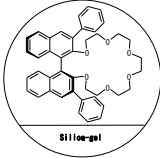
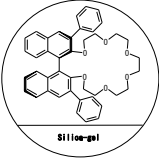




# CROWNPAK® CR(+)/CR(-) カラム取扱説明書

**ご使用の前に必ずお読みください**

## カラムの詳細

名 称	CROWNPAK® CR(+)	CROWNPAK® CR(-)
不斉識別剤	(S)-18-crown-6 ether (シリカゲルコーティング型) 	(R)-18-crown-6 ether (シリカゲルコーティング型) 
粒子径	5µm	
カラムエンド	ウォーターズタイプ	
出荷時の封入溶媒	水 / メタノール = 95 / 5 (v/v)	

(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

CROWNPAK®用ガードカラムは、CROWNPAK® CR(+)/CR(-)共通のガードカラムとしてご使用いただけます。カラム本体同様にガードカラムについても、ご使用後は蒸留水で洗浄して下さい。

**CROWNPAK CR(+)/CR(-)は、使用可能な溶媒に制限がありますので、取り扱いにはご注意ください。**  
カラムをご使用いただく前に、HPLC 装置内やインジェクターループ等を使用可能な溶媒に十分に置換してください。

## 不斉識別

CROWNPAK® CR(+)/CR(-)は、試料のアンモニウムイオン(-NH<sub>3</sub><sup>+</sup>)をクラウンエーテルに取り込む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。本紙末尾に記載の表のようにCROWNPAK® CR(+))を使用した場合は、D体アミノ酸が先に溶出します。CROWNPAK® CR(-)を使用した場合、CROWNPAK® CR(+))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、15MPa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 ~ 9.0
温度範囲	-5 ~ 50 °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 4mm の場合、0.5ml/min~3ml/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。

## 推奨する使用条件

下記以外の溶媒をご使用になりたい場合は、事前に弊社までお問い合わせ下さい。

## A 移動相

	過塩素酸水溶液 <sup>①</sup>	過塩素酸水溶液 <sup>①</sup> /メタノール <sup>②</sup>
<b>CROWNPAK® CR(+)/CR(-)</b>	100 %	100/0 ~ 85/15

- 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 9.0 までお使いいただけます)。
  - pH を低くすると一般に良い分離が得られますが、カラムの寿命は短くなります。長くカラムを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、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
- メタノールを添加することで、溶出時間を短くすることができます。ただし、他の有機溶剤を使用や 15% を超えるメタノールを添加すると、カラムに損傷を与える原因となりますので、ご使用にならないでください。

## 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(+)/CR(-) 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(+)/CR(-) 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

- ❑ 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。また試料溶解溶媒に 15% を超えるメタノールを含んだ溶液を使用しないで下さい。カラムが損傷を受ける原因となります。
- ❑ 試料の打ち込み量が多いと分離が悪くなる原因となります。
- ❑ カラムのご使用後は、カラムを HPLC 用 H<sub>2</sub>O またはイオン交換水で洗浄してください。長期間 (1 週間以上) 保管する場合は水 / メタノール混合液 (組成比 95 / 5 (v/v)) に置換してカラムを保管することをお勧めします。

## (参考) 換算表

- ❑ 内径・流速 換算表

内径 (mm)	2.1	3.0	4.0	10	20	30
流速 (ml/min)	0.21	0.43	0.75	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

## アミノ酸の分離

アミノ酸の分析条件 (aq. HClO<sub>4</sub>)

DL-Amino acid	HClO <sub>4</sub> (pH)	F.R. (mL/min)	Temp. (°C)	k <sub>D</sub> '	k <sub>L</sub> '	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

Load: 10<sup>-7</sup> ~ 10<sup>-8</sup> mol, Column: CROWNPAK CR(+),  
Detection: UV 200nm

DL-Amino acid	pH 2.0			pH 1.5		pH 1.0
	25 °C	15 °C	0 °C	25 °C	0 °C	25 °C
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** : 完全分割 (2 ≤ Rs)

**A** : ほぼ完全分割 (1.5 ≤ Rs < 2)

**P** : 部分分割 (Rs < 1.5)

**U** : 分割せず

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/>) を併せご覧下さい。

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