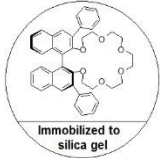
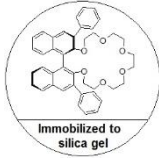




# CROWNPAK® CR-I(+)/CR-I(-)

## 〔高速液体クロマトグラフィー (HPLC) 用〕 カラム 取扱説明書

### ご使用前に必ずお読みください

名 称	CROWNPAK® CR-I(+)	CROWNPAK® CR-I(-)
不斉 識別剤	(S)-18-crown-6 ether (シリカゲル化学結合型) 	(R)-18-crown-6 ether (シリカゲル化学結合型) 
粒子径	5μm	
カラム エンド	パーカータイプ	
出荷時の 封入溶媒	水 / メタノール = 95 / 5 (v/v)	

#### カラムの詳細

(カラムは全て出荷前に品質検査を実施しています。検査条件と検査結果およびカラムロット番号は、同封の品質検査レポートをご参照下さい。)

#### 分析用ガードフィルター

分析用ガードフィルターは、CROWNPAK® CR-I(+)/CR-I(-)共通のガードフィルターとしてご使用いただけます。カラム本体同様にガードフィルターについても、ご使用後は酸を含まない移動相で洗浄して下さい。

この取扱説明書は、本カラムについてのみ有効です。他のカラムには絶対に適用しないで下さい。  
下記のガイドラインに従ってお使い頂ければ、本カラムを長期間安定してお使い頂けます。

#### 不斉識別

CROWNPAK® CR-I(+)/CR-I(-)は、クラウンエーテルが試料のアンモニウムイオン(-NH<sub>3</sub><sup>+</sup>)を包接することで不斉識別を行います。そのため、不斉中心の近傍に第一級アミノ基を持つ化合物の光学分割に有効です。  
CROWNPAK® CR-I(+))を使用した場合、D体アミノ酸が先に溶出します。  
CROWNPAK® CR-I(-)を使用した場合、CROWNPAK® CR-I(+))と溶出順序が逆転します。

#### カラム使用条件

通液方向	カラムのタグに明示されています。
圧力範囲 <sup>①</sup>	カラムを長くお使い頂くため、30MPaを超えない圧力でのご使用をお勧めします。
pH(逆相移動相)	pH 1.0 ~ 7.0
温度範囲	-5 ~ 40 °C

- ① 圧力とは、カラム自体にかかる背圧の最大値のことです。この背圧は、カラムを HPLC 装置に接続し、通液した場合の系内全体の圧力から、同条件でカラムを接続しない場合の系内全体の圧力を差し引いた値になります。
- ② 一般的な流量範囲は、カラムの内径が 3mm の場合、0.1ml/min~1.5ml/min となります。それ以外のサイズの場合は、末尾の換算表を参考に、カラムの断面積比によって流速を調節して下さい。

#### 重要注意事項

- ⇒ **本取扱説明書の内容は、他のダイセルのキラルカラムには適用できません。**
- ⇒ カラムを長くお使い頂くために、専用のガードフィルターをご使用下さい。
- ⇒ カラムに強い衝撃を与えたり、カラムを分解しないで下さい。

⇒ 本カラムの使用に関するご質問、あるいはカラムに関するトラブルについては、キラルヘルプデスク（0120-780-104）または末尾記載の連絡先までお問い合わせ下さい。

⇒ 本書の内容に従いカラムを取扱うことで、カラムを長くお使い頂くことができます。

## ＜移動相について＞

CROWNPAK® CR-I(+)/CR-I(-)カラムには、一般にシリカゲルベースのHPLC用カラムに使用できる移動相であれば、どのような移動相でもご使用いただけます。水(酸性水溶液)/アセトニトリル、水(酸性水溶液)/アルコールの混合系に加え、水と相溶するテトラヒドロフラン(THF)、アセトンのような溶媒も移動相としての使用が可能です。

また、CROWNPAK® CR-I(+)/CR-I(-)カラムは順相系移動相も使用できます。例えば、アルカン/アルコールの混合系で、より良い分離を得られることが多いようです。水系(逆相)移動相から有機溶剤系(順相)移動相へ、あるいは有機溶剤系(順相)移動相から水系(逆相)移動相へ置換する場合は、必ず相溶する溶媒(エタノール、2-プロパノール)を介して置換を行ってください。

