DAICEL
The Best Solution for You

CHIRALPAK® CBH
色谱柱使用手册

请在使用前仔细阅读本《使用手册》

色谱柱描述

填料	硅胶表面共价键合纤维素二糖水解酶
粒径	5μm
接口	Waters type
出厂保存溶剂	水/异丙醇 (85/15 v/v)

所有色谱柱在出厂前都经过检测。检测条件、结果及批号请查阅《出厂检测报告》。

应用范围

CHIRALPAK® CBH 对于碱性化合物有非常好的手性选择性，包括：

- 一级胺和二级胺
- 非离子型化合物 (酰胺，酯，醇，亚砜等)

对酸性化合物，建议使用 CHIRALPAK®AGP 和 CHIRALPAK®HSA。

操作条件

流动相方向	色谱柱标签上的指示
pH 范围	4.0 - 7.0
柱温①	20 - 30 ℃
缓冲溶液浓度	≤ 100mM，通常 10-20mM
有机相比例	0-15% （体积比）
添加剂浓度	≤ 10mM

☞ 说明：HPLC 规格的压力内操作，色谱柱填料稳定。
给定柱温下，柱后压与流速是线性关系。
对于一些难分离的对映体，推荐使用更长的色谱柱。
使用微径柱时，应尽量优化 HPLC 色谱仪，减小死体积。

① 使用比推荐温度更高的柱温，会影响色谱柱使用寿命。

操作过程

A – 流动相起始条件

	中性 化合物	碱性 化合物
常规起始条件	**10mM 乙酸铵缓冲液 (pH 5.8)❶ / 异丙醇 = 95 / 5 (v/v)**	

❶ 缓冲溶液的配制请见**“B”部分。**

Daicel Chiral Technologies (China) CO.,LTD.

B – 缓冲溶液配制 – 举例

➢ *10mM 乙酸铵缓冲液配制 (1L):*

1. 称取 770.8 mg 乙酸铵 (CH_3COONH_4，纯度 > 99%) 至烧杯中。
2. 加入 800mL 色谱级水来溶解该盐，室温下(20-25℃)放置一段时间。
3. 使用经稀释的乙酸或氨水来调节 pH 值至目标值。
4. 将溶液用 0.22 µm 滤膜过滤到有刻度的容量瓶中。
5. 加水至容量瓶满刻度线，盖好瓶塞摇动，使溶液混合均匀。

如果缓冲溶液需要与有机相混合，通常按体积比混合的，最好选择有刻度的容量瓶或移液管来量取。

混合后，将流动相放置在超声仪中超声脱气。

C – 流动相

微生物在不含或含低比例有机相的流动相中较易滋生。这样的流动相需现配现用。

❖ *缓冲溶液*

通常地，乙酸铵缓冲液的浓度是10-20mM，最高是100mM。也可以使用其他缓冲溶液，比如磷酸钠或磷酸钾溶液，乙酸钠溶液，甲酸盐或柠檬酸盐溶液。注意，用LC-MS检测时，要选择适合的缓冲溶液。

❖ *有机相*

异丙醇是最常用的，除此之外，还有甲醇、乙醇和乙腈。这些有机溶剂的洗脱强度顺序是：异丙醇＞乙醇≥乙腈＞甲醇。

❖ *添加剂*

无需使用添加剂。

D – 样品

样品进样量应尽量小。建议浓度在0.2mg/mL 以下，进样体积5-10 µL。

尽量用流动相来溶解样品。如果不能溶解，可适当增加有机相的比例。样品溶液需经近似0.5 µm滤膜过滤以确保使用前无沉淀。

注意: 样品用100%或高比例的有机相溶解可能会导致在线析出。
化合物没有完全溶解不能进样。

色谱柱保养/维护

- 为延长柱子使用寿命，强烈建议使用保护柱。
- 如果色谱柱被污染，将色谱柱反接（不连接检测器），用含 2.5 mM EDTA (乙二胺四乙酸)钠盐的流动相来冲洗色谱柱。如仍无改善，用 10mM 磷酸缓冲液（pH3.5）/异丙醇 85/15 (v/v)低流速（例如对 4mm 内径的色谱柱推荐 0.5mL/min）反接色谱柱冲洗 1 小时。
- 色谱柱从液相仪器上取下前，需用不含任何盐或缓冲溶液的流动相（例如水/异丙醇 90:10 (v/v)）冲洗。
- 色谱柱保存溶液，推荐使用水/异丙醇 85/15(v/v)。
  短时间保存，可置于室温 (<30℃)下。
  长时间保存，需放置在冰箱内冷藏。

