

# 使用説明書

## CHIRAL ART Amylose-SA, Cellulose-SB

### 耐溶剤型

#### ① はじめに

このたびは高速液体クロマトグラフィー（HPLC）用充填カラム CHIRAL ART をご採用いただきありがとうございます。CHIRAL ART Amylose-SA および Cellulose-SB はシカゲル基材の光学異性体分離用（順相/逆相）カラムで、キラルセクターである多糖誘導体が固定化されているため高い耐溶剤性を示します。優れた分離性能と高い選択性を有し幅広い溶離液条件で使用できるため、広範囲のキラル化合物の分離に適用性の高い製品です。

弊社は CHIRAL ART の製造にあたり厳格な品質管理を行い、安定した品質の製品をお客様にお届けしております。（検査成績書 COLUMN INSPECTION REPORT をご参照ください。）お届けしましたカラムの性能を十分に発揮させ、永らくご使用いただくために本使用説明書をご一読のうえ、正しくご使用いただきますようお願いいたします。

#### ② 製品仕様一覧表

項目	CHIRAL ART Amylose-SA	CHIRAL ART Cellulose-SB
粒子径	3, 5, 10, 20 μm	
キラルセクター	Amylose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)	Cellulose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)
タイプ	耐溶剤型	
分離モード	順相、逆相 <sup>1</sup>	
出荷時封入溶媒 <sup>1</sup>	<i>n</i> -ヘキサン/2-プロパノール(90/10)	
使用温度範囲	0~40 °C (pH 7~9 では 25°C を上限)	
使用 pH 範囲	pH 2~9	
使用圧力上限 <sup>2</sup>	30 MPa	
推奨流速 <sup>3</sup>	4.6 mm I.D. : 0.5~1.0 mL/min (最大流速: 3.0 mL/min) 10 mm I.D. : 2.5~5.0 mL/min (最大流速: 15 mL/min)	

<sup>1</sup>: 順相で使用後にカラムを長期間保管する場合にもこの溶媒で置換してください。初めて逆相（含水系）で使用する場合は、エタノールもしくは 2-プロパノールでカラムを置換後に逆相で用いる溶離液に置換してください。逆相で使用後はエタノールへ置換して保管してください。その際に緩衝液や塩類を含む溶離液を使用した場合は、塩が析出しないよう置換手順にご注意ください。

<sup>2</sup>: 使用圧力上限付近での連続使用や急激な圧力変化はカラム寿命を低下させる要因となるためご注意ください。通常は 25 MPa 以下でのご使用をお勧めします。

<sup>3</sup>: 推奨流速を目安に、ご使用条件において最適な結果が得られるよう調整してください。最大流速付近での連続使用はカラム寿命を低下させる要因となるためご注意ください。その他の内径のカラムをご使用の場合、断面積比に応じて流速を調整してください。

<sup>2,3</sup>: 圧力はカラム長、カラム温度、有機溶媒の種類等によって異なります。圧力上限を超える場合は、流速を推奨範囲以下に下げてください。

#### ③ カラム接続およびシステム設定上の注意点

- ・ カラム接続タイプはウォーターズタイプです。
- ・ 配管接続部分に空隙があると液もれやカラム性能（理論段数、ピーク対称性）の低下の原因となります。空隙が生じないように、配管のフェール先端長や切断面に注意してください。
- ・ 通液はカラムラベルに示された矢印の方向に行います。
- ・ カラムの取り外しはシステムの圧力計表示がゼロになったことを確認してから行ってください。

