

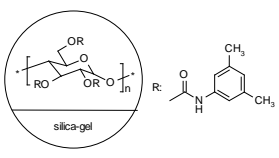
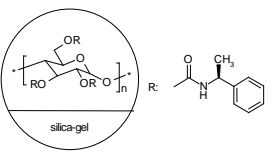
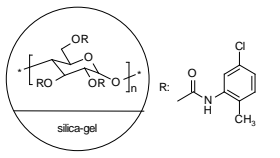
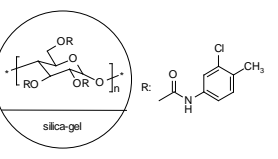
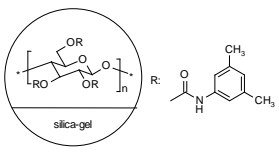
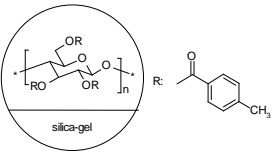
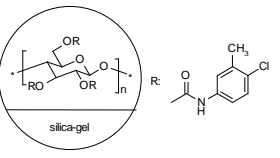
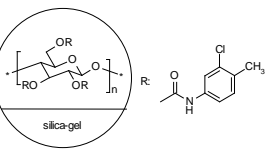


# CHIRALPAK® AD-3R/AS-3R/AY-3R/AZ-3R CHIRALCEL® OD-3R/OJ-3R/OX-3R/OZ-3R

## 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® AD-3R	CHIRALPAK® AS-3R	CHIRALPAK® AY-3R	CHIRALPAK® AZ-3R
不斉 識別剤	Amylose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate) (シリカゲルコーティング型) 	Amylose tris-[(S)- α-methylbenzylcarbamate] (シリカゲルコーティング型) 	Amylose tris(5-chloro- 2-methylphenylcarbamate) (シリカゲルコーティング型) 	Amylose tris(3-chloro- 4-methylphenylcarbamate) (シリカゲルコーティング型) 
出荷時の 封入溶媒	水 / アセトニトリル = 60 / 40 (v/v)	水 / アセトニトリル = 50 / 50 (v/v)	水 / アセトニトリル = 30 / 70 (v/v)	水 / アセトニトリル = 20 / 80 (v/v)
名 称	CHIRALCEL® OD-3R	CHIRALCEL® OJ-3R	CHIRALCEL® OX-3R	CHIRALCEL® OZ-3R
不斉 識別剤	Cellulose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate) (シリカゲルコーティング型) 	Cellulose tris(4-methylbenzoate) (シリカゲルコーティング型) 	Cellulose tris(4-chloro- 3-methylphenylcarbamate) (シリカゲルコーティング型) 	Cellulose tris(3-chloro- 4-methylphenylcarbamate) (シリカゲルコーティング型) 
出荷時の 封入溶媒	水 / アセトニトリル = 60 / 40 (v/v)	水 / アセトニトリル = 80 / 20 (v/v)	水 / アセトニトリル = 30 / 70 (v/v)	水 / アセトニトリル = 40 / 60 (v/v)
粒子径	3µm			
カラム エンド	ウォーターズタイプ			

(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。)

### 注 意:

本カラムを HPLC 装置に接続する前に、必ず装置全体（インジェクターやインジェクションループを含む）を、後に記載の推奨溶媒に従った移動相もしくはカラム保管溶媒に完全に置換して下さい（特に、オートサンプラーのシリンジヤニードルの洗浄液の溶媒置換は見落としがちです。ご注意ください）。

装置中に、アセトン、クロロホルム、ジメチルホルムアミド (DMF)、ジメチルスルホキシド (DMSO)、酢酸エチル、塩化メチレン、THF など、HPLC 用の移動相として一般的に用いられている溶媒がたとえ微量でも混入していると、カラムを破壊する恐れがあります。またアルカン系の移動相に置換されているカラムにアセトニトリルが混入した場合にも、カラムを破壊する恐れがあります。

### 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 <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 <sup>②</sup>	pH 2.0 ~ 9.0
温度範囲 <sup>②</sup>	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 pH 7.0 以上でご使用になる時は、カラム温度は 25°C 以下にして下さい。またカラム保護のため必ずガードカートリッジをご使用ください。
- ③ 一般的な流量範囲は、カラムの内径が 4.6mm の場合、0.5ml/min~2.5ml/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、専用のガードカートリッジをご使用下さい。
- ⇒ 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。

## 推奨移動相条件

下記以外の溶媒をご使用になりたい場合は、弊社までお問い合わせ下さい。

## A 移動相

	酸性試料	中性試料	塩基性試料 <sup>④</sup>
水溶液 <sup>①</sup>	ギ酸水溶液 pH 2.0	水	DEA で pH 9.0 に調整した 20mM NH <sub>4</sub> HCO <sub>3</sub> 水溶液
有機溶媒 <sup>②</sup>	CH <sub>3</sub> CN, MeOH, EtOH, IPA		
標準的な 移動相組成 <sup>③</sup>	水溶液 / 有機溶媒 = 60 / 40		

DEA : ジエチルアミン, NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub> : 炭酸水素アンモニウム, 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

