

STRUČNÝ NÁVOD NA OBSLUHU A ÚDRŽBU

FLASH CHROMATOGRAPH
PuriFlash 535-XL Gen 5

Ver. 1

Chromservis s.r.o.
Jakobiho 327
109 00 Praha 10 – Petrovice
Česká republika

Chromservis SK s.r.o.
Nobelova 34
831 02 Bratislava
Slovenská republika

©Chromservis s.r.o. 2021

Před spuštěním přístroje se podrobně seznámte s tímto návodem pro obsluhu.

1. Popis

Flash chromatograf puriFlash 535XL je přístroj pro flash purifikaci který umožňuje čerpání mobilních fází z jedné až čtyř lahví s rozpouštědly tvořících gradient, nástřik kapalných nebo pevných vzorků a zavedení roztoku do separační kolony. UV detektor měří absorbanci roztoku a poté lze frakce sbírat pomocí sběrače frakcí.



Flash chromatograf je ovládaný pomocí dotykového displeje, který je umístěn na čelní straně přístroje a plně nahrazuje klávesnici a myš. Přístroj je vybaven držákem kolony na kterou je možné přímo připojit předkolonu.

1.1. Detektor

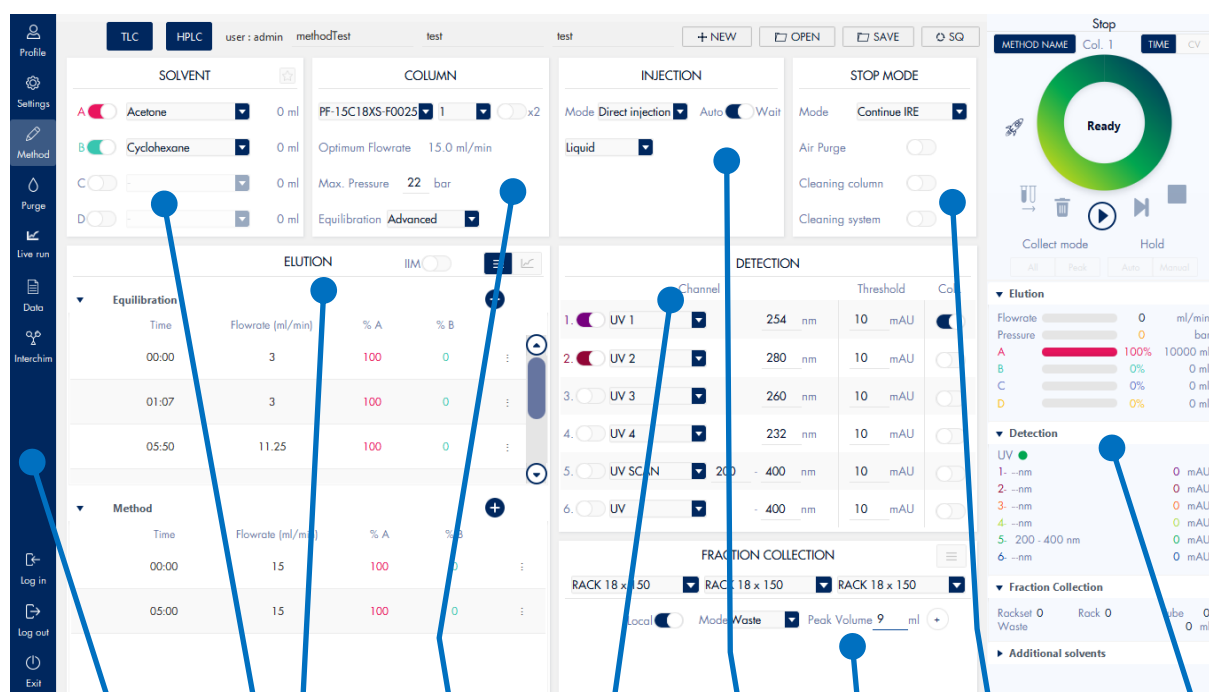
UV detektor měří množství záření v dané vlnové délce, v rozsahu 200-400 nm nebo 200-800 nm pro detektor UV extended, absorbovaného roztokem procházejícím komorou. UV detektor je umístěný na pravé straně přístroje s jednoduchým přístupem – odklopením krytu přichyceného magnety.

2. Ovládání

Flash chromatograf je plně řízený SW InterSoftX, který je nainstalovaný na integrovaném PC. Uživatelské rozhraní je prostřednictvím dotykového displeje.

