

使用説明書

キラルアート
CHIRAL ART 充填剤

コーティング型順相用

① はじめに

このたびは CHIRAL ART (キラルアート) 充填剤をお買い上げいただきありがとうございます。CHIRAL ART (コーティング型) は、シカゲル基材にキラルセクターである多糖誘導体をコーティングした、光学異性体分離に適した分取用充填剤です。

弊社は CHIRAL ART 充填剤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。お届けしました製品の性能を十分に発揮させて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-C Neo	CHIRAL ART Cellulose-C
粒子径 (μm)	10, 20	
キラルセクター	Amylose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)	Cellulose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)
タイプ	コーティング型	
嵩密度 (g/cm ³)	約 0.53	

③ 可動柱カラムへの充填方法

3-1 充填剤の必要量

②製品仕様一覧表の嵩密度を目安に充填剤の必要量を算出してください。

3-2 スラリーの調製とカラムへの充填

スラリー調製用溶媒、充填用の溶媒としては、2-プロパノールを推奨します。スラリー濃度*が30~40%になるように調製用溶媒を加えてスラリー化し、カラムに充填します。充填圧は、使用する可動柱カラムの耐圧にも依存しますが、6~8 MPaを推奨します。CHIRAL ART Amylose-C Neo については、充填後に充填溶媒をエタノールで置換することを推奨します。

*スラリー濃度 (% , w/v) = 充填剤量 (kg) / スラリー体積 (L) × 100

3-3 カラム性能の確認 (充填状態の評価)

充填後、カラム性能評価を実施し理論段数 (N)、ピーク形状を確認してください。目標とする理論段数、非対称係数が得られない場合は、充填条件等を再検討してください。

カラム性能評価条件例

溶離液	: n-ヘキサン/2-プロパノール (90/10, v/v)
線流速	: 180 cm/hr
検出	: UV at 230 nm
サンプル	: 1,3,5-Tri- <i>tert</i> -butylbenzene (0.5 mg/mL) [void volume marker] <i>trans</i> -Stilbene oxide (0.1 mg/mL) [peak 1, peak 2]
サンプル溶解溶媒	: 溶離液
注入量	: 30 × カラム断面積 (cm ²) μL
評価	: <i>trans</i> -Stilbene oxide (peak 2) の理論段数(N)

理論段数 (N/m) の目安 *

10 μm	20 μm
16,000	6,000

*使用カラムや LC システムの影響を受けることがあります

④ 使用上の留意点

- 本製品は多糖誘導体をコーティングした充填剤です。したがって、多糖誘導体を溶解する溶媒 (THF、アセトン、酢酸エチル、クロロホルム、ジクロロメタン、DMSO、DMF など) が少量でも充填剤に接触した場合、性能が大きく低下する可能性があります。これらの溶媒を溶離液や試料溶解溶媒として使用しないでください。(THF: テトラヒドロフラン、DMSO: ジメチルスルホキシド、DMF: ジメチルホルムアミド)
- 溶離液として使用可能な溶媒および組成 (Volume/Volume) は下表を参照してください。記載範囲以外の溶媒組成で使用した場合、充填剤が劣化する可能性があります。

アルカン/2-プロパノール ¹	アルカン/エタノール ¹	メタノール/エタノール	メタノール/アセトニトリル ²
100/0-0/100	100/0-0/100	100/0-0/100	100/0-85/15 15/85-0/100

- 一般的に用いるアルカンは、*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタンです。上記以外のアルコール (メタノール、1-プロパノール、1-ブタノール、2-ブタノールなど) も使用可能ですが、メタノールはアルカンとの混和性が低いいため5%以上添加する場合は同量のエタノールを添加してください。
 - 100%メタノールおよび100%アセトニトリルで使用可能ですが、メタノールとアセトニトリルを直接置換すると充填剤が劣化する可能性があります。CHIRAL ART Amylose-C Neo の場合は間にエタノール、CHIRAL ART Cellulose-C の場合は間に2-プロパノールでカラムを置換してください。
- 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、CHIRAL ART Amylose-C Neo の場合は間にエタノール、CHIRAL ART Cellulose-C の場合は間に2-プロパノールでカラムを置換し、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。アルカン系からアセトニトリル系に直接置換すると充填剤が劣化する可能性があるためご注意ください。また、極性有機溶媒 (メタノール/エタノール系、メタノール/アセトニトリル系など) を移動相として使用する充填剤は専用化されることをお勧めします。
 - 分離対象がイオン性化合物の場合、溶離液に下記の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充填剤の寿命を低下させる要因となるため、0.1%を目安に分離を確認しながら増減してください。
塩基性化合物 : 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
酸性化合物 : 0.1% (上限 0.5%) トリフルオロ酢酸 (TFA)、酢酸、ギ酸など
 - 不純物が多い試料の場合、事前にはろ過等の前処理を行うか、ガードカラムの使用をお勧めします。
 - 分取時のカラム圧力は、充填圧を超えない範囲で使用してください。

⑤ カラムの洗浄および保管方法

洗浄方法

- 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、CHIRAL ART Amylose-C Neo ではエタノール、CHIRAL ART Cellulose-C では2-プロパノールを通液してください。
- 酸やアミンなどの添加剤を含む溶離液をご使用の場合は、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。

充填カラムの保管方法

- 長期間使用されない場合は、洗浄後、CHIRAL ART Amylose-C Neo ではエタノール、CHIRAL ART Cellulose-C では2-プロパノールに置換し、高温多湿を避けて保管してください。保管中は、カラム内部が乾燥しないように密栓をしてください。
- 短期間であっても添加剤を含む溶離液での保管は避けてください。

⑥ 充填剤の保管

未使用充填剤 : 出荷時の容器に入れたまま高温多湿を避けて保管してください。

使用済み充填剤 : 分取後は⑤に従い充填剤を洗浄してください。溶媒中で保管する場合は、CHIRAL ART Amylose-C Neo ではエタノール、CHIRAL ART Cellulose-C では2-プロパノールに置換後、カラムから充填剤を取り出して容器に移し、密閉してください。乾燥した状態で保管する場合は、取り出した充填剤を60°C以下で乾燥後、高温多湿を避け保管してください。なお、一度使用された充填剤の返品、保証はいたしかねます。

●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。