### 【逆相系移動相の場合】

#### 推奨移動相条件

#### A 移動相

水溶液 <sup>①</sup>	過塩素酸水溶液
有機溶媒 <sup>②</sup>	CH <sub>3</sub> CN, MeOH, EtOH, IPA, THF, AT
標準的な移動相組成 <sup>③</sup>	過塩素酸水溶液(pH=1.5) / CH <sub>3</sub> CN = 80 / 20

CH<sub>3</sub>CN:アセトニトリル, MeOH:メタノール, EtOH:エタノール, IPA:2-プロパノール, THF:テトラヒドロフラン, AT:アセトン

- ①
  - ・標準的には pH = 1.0 ~ 2.0 でご使用いただくと、良い分離が得られます(pH = 7.0 までお使いいただけます)。
  - ・pH を低くすると、一般に保持が長くなり良い分離が得られます。カラムを長くお使いいただくためには、満足のいく分離が得られる、最も高い pH に条件を設定してお使い下さい。
  - ・温度を下げると、保持が長くなり分離が良くなる傾向があります。
  - ・硝酸やトリフルオロ酢酸などの過塩素酸以外の酸もご使用いただけますが、多くの場合、過塩素酸水溶液を使用した方が分離能力は高く、また移動相の UV 吸収も抑えることができます。
- ②
  - ・分析化合物により異なりますが、一般に、有機溶媒にアセトニトリルを使用すると保持時間が最も短く、次いでアセトン、THF、2-プロパノール、エタノール、メタノールの順で保持時間が長くなる傾向にあります。
  - ・有機溶媒としてアルコールを使用した場合、アセトニトリルに比べて背圧が高くなりますのでご注意ください。
- ③
  - ・移動相は、ご使用する前に 0.5µm 程度の多孔質メンブレンフィルターでろ過して下さい。
  - ・移動相は、水溶液とアセトニトリルの混合液(組成比 80/20 (v/v))から検討を始めることをお勧めします。
  - ・試料の溶出時間を調節したい場合は、移動相の組成比を調整して下さい。

#### B 水溶液の調製法

(例) 下記は目安の値ですので、pH 計などで pH を確認後、移動相としてご使用下さい。

- pH = 1.0 の過塩素酸水溶液の調整法  
市販の 70%過塩素酸水溶液 16.3g を HPLC 用 H<sub>2</sub>O またはイオン交換水と混合し 1L にします。
- pH = 2.0 の過塩素酸水溶液の調整法  
100 mL の pH = 1.0 の過塩素酸水溶液を HPLC 用 H<sub>2</sub>O またはイオン交換水と混合し 1L にします。
- pH = 1.5 の過塩素酸水溶液の調整法  
316 mL の pH = 1.0 の過塩素酸水溶液を HPLC 用 H<sub>2</sub>O またはイオン交換水と混合し 1L にします。
- pH = 1.3 の過塩素酸水溶液の調整法  
500 mL の pH = 1.0 の過塩素酸水溶液を HPLC 用 H<sub>2</sub>O またはイオン交換水と混合し 1L にします。

#### 注意

- ❑ 移動相は脱気、もしくはヘリウムでパージしてからご使用下さい。
- ❑ 試料の保持の強さは試料の疎水性に依存します。疎水性試料は親水性試料に比べて保持されやすくなります。一方、分析対象試料が保持されない場合や分離が悪い場合には、移動相の pH を下げる、または温度を下げることで改善されることがあります。
- ❑ CROWNPAK® CR-I(+)/CR-I(-)は、分析温度が低いほど良好な分離が得られます。ただし疎水性化合物は低温下で吸着しやすい傾向がありますのでご注意ください。
- ❑ CROWNPAK® CR-I(+)/CR-I(-)は、K<sup>+</sup>イオンによって分離が阻害されますので移動相には使用しないで下さい（カラム自体が損傷を受けることはありません）。

