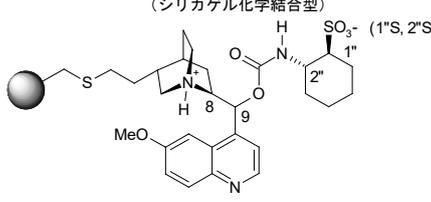
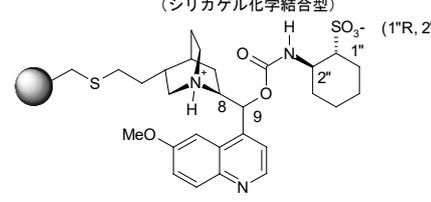




CHIRALPAK® ZWIX(+)/ZWIX(-) カラム 取扱説明書

ご使用の前に必ずお読み下さい

カラムの詳細

名 称	CHIRALPAK® ZWIX(+)	CHIRALPAK® ZWIX(-)
不斉 識別剤	(S,S)-ACHSA(*)結合 quinine (*)trans-2-aminocyclohexanesulfonic acid (シリカゲル化学結合型)  Quinine-derived (8S, 9R)	(R,R)-ACHSA(*)結合 quinidine (*)trans-2-aminocyclohexanesulfonic acid (シリカゲル化学結合型)  Quinidine-derived (8R, 9S)
粒子径	3µm	
カラム エンド	ウォーターズタイプ	
出荷時の 封入溶媒	100% メタノール	

(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。)

この取扱説明書は、本カラムについてのみ有効です。他のカラムへ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いただければ、本カラムを長期間安定してお使いいただけます。

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 ^①	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。
温度範囲	5 ~ 45°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、0.2ml/min~0.5ml/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。

□ 分析サンプルおよび移動相は、0.5 µm 程度のメンブレンフィルターで濾過してからご使用下さい。

カラムの仕様

CHIRALPAK® ZWIX(+)^①と CHIRALPAK® ZWIX(-)^②は、フリーのアミノ酸を分離することが出来る両性イオン(zwitterionic)交換型の光学分割用カラムです。これらのカラムは、特に誘導体化していないアミノ酸やペプチドなど両性イオン化合物の光学異性体分離に優れています。

CHIRALPAK® ZWIX(+)^①と CHIRALPAK® ZWIX(-)^②は、移動相条件が MS 検出/同定に適しているため、LC-MS 検出でも使用することができます。UV 吸収の弱いアミノ酸の分析に役立ちます。

CHIRALPAK® ZWIX(+)^①と CHIRALPAK® ZWIX(-)^②のキラルセクターは擬似的なエナンチオマーの関係にあるため、これらのカラムを使い分けることによって、エナンチオマーの溶出順序を逆転させることができます。ただし、2 種類のカラムでまったく同じ分離(保持時間とエナンチオ選択性)が得られるとは限りません。

これらのカラムには、一般的に HPLC 用として用いられる溶媒(メタノール、アセトニトリル、テトラヒドロフラン、水 等)は全てご使用いただけます。

一般的な分析条件設定方法

両性イオン交換モードでは、両性のイオン交換の平衡に関するすべてのイオン種が、移動相によって効果的に溶媒和されなければなりません。したがって、移動相に用いる溶媒には十分なプロトン活量(proton activity)が必要です。

移動相の組成

CHIRALPAK® ZWIX(+)と CHIRALPAK® ZWIX(-)を用いたキラル分析において、優れたプロトン性溶媒であるメタノールは、重要な移動相成分です。

溶出強度と分離の程度を調整するため、移動相の組成として、メタノールにアセトニトリルまたはテトラヒドロフランを混合した溶媒を使用します(望ましくは、メタノール \geq 20vol%)。メタノールの比率を大きくすると、両性イオン化合物の保持時間を短くすることが出来ます。

移動相への水の添加(2~20vol%)は、両性イオン化合物の溶出の促進や、MS 検出感度の改善、分析中のサンプル析出防止、特定のサンプルで起こるピークテーリングの抑制に効果があります。

添加剤

キラルセクターの分子内対イオン効果のため、移動相中に酸性添加剤と塩基性添加剤を組み合わせる必要があります。CHIRALPAK® ZWIX(+)と CHIRALPAK® ZWIX(-)では、50mM ギ酸(FA)-25mM ジエチルアミン(DEA)の組合せを様々な両性化合物の分析に用いることができます。これらの添加剤も移動相のプロトン活量に寄与します。

完全に LC-MS 条件に適合させるため、ギ酸/DEA を、ギ酸/ギ酸アンモニウムあるいはギ酸/アンモニアに置き換えることが出来ます。LC-MS で使用される際には、次の初期条件からお試しになることをお勧めします。
25mM ギ酸+25mM ギ酸アンモニウム in MeOH/H₂O 98:2(v/v)