注意事项

⇨**本《使用手册》不适用于其他的大赛璐手性柱。**

建议使用 CHIRALPAK® CBH 专用保护柱，可减轻分析柱被一些对固定相有强保留的颗粒或杂质的污染。保护柱需定期更换，尤其是做生物样品分析。

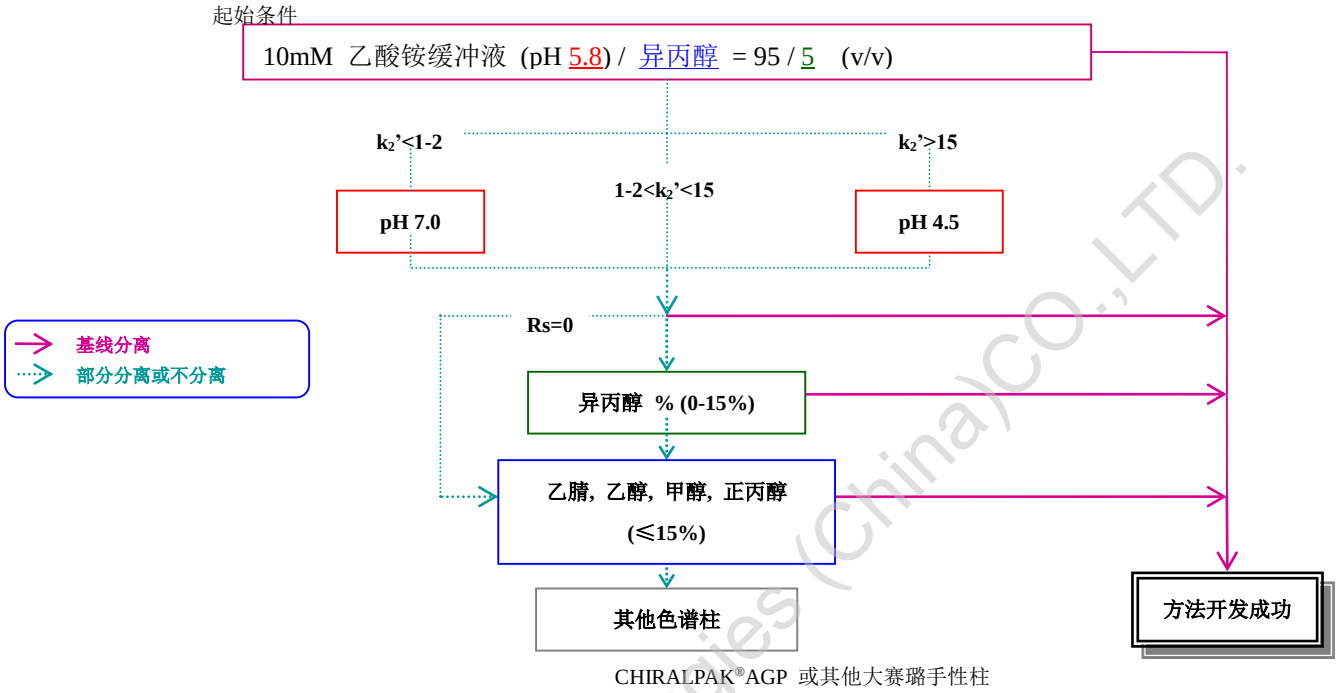
严格按照《使用手册》使用色谱柱，可延长色谱柱使用寿命。

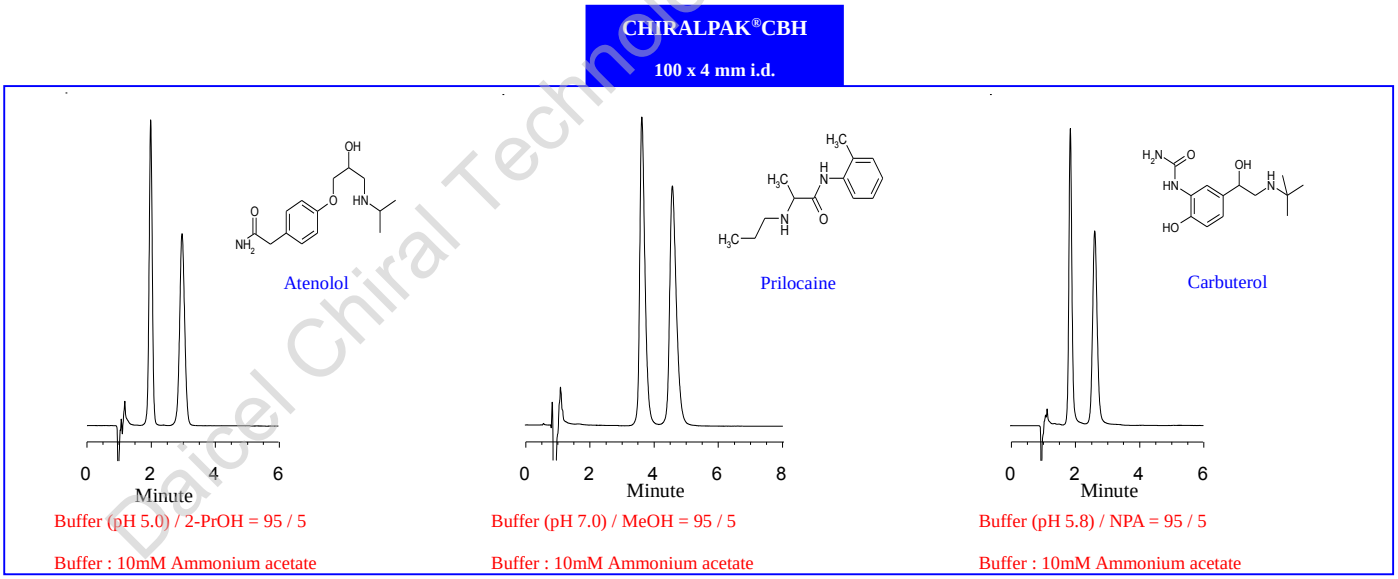
⇨如您在手性柱使用中有任何疑问，请联系我们(chiral@dctc.daicel.com)。

Daicel Chiral Technologies (China) CO.,LTD.

方法开发

以下是方法开发与优化的流程图。





产品列表

Column Name	Ref.	Product Type	Internal Diameter (mm)	Column Length (mm)
CHIRALPAK®CBH	33791	Guard cartridge (x2)	2.0	10
	33781		3.0	10
	33711		4.0	10

Daicel Chiral Technologies (China) CO., LTD.

Column Name	Ref.	Product Type	Internal Diameter (mm)	Column Length (mm)
	33792	Analytical	2.0	50
	33793		2.0	100
	33794		2.0	150