2.1. Tvorba purifikační metody

K vytvoření a používání metody pro čištění vzorků slouží dialogové okno Method:



Lišta dialogových
oken

Nastavení
rozpouštědel

Eluční tabulka

Nastavení kolony

Definice signálů

Definice
dávkování vzorku

Nastavení sběru
frakcí

Nastavení
ukončení metody

Stavový pruh

V okně SOLVENT je možné nadefinovat kvarterní gradient. Z databáze rozpouštědel vyberte požadované rozpouštědlo na pozici A, B, C nebo D a posuvník u abecedního označení rozpouštědla posuňte doprava. Tím se aktivuje použití daného rozpouštědla v metodě.

Position	Solvent	Volume	Additive
A	Cyclohexane	439 ml	No
B	Ethyl acetate	36 ml	No
C	Dichloromethane	0 ml	Yes
D	Methanol	0 ml	No

Dialogové okno COLUMN je určeno pro výběr purifikační kolony a kolony Dryload se vzorkem. Kolony je nutné nadefinovat výběrem z knihovny kolon. Knihovnu lze v nastavení omezit filtrem, aby se v nabídce zobrazovaly pouze kolony, se kterými pracujete.

Parameter	Value
Column	CT-201-AF0004
Number of Columns	1
Multiplier	X2
Optimum Flowrate	15.0 ml/min
Max. Pressure	22 bar
Equilibration	Optimum (00:06:35)

Okno INJECTION slouží k nastavení dávkování vzorku. Vzorek lze dávkovat (v závislosti na konfiguraci přístroje) několika způsoby:

- adsorbováním vzorku na kolonku a následnou elucí (automaticky nebo manuálně)
- nastříknutí vzorku stříkačkou dávkováním přes dávkovací smyčku
- externím čerpadlem (při velkém objemu vzorku)

Parameter	Value
Mode	Injection valve
Auto/Wait	Auto (selected)
Dryload	Dryload
Dryload ID	PF-DLE-F0004

Při dávkování vzorku je důležité správné nastavení režimu WAIT nebo AUTO. WAIT znamená, že přístroj se po kondicionování kolony zastaví a vyzve uživatele k nadávkování vzorku. Režim AUTO tuto výzvu nedělá a pracuje kontinuálně.

Dialogové okno ELUTION obsahuje vlastní metodu eluce, a to jak pro kondicionování (Equilibration) nebo pro vlastní purifikaci (Method). Kondicionování může probíhat v následujících režimech:

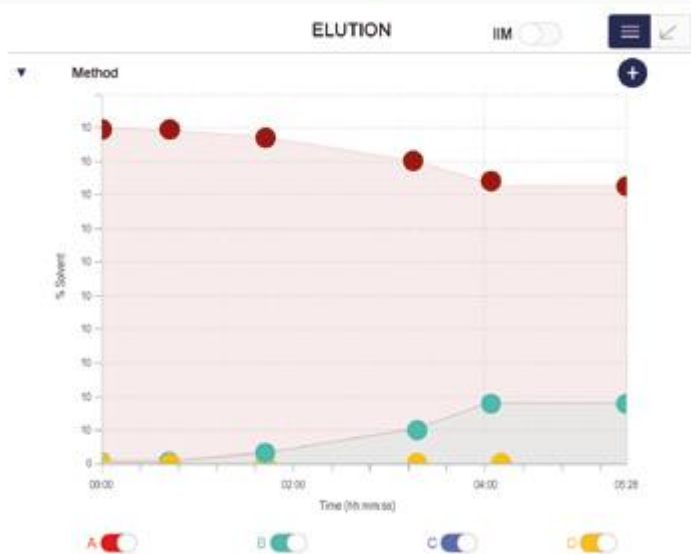
- Automatic (automaticky nastavené podle použité purifikační kolony)
- Advanced (automaticky nastavené podle použité purifikační kolony s možností editace)
- Free (zcela volně nastavitelné uživatelem)
- None (bez kondicionování)

Metodu lze tvořit v tabulce nebo graficky (přepínací ikony jsou umístěny v pravém horním okně dialogového okna ELUTION). Řádky metody lze přidávat tlačítkem +. V tabulce se hodnoty mění přímo kliknutím na daný parametr, v grafickém zobrazení posouváním počátečního/koncového bodu gradientu.

