1) | FZIM-0010 |
| ZIF-SIM 35 Сборка ZIF-SIM 35, одна (1) Инструмент для установки ZIF-SIM 35 фрита, один (1) Набор трубок ZIF-SIM, один (1) Упаковка 20 цилиндров и фритов, одна (1) | FZIM-0035 |
| ZIF-SIM 60 Сборка ZIF-SIM 60, одна (1) Инструмент для установки ZIF-SIM 60 фрита, один (1) Набор трубок ZIF-SIM, один (1) Упаковка 20 цилиндров и фритов, одна (1) | FZIM-0060 |
| Цилиндры ZIF-SIM 10 20 Цилиндров с установленным нижним фритом и одна (1) упаковка верхних фритов | SBF-0010 |
| Цилиндры ZIF-SIM 35 20 Цилиндров с установленным нижним фритом и одна (1) упаковка верхних фритов | SBF-0035 |
| Цилиндры ZIF-SIM 60 20 Цилиндров с установленным нижним фритом и одна (1) упаковка верхних фритов | SBF-0060 |
| Инструмент для установки ZIF-SIM 10 фрита | 0087 |
| Инструмент для установки ZIF-SIM 35 фрита | 0088 |
| Инструмент для установки ZIF-SIM 60 фрита | 0184 |
| SLM к адаптеру ZIF-SIM | 06091 |

15. Получение дополнительной информации

Компания Biotage производит обслуживание, сервис и продажу всех систем компонентов FLASH+. По всем вопросам, возникающим по работе с системами FLASH+, обращайтесь в представительства компании:

Biotage UK, LTD

15 Harforde Court, John Tate Road

Foxholes Business Park

Hertford, Herts SG 13 7NW

+ 44 (0) 1992 501535

Biotage Technical Service

P.O. Box 8006

Charlottesville, VA., U.S.A. 22906-8006

434-979-2319

1-800-446-4752 (Toll Free)

Email: support@biotage.com

Biotage Japan Ltd

K.S. Bldg, 7F 1-31-11

Kichijojihon-cho, Musashino-shi,

Tokyo 180-0004, Japan

81-422-28-1233