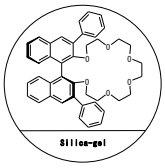
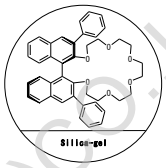
DAICEL
The Best Solution for You

CROWNPAK® CR(+) / CR(-)

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	CROWNPAK® CR(+)	CROWNPAK® CR(-)
填料	硅胶表面涂敷 (S)-18-冠-6 醚 	硅胶表面涂敷 (R)-18-冠-6 醚 
粒径	5μm	
接头	Waters type	
出厂保存溶剂	水/甲醇 (95:5 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》。

注意

使用CROWNPAK® CR(+) / CR(-) 需特别注意溶剂使用限制。

如果在该色谱柱使用了不恰当的分析条件，会导致固定相性能的急剧下降或使色谱柱失去保留能力。必须要避免纯有机溶剂的状态。

在色谱柱连接到液相仪器前，整个液相体系（包括进样器及定量环）必须先用乙醇冲洗，然后再用 100%蒸馏水冲洗。

手性识别机理

CROWNPAK® CR(+) / CR(-) 的手性识别机理：在酸性条件下，样品质子化成铵离子（- NH_3^+），与冠醚形成可逆复合物。冠醚柱用于分离氨基酸及手性中心上有伯胺基团的化合物。

在 CROWNPAK® CR(+)上，D-构型氨基酸先出峰。
在 CROWNPAK® CR(-)上，D-构型氨基酸后出峰。

操作条件

流动相方向	色谱柱标签上的指示
压力限制①②	15MPa
pH	pH 1.0 ~ pH 9.0
柱温	-5 ~ 50 ℃③

☞ 说明：在 HPLC 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 推荐值可延长色谱柱使用寿命，但色谱柱耐受至 200Bar 的压力。

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 通常，温度越低，分离度越大。尤其对亲水性样品。对一些疏水性样品，在较低温度下样品会在色谱柱上强保留。

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

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

本色谱柱需在以下的酸性条件下使用。

	高氯酸水溶液❶	高氯酸水溶液❶ / 甲醇❷
CROWNPAK® CR(+) / CR(-)	100%	100/0 ~ 85/15 **(甲醇的最大比例为 15%)**

❶ ⇨ 通常流动相的pH范围：pH 1 ~ pH 2 (在pH 9以内色谱柱是稳定的)。
⇨ pH越低，分离度越好；但是色谱柱使用寿命也越短。选择刚好能满足分离的pH值能延长色谱柱使用寿命。
⇨ 降低温度也能增加手性选择性。
⇨ 还可以使用其他的酸，比如硝酸和三氟乙酸。但一般推荐用高氯酸，在多数情况下，分离度更好，紫外吸收也很低。

❷ ⇨ 为缩短疏水性化合物的保留时间，可以在流动相中加些甲醇（15%）。
甲醇的比例超过15%或者使用其他有机相，极易损伤色谱柱填料。

B – 流动相配制举例

a) pH = 1.0
称取市售浓度为70%的高氯酸16.3g，用去离子水稀释并定容至1L。
b) pH = 2.0
量取100 mL pH 1.0的高氯酸水溶液，用去离子水稀释并定容至1L。
c) pH = 1.5
量取316 mL pH 1.0的高氯酸水溶液，用去离子水稀释并定容至1L。
d) pH = 1.3
量取500 mL pH 1.0的高氯酸水溶液，用去离子水稀释并定容至1L。

说明： *- 流动相需完全脱气或用氦气彻底纯化。*
- 疏水性化合物在柱上的容量因子取决于样品本身，比亲水性化合物出峰时间晚很多。但样品在色谱柱上出峰早且分离度小，可以通过降低流动相的pH值（及柱温）来优化。
- 尽管钾盐不会损伤色谱柱，但它会使柱子彻底失去手性选择能力。我们使用流动相及样品时必须确保无钾盐。

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。
- 样品必须用纯水溶解，并经接近 0.5μm 孔径的滤膜过滤。在配制样品溶液时，如果甲醇的比例超过 15%，也会对色谱柱造成不可逆的损伤。
- 样品浓度太高，进样后会引起柱效降低。
  样品浓度只需有 10^{-8} ~ 10^{-7} mol，即能看到紫外响应。
- **实验结束后，请用蒸馏水冲洗色谱柱。**
  长期保存(1 周以上)，塞好堵头，置于冰箱冷藏 (3-6 ℃)，避免微生物污染色谱柱。
- 如果出现裂峰 (长期使用后)，将色谱柱反接，用纯水冲洗。但一般不建议反接冲洗。

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。

Daicel Chiral Technologies (China) CO., LTD.