分析条件の設定手順

初期条件

- ❖ 移動相: (1)^(*) MeOH / ACN / H₂O 49:49:2 (v/v/v)
50mM ギ酸 + 25mM DEA

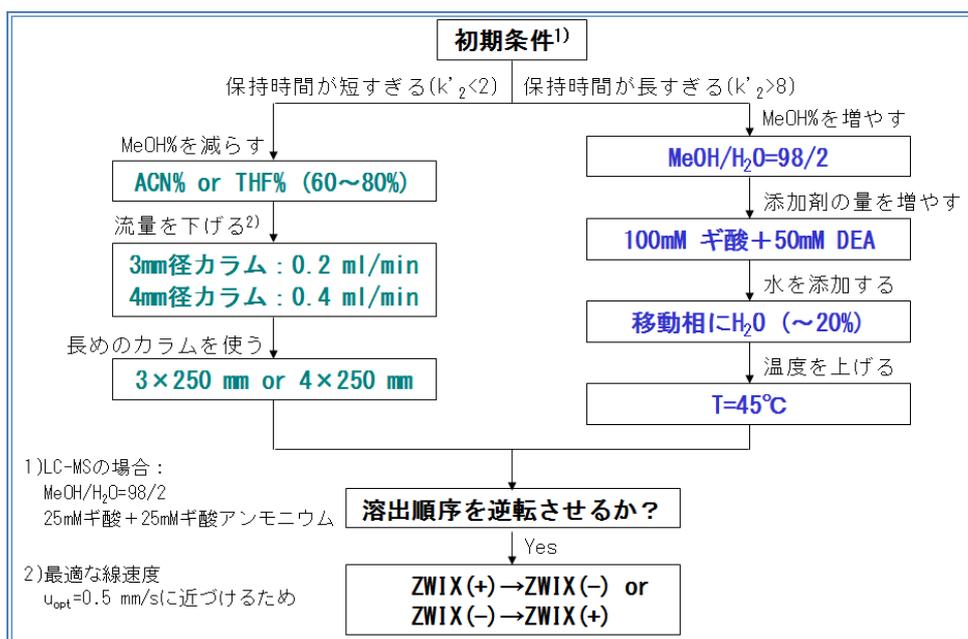
- (2) MeOH / THF / H₂O 49:49:2 (v/v/v)
50mM ギ酸 + 25mM DEA

(*)移動相の調製方法:

移動相の混合溶媒(1L スケール): MeOH 490ml と ACN 490ml と水 20ml を混合する。
添加剤: 上記の混合溶媒にギ酸 1.9ml とジエチルアミン 2.6ml を加える。

- ❖ 流速: 3×150mm / 0.4-0.5 ml/min or 4×150mm / 0.8-1.0 ml/min
- ❖ 温度: 25°C

分離条件の最適化



カラムの取扱い

使用開始時の注意

カラムをご購入後、最初に使用される際には、分析に用いる移動相をカラム体積の 20 倍以上(約 30-40ml)通液してカラムを平衡化させてから、分析を開始して下さい。