#### ④ 溶離液および試料溶液

- CHIRAL ART (耐溶剤型)は一般的な HPLC 用カラムに使用可能な溶離液を適用することができます。水系から非水系溶媒まで使用できるため、順相と逆相(含水系溶離液)のいずれでも使用可能です。ただし頻繁に順相/逆相を切り替えての使用はカラムへのダメージが大きくなるため、専用化して使用されることをお勧めします。使用推奨溶媒の詳細は下記の表をご確認ください。
- 有機溶媒の種類や pH 値が異なる溶離液に置換する場合、平衡化を十分に行ってください(溶離液組成によっては、カラム容量の 100 倍以上の通液が必要な場合があります)。
- 溶離液を置換する場合は、有機溶媒同士の混和性にご注意ください。アルカン/アルコール系溶離液から極性有機溶媒(メタノール、アセトニトリルなど)に置換するときは、間にエタノールもしくは 2-プロパノールなど相溶性のある溶媒をカラム容量の 10 倍以上通液してください。その後、使用される溶離液で十分に平衡化を行ってください。
- 順相系溶媒を使用される場合は、HPLC 装置や PEEK 製配管などの耐溶媒性にご注意ください。
- 分離対象がイオン性化合物の場合、溶離液に下記に示す添加剤を加えることによりピーク形状や分離再現性が向上します。添加剤の濃度が高いほどカラム寿命を低下させる要因となるため下記の表に示す濃度を目安に分離を確認しながら増減してください。
- 試料はできるだけ初期溶離液と同一組成の溶媒に溶解してください。溶離液よりも溶出力の高い溶媒に溶解した場合、ピークがブロードになり分離能や再現性が低下することがあります。また、試料がカラム内で析出することがないよう、溶離液への混和性を確認してから注入してください。
- 目詰まりによる圧力上昇を防ぐために、試料溶液はあらかじめ 0.2 μm 以下のメンブランフィルタでろ過してください。

##### 【順相推奨溶媒】

試料	酸性化合物	塩基性化合物	非イオン性化合物
有機溶媒	アルカン( <i>n</i> -ヘキサン、 <i>n</i> -ヘプタン)、アルコール(メタノール、エタノール、2-プロパノール)、アセトニトリル、酢酸エチル、テトラヒドロフラン(THF)、ジクロロメタン、クロロホルム、 <i>t</i> -ブチルメチルエーテル(MTBE)など		
添加剤	0.1%(上限 0.5%) トリフルオロ酢酸(TFA)、酢酸、 ギ酸など	0.1%(上限 0.5%) ジエチルアミン(DEA)、ブチルアミン、 エタノールアミンなど	なし
組成比	任意の比率で使用可(溶媒の混和性にはご注意ください)		

##### 【逆相推奨溶媒】

試料	酸性化合物	塩基性化合物	非イオン性化合物
有機溶媒	アセトニトリル、メタノール、エタノール、2-プロパノール、THF など		
水溶液 (添加剤)	0.1%リン酸、0.1%ギ酸、 50~100 mM リン酸緩衝液 (pH 2.0~3.5)など	20 mM NH <sub>4</sub> HCO <sub>3</sub> -DEA 緩衝液 (pH 9.0)など	水
組成比	有機溶媒/水溶液 (10/90 ~ 100/0)		

#### ⑤ カラムの洗浄(一般的 method)

下記の洗浄を行ってもカラム性能が回復しない場合は、新しいカラムと交換してください。カラムを長くご使用いただくため、特に夾雑物の多い試料の場合はあらかじめ前処理(クリーンアップ)を行うかガードカラムの使用をお勧めします。

##### 【順相使用時】

- 溶離液を構成する有機溶媒のうち、極性が高い溶媒の濃度(例えば、アルカン/アルコール系溶離液の場合は、アルコールの濃度)を高めてカラムに残存する保持の大きな物質を洗浄してください。さらに洗浄が必要な場合は、100%エタノールを通液してください。
- 100%エタノールを通液してもカラム性能が改善しない場合は、Amylose-SA カラムには *N,N*-ジメチルホルムアミド(DMF)を、Cellulose-SB カラムには酢酸エチルをカラム容量の 10 倍以上通液してください(添加剤を含む溶離液をご使用されていた場合は、カラム容量の 30 倍以上通液してください)。これらの溶媒をカラムに封入した状態で数日間保管することで、カラム性能の改善に効果があるケースもあります(カラム内の溶媒が揮発しないよう密栓を固く締めてください)。
- 酸やアミンなどの添加剤を含む溶離液をご使用の場合、これらを含まない溶媒(溶離液と同等比率)に一旦置換した後、上記と同様に洗浄してください。短期間であっても、添加剤を含む溶媒でカラムを保管しないでください。

##### 【逆相使用時】

- 溶離液を構成する有機溶媒の濃度を高めてカラムに残存する保持の大きな物質を洗浄してください。有機溶媒は 100%まで使用できます。
- 緩衝液や塩類を含む溶離液をご使用の場合は、これらを含まない水/有機溶媒混合液(溶離液と同等比率)に一旦置換した後、上記と同様に洗浄してください。

●製品に破損があった場合、ご注文の品と異なる製品が届いた場合には、製品到着後 2 週間以内にご連絡ください。速やかに交換いたします。2 週間を過ぎた製品は良品受領させていただきます。