

中圧用キラルカラム ハンドブック

**2L-ChiralTLC®
CHIRALFLASH®**

キラル TLC

1

1	TLC の仕様	2
2	使用可能溶媒	3
3	使用可能展開溶媒	3
4	分離例	3
5	分析条件の設定	4
	5-1. 分取条件設定の流れ	4
	5-2. 推奨展開溶媒（移動相の組成・溶媒の種類）	4
	5-3. 2L-ChiralTLC® を用いたスクリーニング	5
	5-4. 応用編	6

中圧用キラルカラム

7

1	カラムの仕様	8
2	使用可能溶媒	8
3	中圧クロマト装置への据付	9
4	アクセサリ（インジェクションカラム、接続治具）	10
	4-1. インジェクションカラム	10
	4-2. パーツ類	10
5	分離条件の設定	11
	5-1. 2L-ChiralTLC® を用いる方法	11
	5-2. 分離検討用 HPLC カラムを用いる方法	12
	5-3. 推奨移動相（移動相の組成、溶媒の種類）	13
6	サンプルインジェクションの方法	14
	6-1. インジェクションカラムを使用する方法	14
	6-2. 直接注入する方法	14
7	カラムのケア	15
	7-1. 洗浄方法	15
	7-2. リセット方法	15
	7-3. 保存方法	15
8	アプリケーションデータ（分析カラムおよび中圧カラムを用いた各種サンプルの分離例）	
	8-1. CHIRALPAK® IA および CHIRALFLASH® IA	16
	8-2. CHIRALPAK® IC および CHIRALFLASH® IC	17
	8-3. CHIRALPAK® ID および CHIRALFLASH® ID	17
	8-4. CHIRALPAK® IE および CHIRALFLASH® IE	18
	8-5. CHIRALPAK® IF および CHIRALFLASH® IF	18
	2L-ChiralTLC®/ CHIRALFLASH® 関連製品	19

2L-ChiralTLC® IA/IC/ID/IE/IF



2L-ChiralTLC® IA/IC/ID/IE/IF は、耐溶剤型のキラル充填剤をアルミ板にコートした分離層の表面に蛍光剤を含有するシリカゲルをオーバーコートした二層のTLC です。

中圧用キラルカラムでの分取検討用のツールです。

耐溶剤型のキラル充填剤を使用しているので、ヘキサン、アルコールだけでなく、酢酸エチル、テトラヒドロフラン、ハロゲン系溶媒、ジメチルスルホキシドなどシリカゲルベースのカラムに使用できる全ての溶媒をご使用頂けます。

CHIRALFLASH® IA/IC/ID/IE/IF で使用出来るよう、各種ラインナップを取り揃えております。

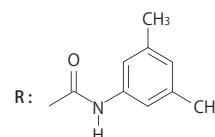
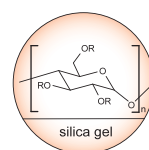
特徴

- HPLC 装置を使用する必要がありません
- 操作が簡便であり、短時間で分離をチェックできます
- 数回程度使用できます
- UV 吸収の無い化合物も、発色試薬で検出できる可能性があります

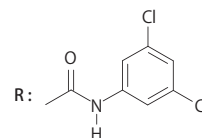
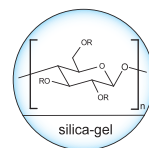
不斉識別剤の構造

2L-ChiralTLC® IA

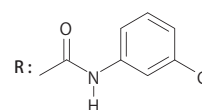
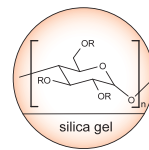
不斉識別剤 : Amylose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)
 粒径 : IA 20 μm

**2L-ChiralTLC® IC**

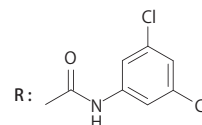
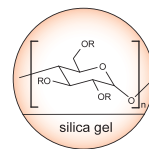
不斉識別剤 : Cellulose tris(3,5-dichlorophenylcarbamate)
 粒径 : IC 20 μm

**2L-ChiralTLC® ID**

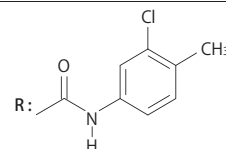
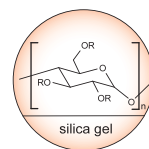
不斉識別剤 : Amylose tris(3-Chlorophenylcarbamate)
 粒径 : ID 20 μm

**2L-ChiralTLC® IE**

不斉識別剤 : Amylose tris(3,5-dichlorophenylcarbamate)
 粒径 : IE 20 μm

**2L-ChiralTLC® IF**

不斉識別剤 : Amylose tris(3-Chloro-4-methylphenylcarbamate)
 粒径 : IF 20 μm



サイズ：幅 × 長さ	200mm×100mm
層厚み	約 270 μm
粒子径	キラル充填剤：20 μm
スポッティング推奨量	1~5 μL
検出方法	UV254nm の照射で発色する蛍光剤（マンガン活性化ケイ酸亜鉛）をシリカゲル中に含有しています。 サンプルをスポット（影）として確認することができます。