#### カラムの保管・洗浄/その他

- ❑ カラムをご使用後は、酸を含まない同一の組成の移動相をカラムに通液し、完全に除去して下さい。
- ❑ 試料は可能な限り移動相に溶かし、0.5 µm 程度の多孔質メンブレンフィルターで濾過してからご使用下さい。
- ❑ 試料の打ち込み量が多いと分離が悪くなる原因になります。
- ❑ 試料が吸着した場合、アセトニトリルやメタノールなど試料が溶解しやすい溶媒を流速 0.2mL/min.、室温で 2 時間程度通液して下さい。

- 逆相条件で継続的にご使用になられる場合は、水 / メタノール混合液(組成比 95 / 5 (v/v))に置換して、室温(25 度付近)でカラムを保管して下さい。
- 上記の流速は、カラムの内径が 3mm の場合のものです。それ以外のサイズの場合は、末尾の換算表を参考に、カラムの断面積比によって流速を調節して下さい。

## 【順相系移動相の場合】

### 注 意:

CROWNPAK® CR-I(+)/CR-I(-)は、出荷時に水 / メタノール = 95 / 5 で封止されています。  
 順相系移動相へ置換する場合は、必ず相溶する溶媒(エタノール、2-プロパノール)を介して置換を行ってください。  
**逆相系から順相系に置換したカラムは、保持時間の安定化に十分な通液が必要な傾向があります。**

## 推奨移動相条件

### A 移動相

第一推奨溶媒	n-ヘキサン / エタノール <sup>①</sup> / トリフルオロ酢酸 <sup>②</sup> / 水 <sup>③</sup>
初期条件 (v/v/v/v)	50 / 50 / 0.5 / 2.0

- ① エタノールの代わりに、2-プロパノールを使用することができますが、保持時間が極端に長くなる傾向があります。
- ② サンプル溶解性や分離能力の点から、トリフルオロ酢酸の使用をお勧めします。また、カラムを長くご使用いただくためには、トリフルオロ酢酸は 1.0%以下での使用をお勧めします。
- ③ 水の添加によって、ピークのリーディングあるいはテーリングを解消することができますが、水の添加量が多いと、移動相が相溶しない場合があります。水の添加許容量は、アルコールの種類および比率によって変わりますが、n-ヘキサン / エタノールの比率が 50/50 の場合、水を最大 3%まで添加することができます。

## カラムの保管・洗浄 / その他

- カラムをご使用後は、酸および水を含まない同一の組成の移動相をカラムに通液し、完全に除去して下さい。
- 試料が吸着した場合、エタノールやメタノールなど試料が溶解しやすい溶媒を流速 0.2mL/min.、室温で 2 時間程度通液して下さい。
- 順相条件で継続的にご使用になられる場合は、n-ヘキサン / エタノール = 50 / 50 (v/v)に置換してカラムを保管して下さい。
- 上記の流速は、カラムの内径が 3mm の場合のものです。それ以外のサイズの場合は、末尾の換算表を参考に、カラムの断面積比によって流速を調節して下さい。

## (参考) 換算表

### □ 内径・流速 換算表

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

### □ 圧力換算表

MPa	bar	kg/cm <sup>2</sup>	psi
1	10	10.197	145.038
0.1	1	1.020	14.504
9.807×10 <sup>-2</sup>	0.981	1	14.223
6.895×10 <sup>-3</sup>	6.895×10 <sup>-2</sup>	7.031×10 <sup>-2</sup>	1

各キラルカラムの詳細については、  
弊社ホームページ (<http://www.daicelchiral.com/>) を併せご覧ください。

CHIRALCEL, CHIRALPAK, CROWNPAK は、日本、米国、EU、中国、インドにおいて登録された株式会社ダイセルの登録商標です。  
日本における商標登録番号: CHIRALCEL(登録商標第 5413634 号)、CHIRALPAK(登録商標第 1814811 号)、CROWNPAK(登録商標第 5413635 号)

## 株式会社ダイセル

CPI カンパニー : 〒108-8230 東京都港区港南 2-18-1 TEL: 03-6711-8222 FAX: 03-6711-8228  
〒530-0011 大阪市北区大深町 3-1 TEL: 06-7639-7221 FAX: 06-7639-7228