

CHIRALPAK® AD-3R/AS-3R/AY-3R/AZ-3R CHIRALCEL® OD-3R/OJ-3R/OX-3R/OZ-3R 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

项目	CHIRALPAK® AD-3R	CHIRALPAK® AS-3R	CHIRALPAK® AY-3R	CHIRALPAK® AZ-3R
	硅胶表面涂敷有直链淀粉-三	硅胶表面涂敷有直链淀粉-三	硅胶表面涂敷有直链淀粉-三	硅胶表面涂敷有直链淀粉-三
	(3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯)	[(S)-α-甲基苯基氨基甲酸酯]	(5-氯-2-甲基苯基氨基甲酸酯)	(3-氯-4-甲基苯基氨基甲酸酯)
填料	OR O	OR O	OR OR O In R O CH ₃	OR O
出厂保存溶剂	水/乙腈 (60:40 v/v)	水/乙腈 (50:50 v/v)	水/乙腈 (30:70 v/v)	水/乙腈 (20:80 v/v)
项目	CHIRALCEL® OD-3R	CHIRALCEL® OJ-3R	CHIRALCEL® OX-3R	CHIRALCEL® OZ-3R
	硅胶表面涂敷有纤维素-三	硅胶表面涂敷有纤维素-三(4-	硅胶表面涂敷有纤维素-三(4-	硅胶表面涂敷有纤维素-三(3-
	(3,5-二甲基苯基氨基甲酸酯)	甲基苯甲酸酯)	氯-3-甲基苯基氨基甲酸酯)	氯-4-甲基苯基氨基甲酸酯)
填料	OR O	OR OR OCH3	OR OH ₃ ON OH ₃ ON OH ₃ ON	OR O
出厂保存溶剂	水/乙腈 (60:40 v/v)	水/乙腈 (80:20 v/v)	水/乙腈 (30:70 v/v)	水/乙腈 (40:60 v/v)
粒径	3μm			
接头	Waters type			

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》。

注意:

将色谱柱接到色谱仪之前,必须先用合适的溶剂冲洗流路(包括流通阀和定量环)。

有些溶剂(比如丙酮、氯仿、二甲基甲酰胺、二甲基亚砜、乙酸乙酯、二氯甲烷、四氢呋喃),即使存在微量,也会破坏手性固定相。 如果使用的是自动进样器,进样间隔的冲洗液也必须更换成合适的溶剂。

操作条件

流动相方向	色谱柱标签上的指示
压力限制 ^{①②}	30 M pa

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

pH	pH 2.0 ~ pH 9.0
温度	$0\sim40~\mathrm{C}^{\odot}$

☞ 说明: 在 HPLC 规格的压力范围内操作,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,推荐使用长柱。

- ① 最大流速要根据流动相黏度而定(流动相组成),注意不要超过压力值上限(例如 300 Bar)。
- ② 柱后压是指由色谱柱本身引起的压力。其值为总压(液相体系+色谱柱)与液相体系(不接色谱柱时)压力之差。
- ③ pH 大于 7.0 时, 柱温必须保持在 5 ℃~25 ℃ 内。

操作过程

● 如果您想使用下述没有提及的流动相成分,请与我们联系确认。

A - 流动相/适用于紫外(UV)和质谱(MS)检测器

	酸性 (及两性) 化合物	中性 化合物	碱性 化合物 ④	
水相 ●	甲酸水溶液 pH 2.0	水	20mM 碳酸氢铵水溶液 pH 9.0 (碱性添加剂来调节 pH 值) ❶	
有机相 ❷	乙腈,甲醇,乙醇,异丙醇			
常规起始条件 ❸		水相 乙腈	60% 40% ⑤	

FNOTE 1: 如果没有得到较好的分离效果,请尝试补充部分的流动相:

B - 补充流动相/适用于紫外(UV)检测器

	2.0	酸性 (及两性) 化合物	中性 化合物	碱性 化合物 ④
CHIRALPAK® AD-3R CHIRALPAK® AS-3R CHIRALPAK® AY-3R CHIRALCEL® OD-3R CHIRALCEL® OJ-3R CHIRALCEL® OZ-3R	水相 ❶	50~100mM 磷酸盐缓冲液 pH 2.0 或 pH 2.0 磷酸水溶液 或 100mM 六氟磷酸钾 (或六氟磷酸 钠)水溶液 pH 2.0 (磷酸调节 pH 值)	水	20mM 硼酸盐缓冲液 pH 9.0 或 20mM 磷酸盐缓冲液 pH 8.0 或 100mM 六氟磷酸钾 (或六氟磷 酸钠)水溶液
CHIRALCEL® OX-3R	有机相 ❷	乙腈,甲醇,乙醇,异丙醇		
2	常规起始条件 ❸	水相乙腈		60% 40% S
CHIRALPAK® AZ-3R	水相 ❶	50~100mM 磷酸盐缓冲液 pH 2.0 或 pH 2.0 磷酸水溶液 或 100mM 六氟磷酸钾 (或六氟磷酸 钠)水溶液 pH 2.0 (磷酸调节 pH 值)	水	20mM 硼酸盐缓冲液 pH 9.0
	有机相 ❷	乙腈,甲醇,乙醇,异丙醇		. 諄
	常规起始条件 ❸	水相 乙腈		60% 40% S