※注意事項

- 展開溶媒（移動相）に使用する溶媒の種類によっては、展開の際に層の剥がれが生じる場合がございます。
 - 指などでプレート表面を強く押さえたり、擦り付けたりしないで下さい。ドット上のシリカゲルコートが剥離する恐れがございます。
- 特に TLC プレートを切断する際には、層表面に直接触れないよう養生する事をお奨め致します。

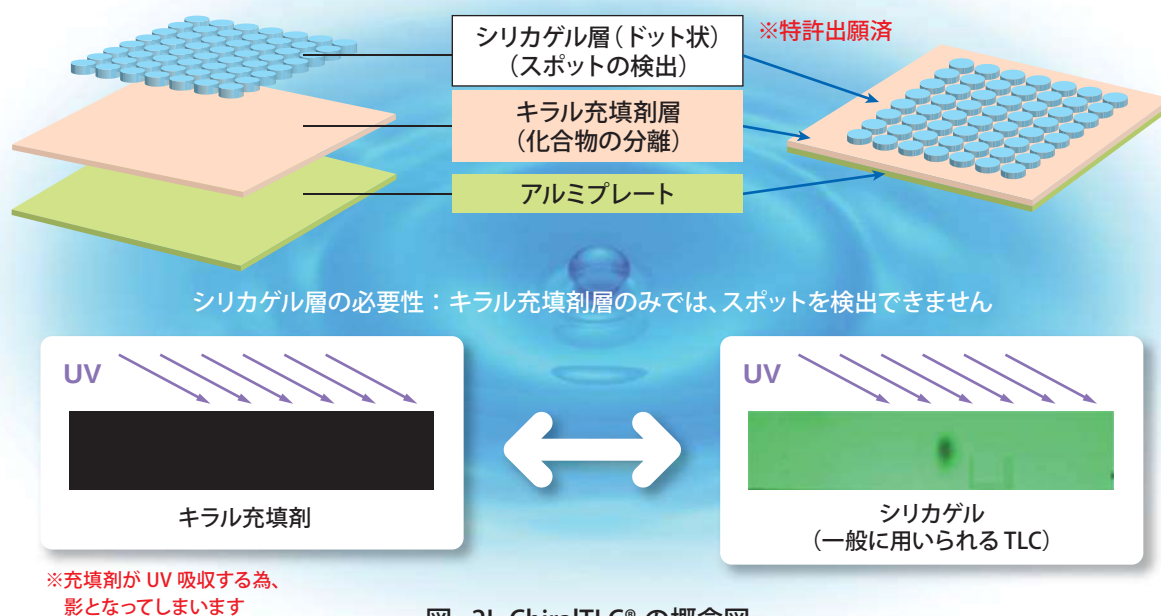


図 . 2L-ChiralTLC® の概念図

2 使用方法

サンプル評価

調製したサンプル溶液（試料）を TLC 表面の分離層にアプライ（スポットティング）します。

スポットティングは、アプライゾーン上（プレート下端から約 10mm の位置）に行ってください。

あらかじめ TLC の上部にスポットを行い、展開する前に UV を照射し、スポットが検出できるかどうか確認することをお勧めします。

サンプルスポットが確認しにくい場合

2L-ChiralTLC® 表面に適当な溶媒（例：エタノール）を噴霧した後、再度乾燥させてから UV を照射することでスポットが確認しやすくなることがあります。

（噴霧の際は、付属の噴霧器をご使用下さい）

酸性サンプル・塩基性サンプルを評価する場合

酸性サンプル・塩基性サンプルの分離では、非特異的な吸着の影響により、分離スポットがテーリングする場合がございます。

上記のサンプルをご使用の際には、下記操作の実施をお奨め致します。

1. 展開溶媒に酸（酢酸など）、塩基（ジエチルアミンなど）を 0.1vol% 程度加えて下さい。
2. 事前に 2L-ChiralTLC® をご使用する展開溶媒に 1 分程浸した後、乾燥させることで、2L-ChiralTLC® に履歴を付与します。
3. 履歴を付与したプレートを用いて、ご使用する展開溶媒を用いて、サンプルの展開操作を行います。

UV 吸収の弱いサンプルを評価する場合

各種発色試薬（リンモリブデン酸試薬、ヨウ素、p-アニスアルデヒド等）を用いてサンプルスポットを確認する方法がございます。

上記の場合、本 TLC 使用の前にあらかじめ市販のシリカゲル TLC 等で発色試薬を使用し、スポットの発色性を確認して下さい。

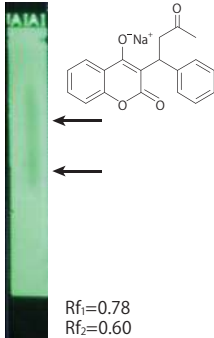
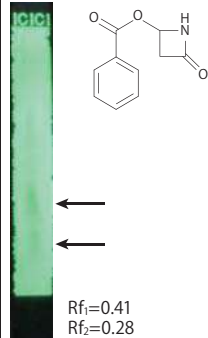
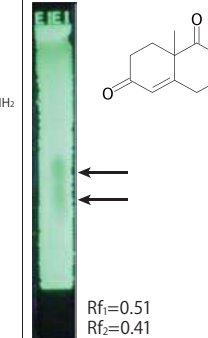
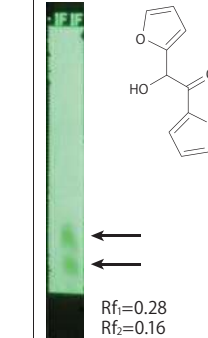
3 使用可能展開溶媒

