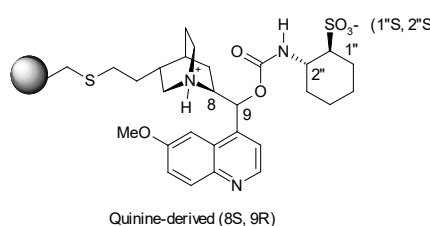
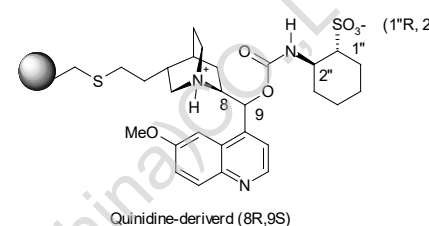


CHIRALPAK® ZWIX(+)/ZWIX(-)

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® ZWIX(+)	CHIRALPAK® ZWIX(-)
填料	硅胶表面键合奎宁 (S,S)-ACHSA(*)衍生物 (*) 反式-2-氨基环己基磺酸  Quinine-derived (8S, 9R)	硅胶表面键合奎尼丁 (R,R)-ACHSA(*)衍生物 (*) 反式-2-氨基环己基磺酸  Quinidine-derived (8R, 9S)
粒径	3µm	
接口	Waters type	
出厂保存溶剂	100% 甲醇	

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》。

本使用手册不适用于其他的大賽璐手性柱

操作条件

	150 x 3 mm i.d.	150 x 4 mm i.d.
	250 x 3 mm i.d.	250 x 4 mm i.d.
流动相方向	色谱柱标签上的指示	
流速	~ 0.2-0.5 ml/min	~ 0.3-1.0 ml/min
柱温	5~45°C	

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。

- 样品需用流动相来溶解, 并经 0.5µm 滤膜过滤。
- 流动相需经合适的滤膜过滤。

操作过程

CHIRALPAK® ZWIX(+) 和 CHIRALPAK® ZWIX(-) 是主要用于分离自由氨基酸的两性离子手性固定相, 对两性手性化合物, 尤其是未经衍生的氨基酸和多肽, 有显著的立体选择性。

CHIRALPAK® ZWIX(+) 和 CHIRALPAK® ZWIX(-) 可用于 LC-MS 检测。可使用那些可适用于 MS 检测的流动相, 这对分析那些



在紫外上响应低的氨基酸有十分重要的意义。

CHIRALPAK® ZWIX(+) 和 CHIRALPAK® ZWIX(-)手性填料是一对类似对映体的关系，所以对映体在两支柱子上的出峰顺序可能是相反的，这两支柱子对不同化合物的立体选择性是不同的。

CHIRALPAK® ZWIX(+) 和 CHIRALPAK® ZWIX(-)可使用所有常规的 HPLC 流动相（如甲醇、乙腈、四氢呋喃、水等）。

筛选优化策略

在两性离子模式下，所有参与离子交换平衡的物质需要在流动相中较好地解离，所以必须要提供能质子化的流动相。

基础流动相：

- ❖ 考虑到其显著的质子化特性，**甲醇能作为 CHIRALPAK® ZWIX(+)和 CHIRALPAK® ZWIX(-)手性分离的基础流动相组成。**
- ❖ 可用甲醇与乙腈或四氢呋喃的不同比例混合来调节流动相洗脱能力大小及化合物的分离度（甲醇≥20% v/v 较好）。甲醇比例越高，保留时间越短。
- ❖ 在流动相中加少量的水（例如 2%）不会影响手性选择，但能有益于 MS 的检测，提高样品溶解度（避免在线析出），在流动相是低比例甲醇时减小拖尾。

添加剂：

- ❖ 由于手性填料分子内的离子效应，流动相中需要加入酸碱添加剂组合。50mM FA(甲酸)+25mM DEA(二乙胺)是两性离子固定相常用的酸碱对，还可以促进流动相的质子化作用。
- ❖ 使用 LC-MS 仪器时，甲酸/二乙胺 (FA/DEA) 应换成甲酸/甲酸铵 (FA/ammonium formate)。应用于 MS 上，推荐起始筛选条件：
甲醇/水 98:2 (v/v) + (25mM 甲酸 + 25mM 甲酸铵)

方法开发：

起始条件 (LC)

- ❖ 流动相：
(1). 甲醇 / 乙腈 / 水 49:49:2 (v/v/v)
50mM 甲酸 (FA) + 25mM 二乙胺^(*)