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

- 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

CROWNPAK® CR(+)分离氨基酸实例

Examples of Amino Acids

DL-Amino acid	$HClO_4$ (pH)	F.R. (mL/min)	Temp. (℃)	k_D'	k_L'	α	Rs
Alanine	1.5	0.4	25	0.38	0.70	1.86	3.17
Valine	1.5	0.4	0	1.09	1.64	1.51	3.47
Norvaline	2.0	0.8	25	0.69	1.17	1.69	2.74
Leucine	2.0	0.8	25	1.44	2.39	1.67	3.73
Norleucine	2.0	0.8	25	1.76	2.91	1.66	3.38
Isoleucine	2.0	0.4	0	1.76	2.79	1.58	4.29
tert-leucine	2.0	0.4	0	2.06	2.26	1.10	0.7
Phenylalanine	2.0	0.8	25	3.88	4.93	1.27	2.80
DOPA	2.0	0.8	25	2.88	3.67	1.28	2.47
Methionine	2.0	0.8	25	1.05	2.10	2.00	5.87
Ethionine	2.0	0.8	25	2.43	4.68	1.93	6.03
Phenylglycine	2.0	1.0	40	1.06	2.49	2.35	7.14
Serine	1.5	0.4	0	0.48	0.85	1.75	3.04
Threonine	2.0	0.4	0	0.39	1.00	2.58	4.20
Cysteine	1.5	0.4	25	0.44	0.74	1.67	3.31
Tyrosine	2.0	0.8	25	2.88	3.67	1.28	2.47
Asparagine	1.5	0.4	0	0.53	0.90	1.69	3.15
Glutamine	2.0	0.4	25	0.25	0.53	2.13	3.11
Aspartic acid	2.0	0.4	0	0.61	1.23	2.01	4.07
Glutamic acid	2.0	0.4	25	0.33	0.92	2.81	5.32
Ornithine	1.5	0.4	25	0.65	0.97	1.49	2.82
Lysine	1.5	0.4	25	1.18	1.50	1.26	2.20
Arginine	1.5	0.8	25	0.65	1.43	2.21	5.18
Citrulline	1.5	0.4	25	0.43	0.94	2.18	3.97
Proline	1.5	0.4	0	0.73	0.73	1.00	----
Histidine	1.5	0.4	0	0.90	1.64	1.82	5.28
Tryptophane	2.0	1.2	25	18.45	21.94	1.19	2.22

Sample Loda: 10^{-7}～10^{-8}mol Detection: UV200nm

These data are not guaranteed.

Analytical Conditions of Amino Acids (aq. $HClO_4$)

DL-Amino acid	pH2.0			pH1.5		pH1.0
	25℃	15℃	0℃	25℃	0℃	25℃
Alanine	P	C	C	C	C	
Valine	P	P	C	P	C	C
Norvaline	C	C	C	C	C	
Leucine	C	C	C	C	C	
Norleucine	C	C	C	C	C	
Isoleucine	A	C	C	C	C	
Phenylalanine	C	C	C	C	C	
DOPA	C	C	C	C	C	
Methionine	C	C	C	C	C	
Ethionine	C	C	C	C	C	
Phenylglycine	C	C	C	C	C	
Serine	U	U	A	U	C	
Threonine	P	A	C	A	C	
Cysteine	A	C	C	C	C	
Tyrosine	C	C	C	C	C	
Asparagine	U	U	P	P	C	A
Glutamine	C	C	C	C	C	
Aspartic acid	P	A	C	P	C	
Glutamic acid	C	C	C	C	C	
Ornithine	P	A	C	C	C	
Lysine	P	A	C	C	C	
Arginine	A	C	C	C	C	
Citrulline	A	C	C	C	C	
Proline	U	U	U	U	U	
Histidine	U	P	P	P	C	A
Tryptophane	C	C	C	C	C	