本 TLC は、展開溶媒として様々な有機溶媒を使用することができます。

- ・ヘキサン、ヘプタン等のアルカン類
- ・メタノール、エタノール、2-プロパノール等のアルコール類
- ・メチル-*t*-ブチルエーテル（MTBE）
- ・塩化メチレン
- ・テトラヒドロフラン
- ・酢酸エチル
- ・クロロホルム
- ・アセトニトリル
- ・アセトン
- ・トルエン
- ・1,4-ジオキサン
- ・その他、シリカゲルベースの HPLC カラムに使用可能な有機溶媒

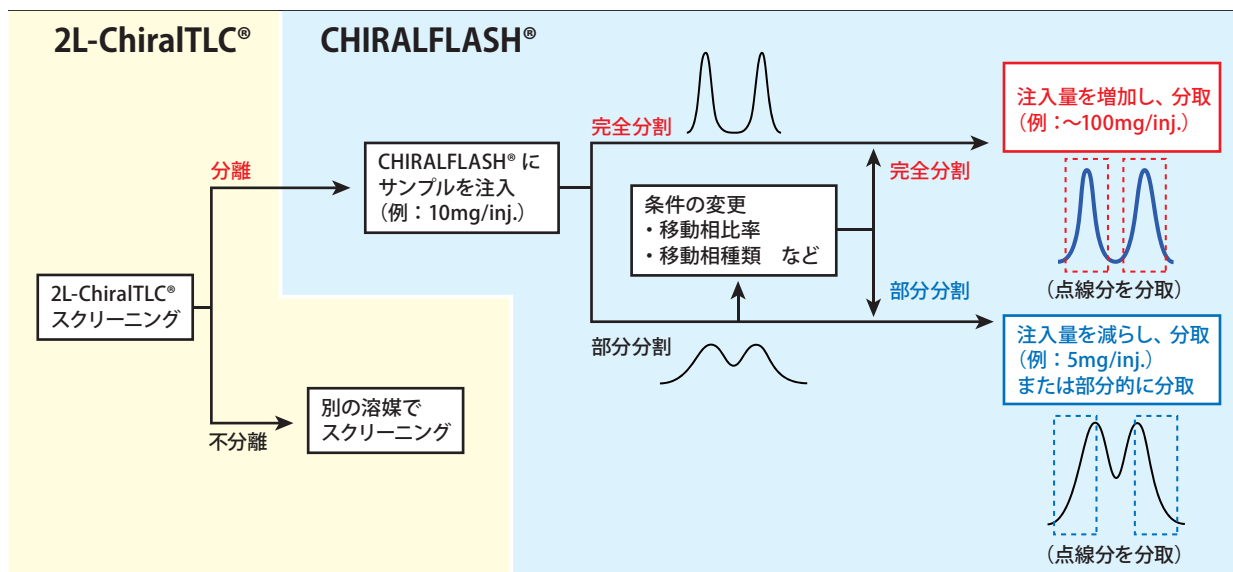
目次へ

4 分離例

品 種	2L-ChiralTLC® IA	2L-ChiralTLC® IC	2L-ChiralTLC® ID	2L-ChiralTLC® IE	2L-ChiralTLC® IF
サンプル名	Warfarin Sodium	4-Benzoyloxy-2-azetidinone	Aminogluthethimide	Wieland Miescher ketone (WMK)	Furoin
展開溶媒	n-Hex/2-Propanol/TFA = 50/50/0.1 (v/v/v)	n-Hex/2-Propanol = 50/50 (v/v)	AE/DEA = 100/0.1 (v/v)	n-Hex/EtOH = 60/40 (v/v) (2 回展開)	n-Hex/EtOH/MeOH = 75/15/15 (v/v/v)
サンプル濃度	25,000ppm	100,000ppm	20,000ppm	10,000ppm	50,000ppm
スポット量	1μL	1μL	1μL	1μL	1μL
検 出	UV 254nm	UV 254nm	UV 254nm	UV 254nm	UV 254nm
	 $R_f = 0.78$ $R_f = 0.60$	 $R_f = 0.41$ $R_f = 0.28$	 $R_f = 0.44$ $R_f = 0.16$	 $R_f = 0.51$ $R_f = 0.41$	 $R_f = 0.28$ $R_f = 0.16$

※ TFA = トリフルオロ酢酸、DEA = ジエチルアミン、AE = 酢酸エチル

5-1 分析条件の設定



5-2 推奨展開溶媒（移動相の組成・溶媒の種類）

表 1 に、2L-ChiralTLC® で推奨する展開溶媒の組合せと初期条件及びそれぞれの組合せにおいて、一般的に良好な分離が得られる組成範囲をまとめました。ハロゲン系溶媒、MTBE など極性の低い溶媒をご使用の場合は、これらの単独溶媒での使用も可能です。また THF や酢酸エチルなど溶出強度の強い溶媒の場合には、一般に炭化水素系の溶媒との混合系で使用する方が良い結果が得られます。