ELUTION IIM ☐

Method +

Time	Flowrate (ml/min)	%A	%B	%C	%D
00:00	75	99.5	0.5	0	0
00:43	75	99.2	0.8	0	0
01:43	75	97.1	2.9	0	0
03:18	75	89.7	10.3	0	0
04:10	75	82.2	17.8	0	0
05:28	75	82.2	17.8	0	0



Dialogové okno DETECTION umožňuje:

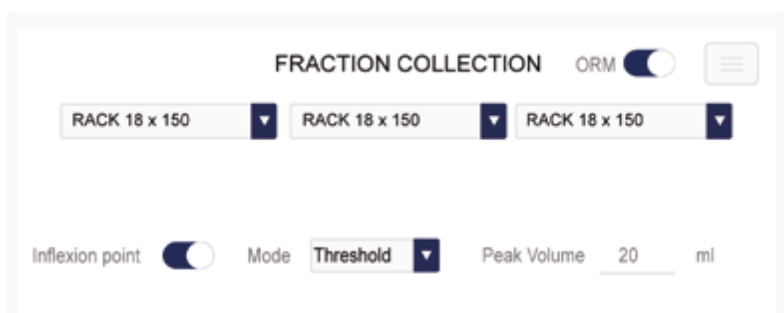
- Zobrazení až 6 paralelních signálů (aktivují se posuvníkem vedle pořadového čísla signálu).
- Nastavení vlnové délky pro DAD detektor (v signálu Scan lze definovat rozsah vlnových délek)
- Nastavení hodnoty Threshold, která definuje, nad jakou hranicí daného signálu se sbírají frakce
- Aktivovat signál, podle kterého se sbírají frakce (posuvníkem vedle hodnoty Threshold).

DETECTION					
	Channel		Threshold	Coll.	
1.	<input checked="" type="checkbox"/> UV	254 nm	10 mAU	<input checked="" type="checkbox"/>	
2.	<input checked="" type="checkbox"/> UV	260 nm	10 mAU	<input type="checkbox"/>	
3.	<input checked="" type="checkbox"/> UV	280 nm	5 mAU	<input type="checkbox"/>	
4.	<input checked="" type="checkbox"/> UV	230 nm	10 mAU	<input type="checkbox"/>	
5.	<input checked="" type="checkbox"/> UV SCAN 200	400 nm	10 mAU	<input type="checkbox"/>	
6.	<input type="checkbox"/>	400 nm	400 nm	<input type="checkbox"/>	

Okno FRACTION COLLECTION zobrazuje zásobníky zkumavek, jejich velikosti a způsob sběru frakcí.

Frakce lze sbírat podle těchto kritérií:

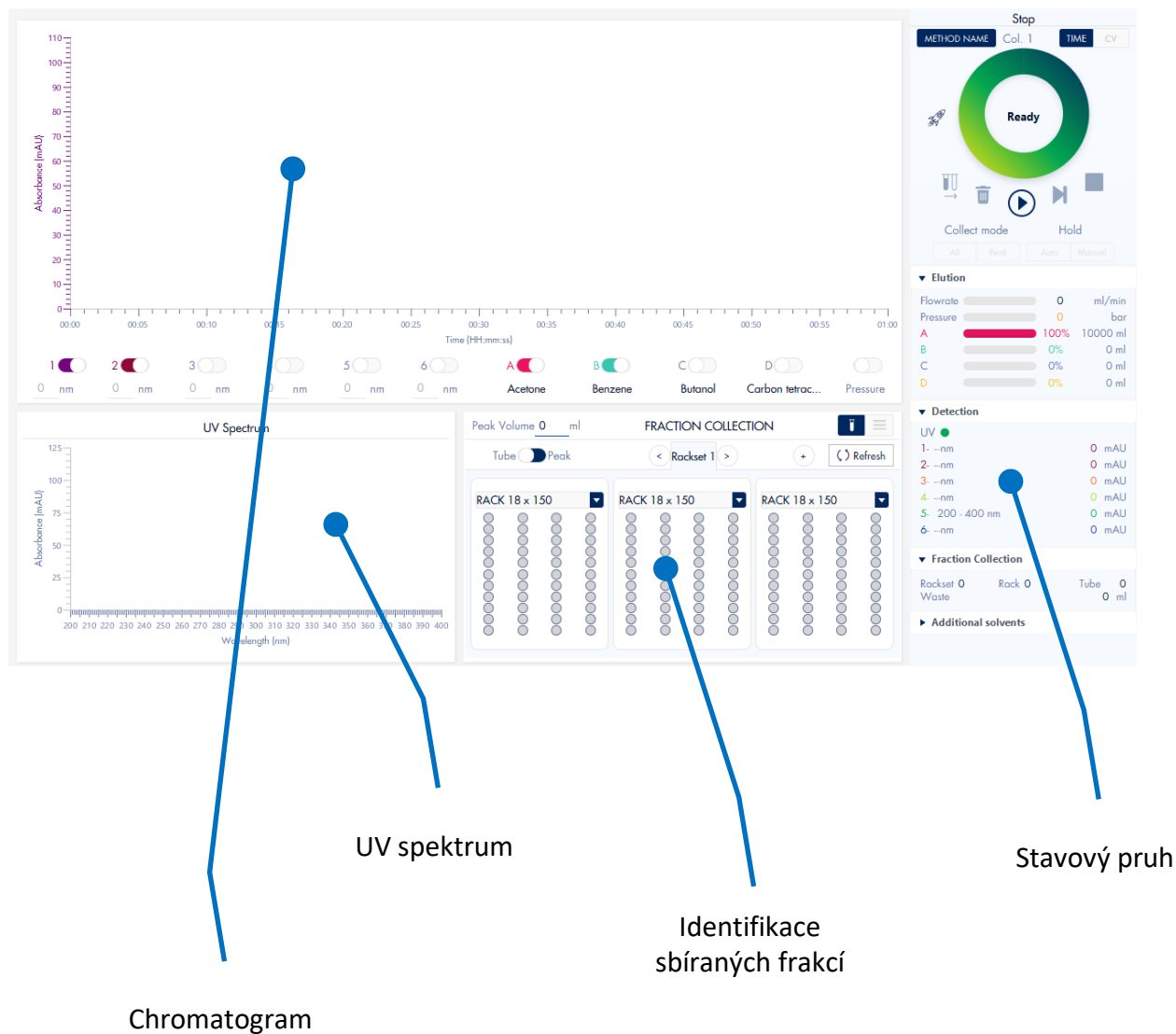
- All (všechny frakce bez ohledu na signál). V tomto režimu lze definovat maximální objem plnění zkumavky
- Tabulkou s časovou osou a objemy frakcí, které uživatel požaduje
- V závislosti na průběhu signálu. Sbírají se pouze frakce nad limitní hodnotou Threshold. Je-li zaškrtnuto Local, znamená to, že dojde-li nad limitní hodnotou signálu k identifikaci dalšího píku, sběrač frakcí automaticky přepne sběr do další zkumavky.