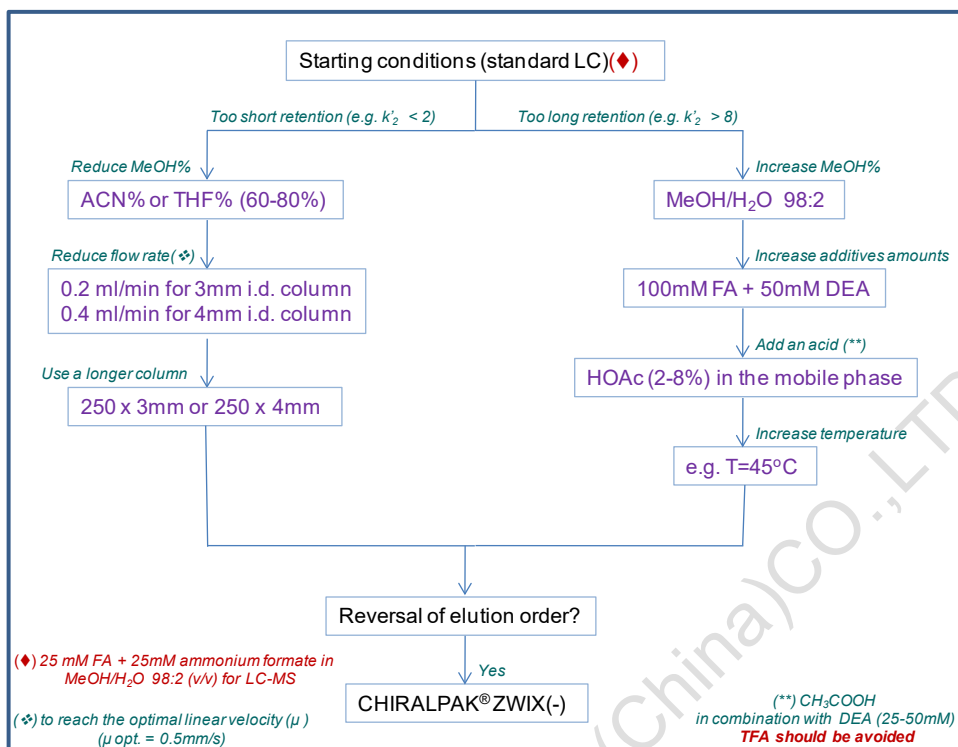
(2). 甲醇 / 四氢呋喃 / 水 49:49:2 (v/v/v)
50mM 甲酸 (FA) + 25mM 二乙胺^(*)

^(*) 加 1.9ml 甲酸和 2.6ml 的二乙胺到 1L 的流动相中

- ❖ 色谱柱和流速: CHIRALPAK® ZWIX(+) 150 x 3mm i.d. / 0.4-0.5 ml/min 或 150 x 4mm i.d. / 0.8-1.0 ml/min
- ❖ 柱温: 25°C