■ 展開溶媒選定の手順

- ① サンプル性状に従って、添加剤の要否を決めます。
酸性化合物の場合は酢酸を、塩基性化合物の場合はジエチルアミンを 0.1% 添加して下さい。
- ② 【表 1. 推奨する溶媒の組み合わせ】の典型的な初期条件をお試し下さい。
- ③ ②にて分離の兆しが見られた場合、【表 1 . 推奨する溶媒の組み合わせ】の推奨展開溶媒範囲を参考にして展開溶媒の組成を最適化して下さい。

■ 表 1. 推奨する溶媒の組合せ

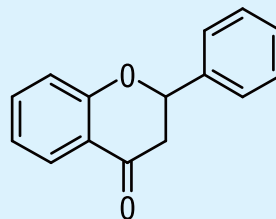
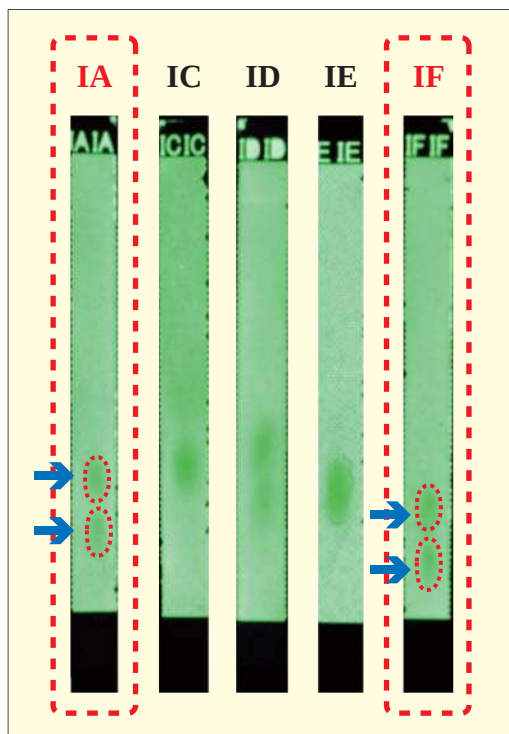
	アルカン ^① / アルコール ^②	アルカン ^① / 酢酸エチル	アルカン ^① / 酢酸エチル	アルカン ^① / THF	MTBE/ エタノール
典型的な初期条件	90 : 10	90 : 10	70 : 30	90 : 10	100 : 0
推奨する組成範囲	95 : 5～0 : 100 ^③	95 : 5～0 : 100	95 : 5～0 : 100	95 : 5～50 : 50	100 : 0～80 : 20

- ① 典型的なアルカンとしては、n-ヘキサン、iso-ヘキサン、n-ヘプタンが上げられます。
サンプルによってはアルカンの種類によって多少分離が異なることがあります。
- ② 典型的なアルコールとしては、メタノール、エタノール、2-プロパノールが上げられます。
また上記以外のアルコールとして、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。
サンプルによっては、アルコールの種類によって大きく分離が異なることがあります。
- ③ アルコールの混合溶媒は、組成によって粘度が高くなる場合があります。
通常アルコールの組成が高くなるほど保持時間は短くなりますが、アルコールが 50%以上の領域では顕著な効果が見られなくなることがあります。
メタノールの使用組成に制限はありませんが、アルカン類との相溶性のため、メタノールの組成と同量以上のエタノール又は 2-プロパノールと混合して使用されることを推奨します。エタノール又は 2-プロパノールを混合されない場合、5%以上のメタノールを使用すると二層分離する危険性が極めて高くなります。
又 5%以下でご使用になる場合でも、メタノール単独で調整される場合は、移動相を継続的に攪拌することをお勧めします。

5-3 | 2L-ChiralTLC® を用いたスクリーニング

■ 例：Flavanone の分取条件検討例

Step 1. 2L-ChiralTLC® IA, IC, ID, IE, IF でサンプル (Flavanone) をスポットし、それぞれを展開します。



Sample : Flavanone
Solvent : n-Hex/EtOH=90/10 (v/v)
Sample conc. : 5,000mg/L
Sample amount : 1 μ L
Det. : UV 254nm

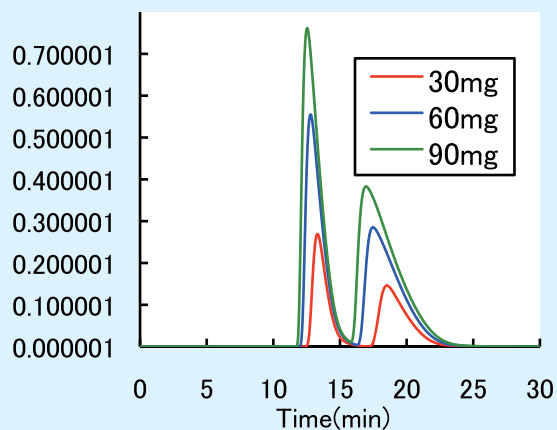
Step 2. 2L-ChiralTLC® で分離が得られれば、CHIRALFLASH® で分取が可能です