カラムの洗浄

100%メタノールや 100%アセトニトリルでカラムを洗浄することが出来ます。
これらの溶媒と水との混合溶媒(50:50,v/v)も効果的です。

カラムの保存

カラムを長期間保管する場合は、カラム体積の 20 倍の 100%メタノールで置換してからカラムを保管して下さい。
なお、カラムは室温で保管していただけます。

(参考) 換算表

□ 内径・流速 換算表

内径(mm)	2.0	3.0	4.0	10
流速(ml/min)	0.23	0.51	0.9	5.6

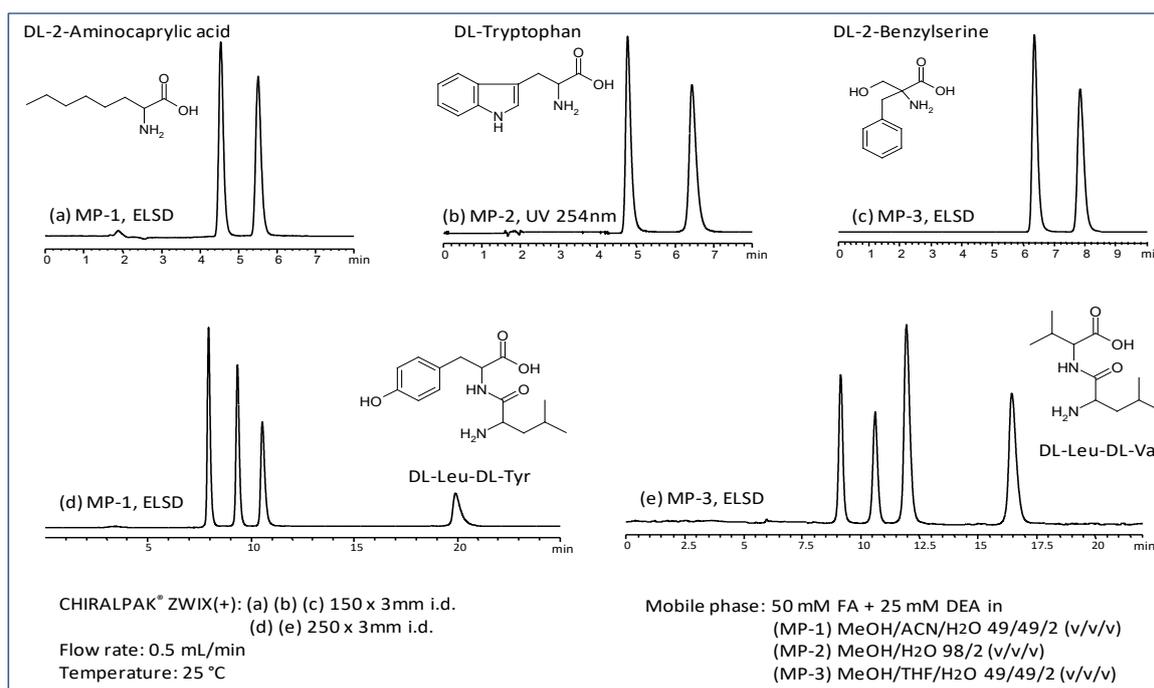
□ 圧力換算表

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

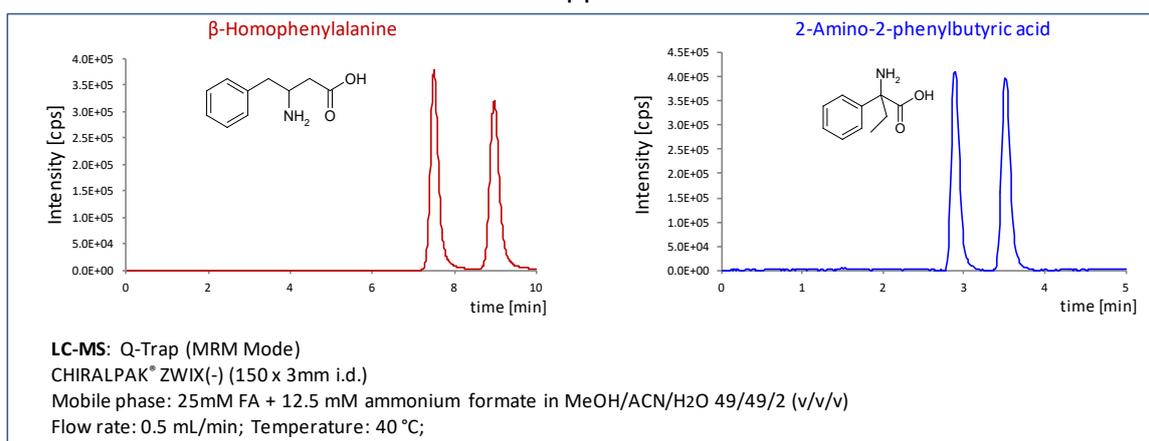
標準的なアミノ酸のキラル分離例

Column: CHIRALPAK® ZWIX(+)/ 250 x 3mm i.d.						
Mobile phase: MeOH/ACN/H ₂ O 49:49:2 (50mM FA + 25mM DEA); 0.5ml/min; 25°C						
Amino acid	t ₁ (min)	t ₂ (min)	α	Rs	Elution order	Detection
Leucine	7.3	8.9	1.36	5.1	L/D	ELSD
Methionine	8.9	10.0	1.19	3.6	L/D	ELSD
Phenylalanine	7.9	9.1	1.24	4.1	L/D	ELSD
Proline	6.6	9.8	1.86	12.0	L/D	ELSD
Tyrosine	9.3	11.2	1.29	4.1	L/D	UV 230
Threonine	9.1	10.9	1.29	3.5	L/D	ELSD
Valine	7.3	8.8	1.34	4.8	L/D	ELSD

キラル分析の例



LC-MS applications



CHIRALCEL, CHIRALPAK, CROWNSPAK 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)、CROWNSPAK (登録商標第 5413635 号)

株式会社ダイセル

ライフサイエンス SBU :

〒108-8230 東京都港区港南 2-18-1 TEL: 03-6711-8222 FAX: 03-6711-8228
〒530-0011 大阪府北区大深町 3-1 TEL: 06-7639-7221 FAX: 06-7639-7228