- ① □ 上記移動相で十分な分離が得られない場合には下記の水溶液をお試し下さい。  
水溶液の調製は、次頁記載の「B 水溶液の調製法 (例)」をご参照下さい。

	酸性試料 (両性試料)	塩基性試料
CHIRALPAK <sup>®</sup> AD-3R CHIRALPAK <sup>®</sup> AS-3R CHIRALPAK <sup>®</sup> AY-3R	50~100mM リン酸緩衝液 pH 2.0	20mM ホウ酸緩衝液 pH 9.0
CHIRALCEL <sup>®</sup> OD-3R CHIRALCEL <sup>®</sup> OJ-3R CHIRALCEL <sup>®</sup> OZ-3R CHIRALCEL <sup>®</sup> OX-3R	リン酸水溶液 pH 2.0	20mM リン酸緩衝液 pH 8.0
	リン酸で pH 2.0 に調整した 100mM KPF <sub>6</sub> (または NaPF <sub>6</sub> ) 水溶液	100mM KPF <sub>6</sub> (または NaPF <sub>6</sub> ) 水溶液
CHIRALPAK <sup>®</sup> AZ-3R	50~100mM リン酸緩衝液 pH 2.0	20mM ホウ酸緩衝液 pH 9.0
	リン酸水溶液 pH 2.0	
	リン酸で pH 2.0 に調整した 100mM KPF <sub>6</sub> (または NaPF <sub>6</sub> ) 水溶液	

- 両性試料に関してはリン酸で pH 2.0 に調整した 100mM KPF<sub>6</sub> (または NaPF<sub>6</sub>) 水溶液をお試し下さい。  
ただし、塩基性の強い両性試料の場合には 100mM KPF<sub>6</sub> (または NaPF<sub>6</sub>) 水溶液をお試し下さい。

- ② □ 一般に、有機溶媒の溶出力は、アセトニトリル、2-プロパノール、エタノール、メタノールの順です。  
□ 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。  
□ カラム性能を劣化させる恐れがありますので表記以外の有機溶媒をご使用にならないで下さい。
- 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濾過して下さい。  
□ 移動相は、水溶液とアセトニトリルの混合液 (組成比 60/40 (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。  
□ カラム温度を下げると、保持時間が長くなり分離係数が向上する場合があります。  
□ 有機溶媒は下表の範囲でご使用いただけますが、移動相の有機溶媒組成比が高くなると塩が析出しカラムの詰りの原因となります。

水溶液 / 有機溶媒
90 / 10 ~ 0 / 100

- ④ □ シリカゲルの劣化を避けるため、強塩基性水溶液 (pH > 9.0) は使用しないで下さい。  
□ pH 7.0 以上でご使用になる時は、カラム温度は 25℃ 以下にして下さい。またカラム保護のため必ずガードカートリッジをご使用ください。  
□ 塩基性が非常に強い試料は、シリカゲルを劣化させる恐れがあります。

## B 水溶液の調製法 (例)

### ギ酸水溶液 (pH 2.0)の調製

⇒ 水 (HPLC グレード)にギ酸を添加して pH 2.0 に調整する。

### 炭酸水素アンモニウム水溶液 (pH 9.0)の調製

A 液: 20mM 炭酸水素アンモニウム水溶液  
0.79g  $\text{NH}_4\text{HCO}_3$  / FW 79.06 を水 (HPLC グレード)で溶解し、500ml の水溶液にする。

B 液: ジエチルアミン  
⇒ A 液に B 液を添加し、pH を 9.0 に調整する。

### ホウ酸緩衝液 (pH 9.0)の調製

A 液: 20mM ホウ酸水溶液  
0.62g  $\text{H}_3\text{BO}_3$  / FW 61.83 を水 (HPLC グレード)に溶解し、500ml の水溶液にする。

B 液: 20mM 四ホウ酸ナトリウム水溶液  
3.81g  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  / FW 381.37 を水 (HPLC グレード)に溶解し、500ml の水溶液にする。  
⇒ A 液に B 液を添加し、pH を 9.0 に調整する。

### リン酸緩衝液 (pH 2.0)の調製

A 液: 50mM リン酸二水素カリウム水溶液  
3.40g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  / FW 136.09 を水 (HPLC グレード)に溶解させ、500ml の水溶液にする。

B 液: リン酸 (85wt% の  $\text{H}_3\text{PO}_4$ )  
⇒ A 液に B 液を添加し、pH を 2.0 に調整する。

### 100mM $\text{KPF}_6$ 水溶液 および 100mM $\text{KPF}_6$ 水溶液 (pH 2.0)の調製

A 液: 100mM ヘキサフルオロリン酸カリウム水溶液  
9.20g  $\text{KPF}_6$  / FW 184.07 を水 (HPLC グレード)に溶解し、500ml の水溶液にする。

B 液: リン酸 (85wt% の  $\text{H}_3\text{PO}_4$ )  
⇒ A 液に B 液を添加し、pH を 2.0 に調整する。

### 試料の調製

- 試料は可能な限り移動相に溶かし、0.5 $\mu\text{m}$  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。

### カラムの洗浄・保管

- 酸または塩を含む移動相で使用した後は、それら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。
- 有機溶媒組成の高い移動相に置換する場合は、HPLC 装置とカラムを水/有機溶媒混合液で洗浄し、塩類を完全に除去して下さい。
- 試料が吸着した場合、アセトニトリルを 0.5ml/min (内径 4.6mm カラムの場合)の流速で 2 時間程度通液して下さい。試料がメタノールに溶解しやすい場合は、メタノールを通液して下さい。
- 水/アセトニトリル混合液 (組成比 60/40 (v/v))に置換してカラムを保管して下さい。

### (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
$9.807 \times 10^{-2}$	0.981	1	14.223
$6.895 \times 10^{-3}$	$6.895 \times 10^{-2}$	$7.031 \times 10^{-2}$	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/>) を併せてご覧下さい。

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