2L-ChiralTLC® IA



Solvent : n-Hex/EtOH=90/10 (v/v)

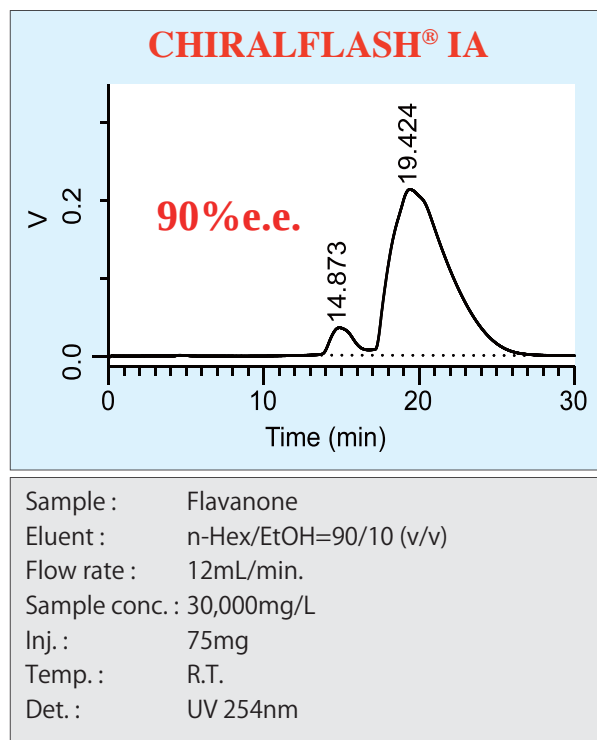
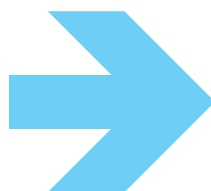
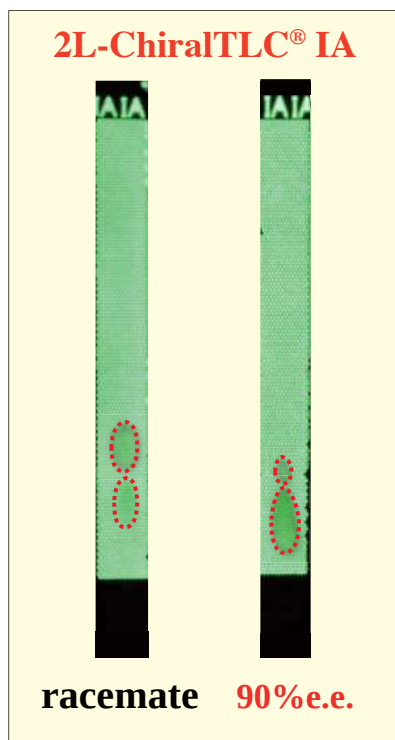
CHIRALFLASH® IA



Sample : Flavanone
Eluent : n-Hex/EtOH=90/10 (v/v)
Flow rate : 12mL/min.
Sample conc. : 30,000mg/L
Inj. : 30mg, 60mg, 90mg
Temp. : R.T.
Det. : UV 254nm

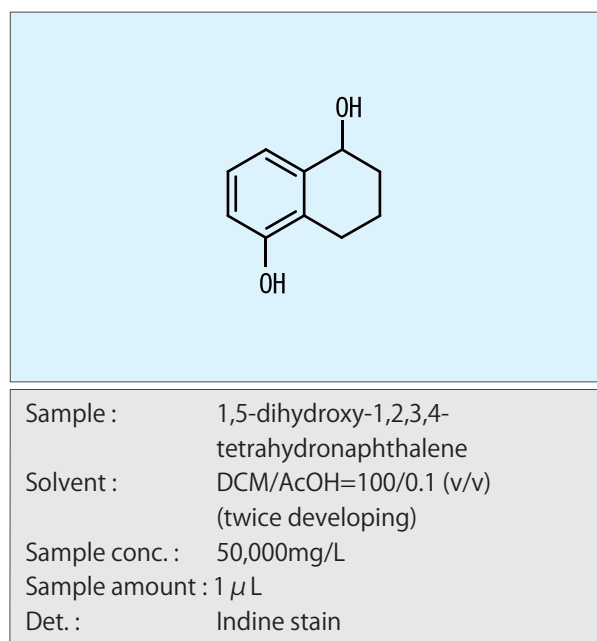
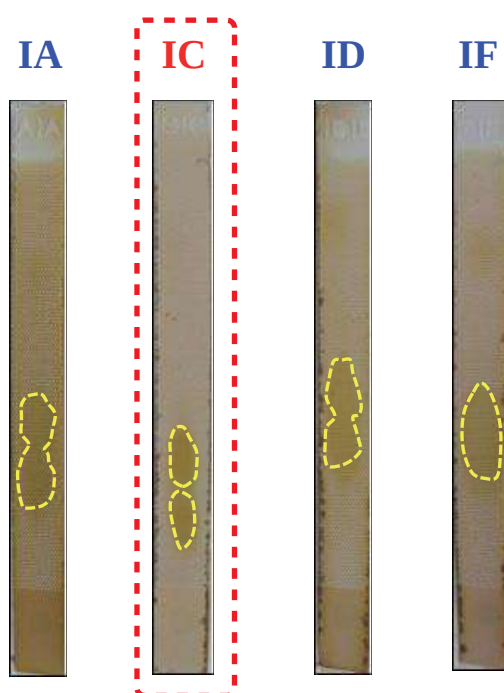
5-4 | 応用編