	33782		3.0	50
	33783		3.0	100
	33784		3.0	150
	33712		4.0	50
	33713		4.0	100
	33714		4.0	150
	33733	Semi-Prep	10	100
	33734		10	150

换算表

- 色谱柱内径/流速

柱内径(mm)	2.0	3.0	4.0	10
流速(ml/min)	0.23	0.51	0.9	5.6

- 压力

MPa	bar	kg/cm^2	psi
1	10	10.197	145.038
0.1	1	1.020	14.504
9.807×10^{-2}	0.981	1	14.223
6.895×10^{-3}	6.895×10^{-2}	7.031×10^{-2}	1

严格按照《使用手册》使用色谱柱，可延长色谱柱使用寿命。

本《使用手册》不适用于其他的大赛璐手性柱

若您在手性柱使用中有任何疑问，
请联系大赛璐药物手性技术（上海）有限公司（chiral@dctc.daicel.com）。

CHIRALCEL®，CHIRALPAK®，CROWNPAK®和 DAICEL DCpak®是
大赛璐公司（DAICEL CORPORATION）的注册商标。

Daicel Chiral Technologies (China) CO., LTD.

地址：中国上海市自由贸易试验区荷香路 32 号　邮编：200131
电话：+86-21-5046-0086　传真：+86-21-5046-2321
网址：www.daicelchiraltech.cn