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

♥ NOTE 2: 所有缓冲盐溶液的浓度必须低于 500mM。

- 水相溶液的配制及碱性添加剂的选择请参考"C"部分。
- ❷ □ 建议优先考虑乙腈。
 - □ 在这些色谱柱上,有机相洗脱能力的顺序:乙腈>乙醇>甲醇:50%乙腈≈65~70%乙醇≈75~80%甲醇。
 - □ 未考察过其他有机相溶剂,如使用,可能会损伤色谱柱。
 - □ 使用醇作为有机相会比用乙腈柱压高,因为醇和水混合的黏度大。
- □ 保留时间可通过改变乙腈的比例来调节。乙腈在流动相中的比例对保留时间影响很大。
 - □ 降低柱温会延长保留时间,增强手性选择能力。
- □ 用碱性流动相分析时,使用保护柱可延长色谱柱使用寿命。
 - □ 禁止使用 pH 大于 9 的强碱性流动相,否则会损伤硅胶填料。
 - □ 如使用 pH 大于 7 的流动相, 为使色谱柱达到最大使用寿命, 请在 5~25℃柱温下使用
- ⑤ 高比例的有机相可能会导致益在流动相中析出,堵塞柱子(推荐的流动相比例请见如下表格)。

水相 / 有机相 90 / 10 ~ 0 / 100

C-缓冲盐溶液的配制 - 举例

▶ pH2 磷酸盐缓冲溶液的配制:

溶液 A: 50mM 磷酸二氢钾溶液

3.40g KH₂PO₄ / FW 136.09, 色谱级纯水溶解并定容至 500ml

溶液 B: 磷酸 (H₃PO₄ 85% by weight)

使用 B 相来调节 A 相至 pH2.0

▶ pH9 碳酸氢铵缓冲溶液的配制:

溶液 A: 20mM 碳酸氢铵溶液

 $0.78g~NH_4HCO_3$ / FW 78.05,色谱级纯水溶解并定容至 500ml

溶液 B: 碱性添加剂,比如二乙胺 (DEA),三乙胺 (TEA),氨水 (NH₃)等。

* 使用二乙胺 (DEA) 调节pH 值, 出峰的峰形比用其他碱好。

使用 B 相来调节 A 相至 pH9.0

▶ pH9 硼酸盐缓冲溶液的配制:

溶液 A: 20mM 四硼酸钠溶液

3.81g Na₂B₄O₇·10H₂O / FW 381.37, 色谱级纯水溶解并定容至 500ml

溶液 B: 20mM 硼酸水溶液

0.62g H₃BO₃ / FW 61.83, 色谱级纯水溶解并定容至 500ml

使用 B 相来调节 A 相至 pH9.0

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。
- □ 样品需用流动相来溶解,流动相和样品溶液需经 0.5μm 滤膜过滤以确保在使用前无任何沉淀。
- □ 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/乙腈 60:40 (v/v))将盐彻底置换。

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

- □ 如果色谱柱上吸附了一些没有洗脱的化合物,先用不含任何盐或缓冲溶液的流动相冲洗,再用 100% 乙腈以 0.3 ml/min 的流速冲洗 2 个小时。如果残留物更易溶解于甲醇中,则将上述冲洗溶剂换成甲醇。
- □ 在将色谱柱切换至 100% 乙腈或甲醇前,必须把液相系统和色谱柱中的盐置换完全。
- □ 使用水/乙腈 60:40 (v/v) 来保存色谱柱。

注意事项

- ⇒强碱性的添加剂或样品溶液不能进色谱柱,以免破坏色谱柱硅胶。
- ⇒本《使用手册》不适用于其他的大赛璐手性柱。

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)。

换算表

□ 色谱柱内径/流速

柱内径(mm)	2.1	3.0	4.6	10	20	30
流速(ml/min)	0.21	0.43	1.0	4.7	19	43

互 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。

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