■ 大まかな光学活性体比率の確認



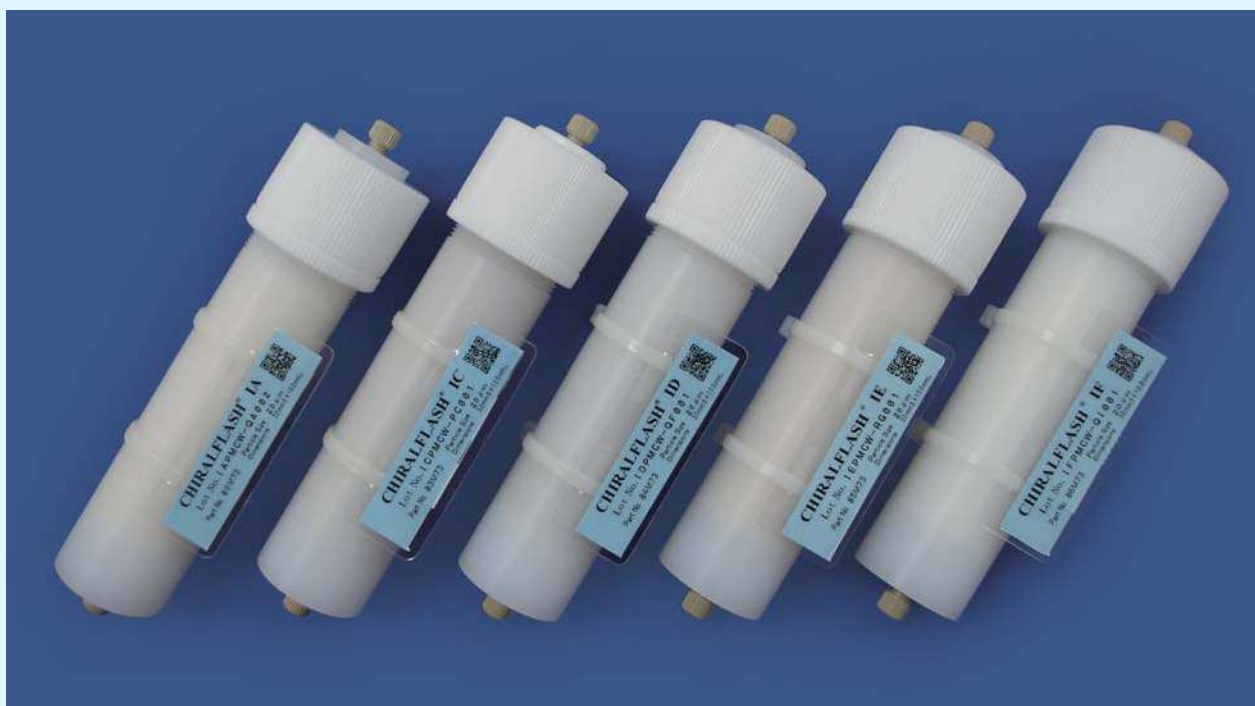
2L-ChiralTLC® で大まかな光学活性体比率の確認が可能です

■ 発色試薬を用いたTLCの分離例



※DCM：ジクロロメタン

CHIRALFLASH® IA/IC/ID/IE/IF



CHIRALFLASH® IA/IC/ID/IE/IF は、耐溶剤型のキラル充填剤をフッ素系樹脂カラムに充填した中圧クロマト用キラルカラムです。

キラルセクターである多糖誘導体を基材のシリカゲルに固定化しており、移動相や試料溶解溶媒としてヘキサン、アルコールだけでなく、酢酸エチル、テトラヒドロフラン、ハロゲン系溶媒、ジメチルスルホキシドなどシリカゲルベースのカラムに使用できる全ての溶媒をご使用頂けます。

1/4-28UNF サイズのジョイントを用いて簡単に中圧クロマト装置へカラムを装着することが可能です。

特徴

- 数十 mg ～数百 mg のサンプルを分取できます
- 様々な有機溶媒を移動相として使用できます
- 逆洗が可能です
- 繰り返し使用できます
- カラムは半透明なので分離の様子が観察できます

1 カラムの仕様

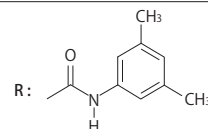
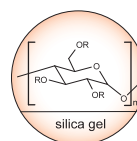
不斉識別剤の構造

CHIRALFLASH® IA

カラムエンド： 1/4-28 UNF メス

不斉識別剤： Amylose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)

粒径： IA 20 μm

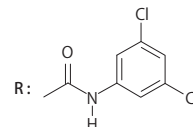
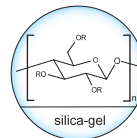