Stavové okno zobrazuje průběh purifikace s časem, eluční podmínky, jednotlivé hodnoty signálů detektorů a sběr frakcí s jejich identifikací včetně zobrazení nasbíraného objemu. V této části lze i přepínat mezi zobrazením CV (objem kolony) a TIME (retenční čas).

2.2. Zobrazení chromatogramu



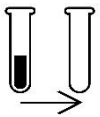



Okno Live run zobrazuje průběh purifikace.



V průběhu purifikace systém zobrazuje chromatogram, on-line UV spektrum a přehled sbíraných frakcí včetně číselného a barevného kódování. Číselné kódování využívá systém značení „R.T“, kde R označuje číslo zásobníku (rack) a T zobrazuje pořadové číslo zkumavky (tube).

Uživatel může zapínat/vypínat zobrazované signály detektorů a současně i gradientu mobilní fáze.

Ve stavovém pruhu jsou ikony, které mají následující funkce:

	Ukončí sběr frakcí a rozpouštědlo bude nasměřováno do odpadu
	Automaticky zvýší průtok v závislosti na použité koloně a mobilní fázi (je-li aktivní funkce Boost&Go) nebo zvýší/sníží průtok o definovanou hodnotu.
	Pokud systém nesbírá frakce, kliknutím na tuto ikonu spustíte ručně sběr frakcí. Pokud chromatograf sbírá frakce, kliknutím na tuto ikonu posunete sběr do následující zkumavky.
	Tato ikona spouští metodu.
	Kliknutím na tuto ikonu metodu zastavíte.
	Tato funkce slouží k přidržení gradientu. Je vhodná v případě, kdy dochází k eluci čištěné sloučeniny.

3. Převod metody z TLC

K převodu metody slouží aplikace „TLC to Flash“. Tu lze stáhnout v obchodech Google Play a App Store. Po jejím nainstalování postupujte podle průvodce. Pořizujete-li fotografii TLC desky, musí být fotoaparát kolmo k destičce, aby nedošlo ke zkreslení retenčních faktorů.

Na závěr vás průvodce vyzve k odeslání metody do Flash chromatografu. Aby tato funkce proběhla, musíte mít spárovaný telefon s chromatografem (komunikace Bluetooth).

4. Údržba

V rámci provozu přístroje doporučujeme dodržovat tyto zásady:

- Na začátku purifikace zkontrolujte, nedochází-li někde k úniku kapaliny
- Po ukončení purifikace systém propláchněte mobilní fází, aby nedošlo ke krystalizaci sloučenin uvnitř systému
- Používáte-li vlastní naplněné kolonky, nezapomeňte je zadat do databáze kolon v SW a nadefinovat maximální použitelný tlak a optimální průtok.

5. Servis

Záruční a pozáruční servis zajišťuje servisní středisko Chromservis s.r.o. V případě závady kontaktujte naše servisní pracovníky pomocí formuláře na www.chromservis.eu.