优化策略



色谱柱保养 / 维护

☞ 使用前：

使用前请用 20 倍柱体积(30-40ml)的流动相平衡色谱柱。

☞ 清洗：

可用 100%甲醇或 100%乙腈冲洗柱子，或与水混合（50:50 v/v）来冲洗。

☞ 保存：

用完后用 100%甲醇冲洗（至少 20 倍柱体积），室温下保存。

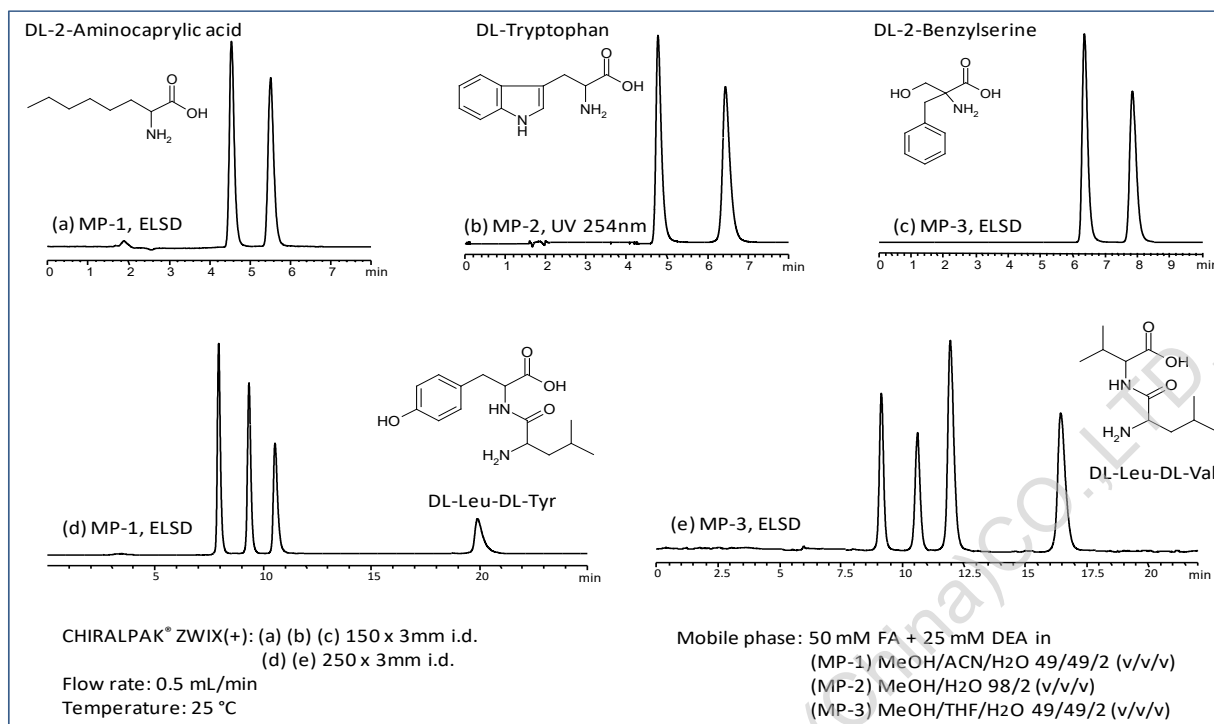
按照本使用手册正确使用，可延长色谱柱使用寿命。

氨基酸分离实例

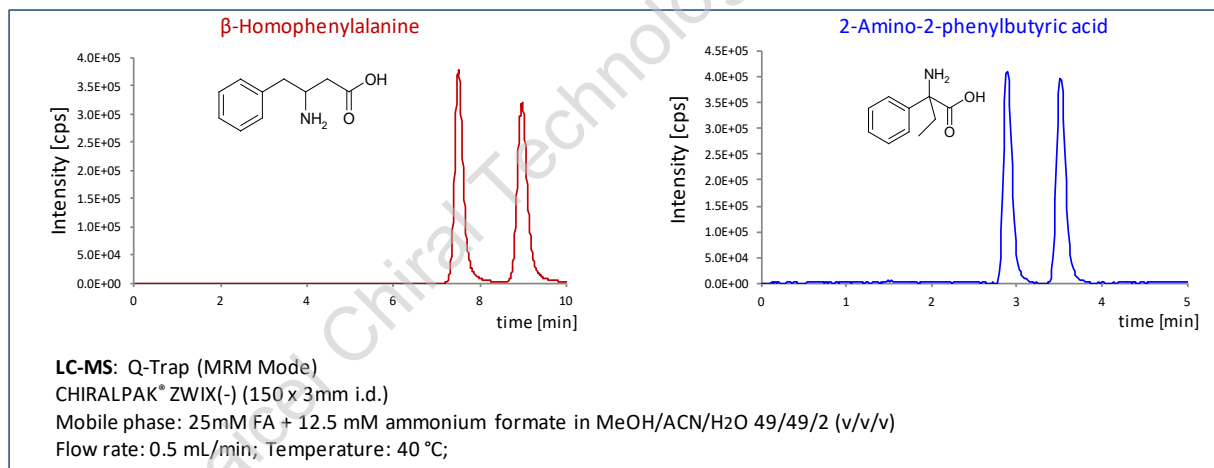
色谱柱: CHIRALPAK® ZWIX(+)/ 3 x 250 mm						
流动相: 甲醇/乙腈/水 49:49:2 (50mM 甲酸 + 25mM 二乙胺); 0.5ml/min; 25°C						
氨基酸	t ₁ (min)	t ₂ (min)	α	Rs	洗脱顺序	检测器
亮氨酸	7.3	8.9	1.36	5.1	L/D	ELSD
甲硫氨酸	8.9	10.0	1.19	3.6	L/D	ELSD
苯丙氨酸	7.9	9.1	1.24	4.1	L/D	ELSD
脯氨酸	6.6	9.8	1.86	12.0	L/D	ELSD
酪氨酸	9.3	11.2	1.29	4.1	L/D	UV 230
苏氨酸	9.1	10.9	1.29	3.5	L/D	ELSD
缬氨酸	7.3	8.8	1.34	4.8	L/D	ELSD



手性分离实例



LC-MS applications



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。**