CHIRALFLASH® IC

カラムエンド： 1/4-28 UNF メス

不斉識別剤： Cellulose tris(3,5-dichlorophenylcarbamate)

粒径： IC 20 μm

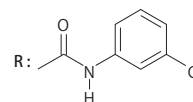
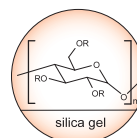


CHIRALFLASH® ID

カラムエンド： 1/4-28 UNF メス

不斉識別剤： Amylose tris(3-Chlorophenylcarbamate)

粒径： ID 20 μm

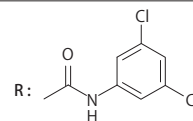
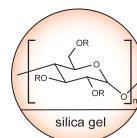


CHIRALFLASH® IE

カラムエンド： 1/4-28 UNF メス

不斉識別剤： Amylose tris(3,5-dichlorophenylcarbamate)

粒径： IE 20 μm

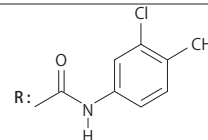
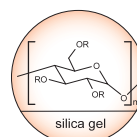


CHIRALFLASH® IF

カラムエンド： 1/4-28 UNF メス

不斉識別剤： Amylose tris(3-Chloro-4-methylphenylcarbamate)

粒径： IF 20 μm



カラムサイズ	内径 × 長さ (mm)	30×100
	外径 × 長さ (mm)	38×150
材質		フッ素系樹脂
充填剤	種類	IA 20 μm、IC 20 μm、ID 20 μm、IE 20 μm、IF 20 μm
	充填剤量 (g)	40
ベッドボリューム	mL	50
耐圧	MPa	最大圧力 1.5
推奨流量	mL/min	12
サンプル負荷量		数十 mg～数百 mg
移動相	炭化水素系、アルコール系、酢酸エチル、THF、ハロゲン系 等	
保管方法	1 週間以上使用しない場合はエタノール置換して保存して下さい。	

※ 注意事項

- ・ エンドキャップを開けないで下さい。分離に影響する恐れがあります。
- ・ 最大圧力 (1.5MPa) を超えるようであればポンプ停止して下さい。
- ・ 本カラムは試験研究用途のみでご使用ください。本カラムを使用して分取したサンプルを人体への投与を目的として使用しないで下さい。
- ・ カラムをお使いの際には、分取操作を行う前に十分な量の移動相 (300 mL ~ 600mL 程度) でエージング操作を行ってください。一般に DL 分離では、グラジエント操作は特に必要なくイソクラの条件にてご使用可能です。
- ・ 逆洗を実施する場合には、推奨流量以下の低流量で徐々に通液して下さい。
- ・ カラムを落下させるなどして強い衝撃を与えたり、カラムを分解しないで下さい。破損や分離性能の悪化を招く恐れがあります。

2 使用可能溶媒

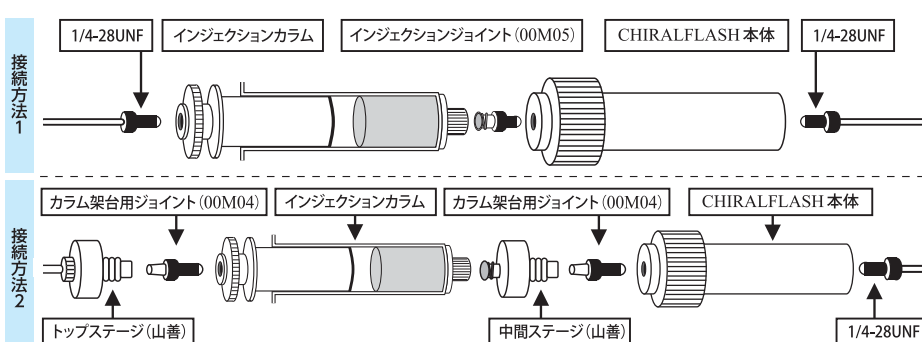
本カラムは、移動相やサンプル溶解液に様々な有機溶媒を使用することができます。

- ・ ヘキサン、ヘプタン等のアルカン類
- ・ メタノール、エタノール、2-プロパノール等のアルコール類
- ・ メチル-tert-ブチルエーテル (MTBE)
- ・ 塩化メチレン
- ・ テトラヒドロフラン
- ・ 酢酸エチル
- ・ クロロホルム
- ・ アセトニトリル
- ・ アセトン
- ・ トルエン
- ・ 1,4-ジオキサン
- ・ その他、シリカゲルベースの HPLC カラムに使用可能な溶媒