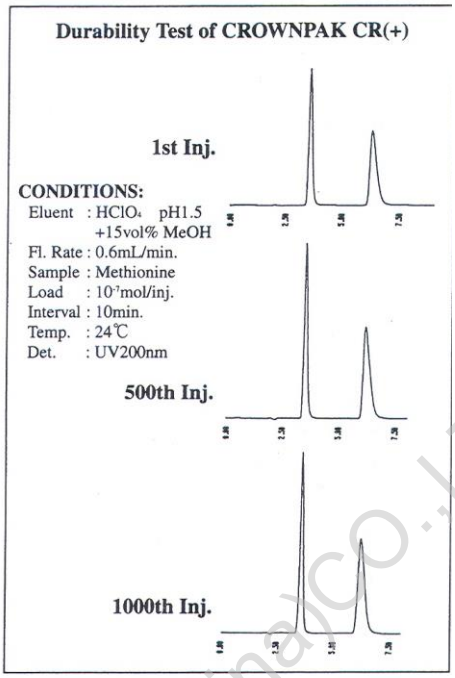
C : Completely resolved. (2≦Rs)
A : Almost completely resolved. (1.5≦Rs＜2)
P : Partially resolved. (Rs＜1.5)
U : Unresolved.

Daicel Chiral Technologies (China) CO., LTD.

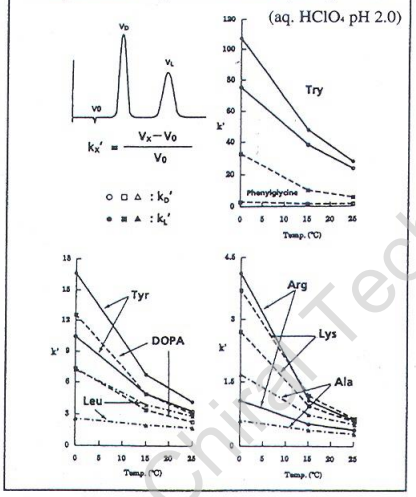
Examples of Amines and Aminoalcohols

Amines and Aminoalcohols	Eluent	Temp (℃)	Det.	k1′	α
	$HClO_4$ pH 1	1	OPA	2.57	1.10
	$HClO_4$ pH 1	1	OPA	1.84	1.15
	$HClO_4$ pH 2	25	UV	8.44	1.31
	$HClO_4$ pH 1.5	9	UV	21.8	1.17
	$HClO_4$ pH 1	1	OPA	0.67	1.58
	$HClO_4$ pH 1	1	OPA	1.67	1.42
	$HClO_4$ pH 1	1	OPA	1.54	1.30
	$HClO_4$ pH 1	1	OPA	4.19	1.43
	$HClO_4$ pH 2	10	UV	4.19	1.23
	$HClO_4$ pH 2	10	UV	9.07	1.18
	$HClO_4$ pH 1.5	40	UV	18.8	1.39
	$HClO_4$ pH 2	25	UV	0.54	1.83

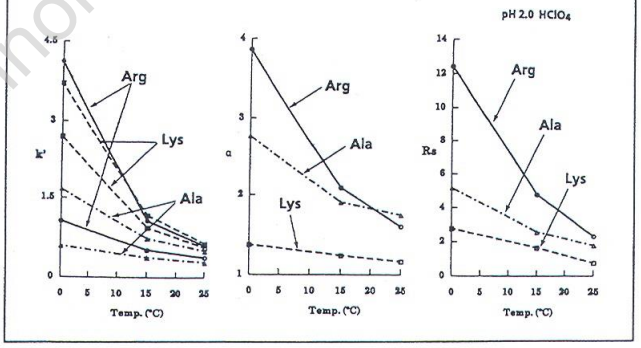
Durability Test of CROWNPAK CR(+)



Temperature dependence of capacity factor



Temperature Effect of CROWNPAK CR(+)



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