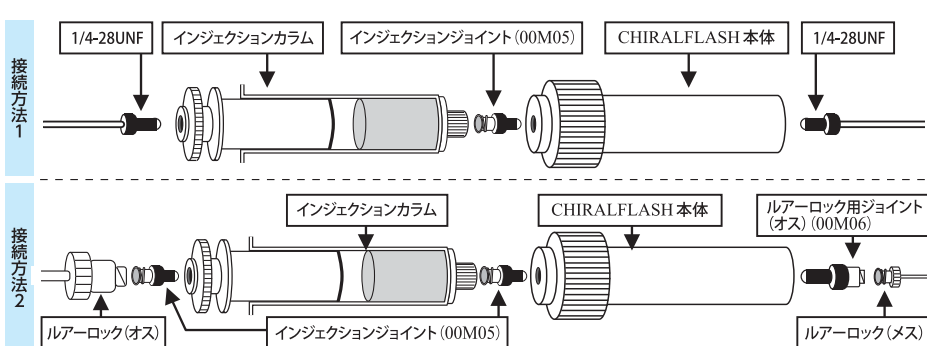
3 中圧クロマト装置への据付

各社中圧クロマト装置への取付が可能なジョイント類を取り揃えております。
ご使用にあたっては、インジェクションカラムをご使用頂くことをお奨めいたします。
(インジェクションカラムの詳細は p.10 をご覧下さい。)

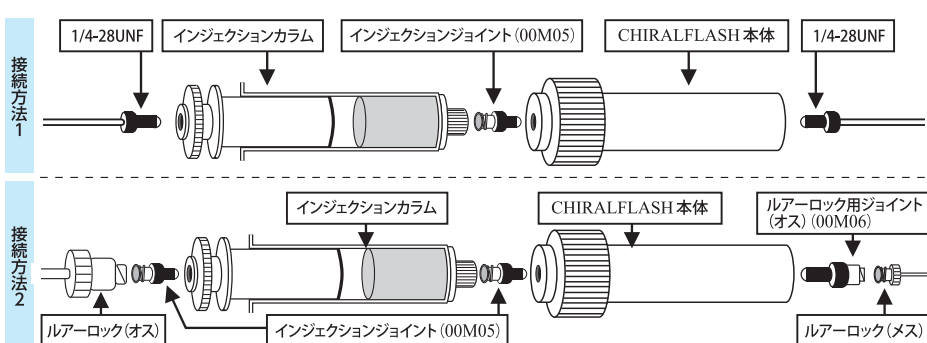
山
善
様



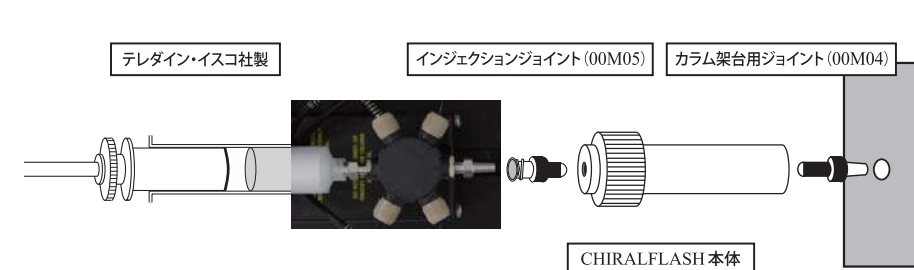
バイ
オ
タ
ー
ジ
様



昭
光
サイ
エン
ティ
フィ
ック
様



テ
レ
ダ
イン・イ
スコ
様



ジョイント類のラインナップ



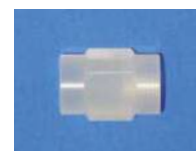
カラム架台用
ジョイント
(00M04)



インジェクション
ジョイント
(00M05)



ルアーロック用
ジョイント (オス)
(00M06)



シリッジジョイント
(00M07)



ルアーロック用
ジョイント
(00M08)



ルアーロック用
ジョイント
(00M09)

目次へ

4 アクセサリー（インジェクションカラム、接続治具）

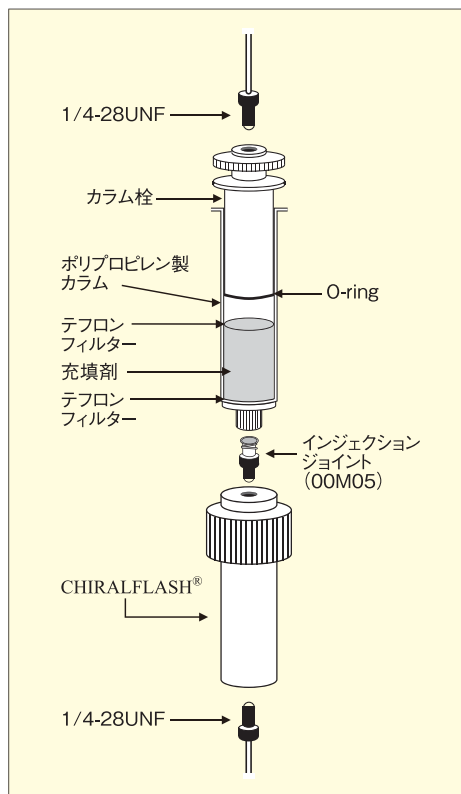
中圧クロマト装置への据付に必要なパーツ類、インジェクションカラムをご用意しております。

4-1 インジェクションカラム

本カラムの汚染を防止するためのガードカラムとして、また、サンプルをロードするためのインジェクションカラムとしてインジェクションカラムをご用意しております。

表面修飾シリカを充填しており、酸性、塩基性、中性のいずれの化合物でもお使い頂けます。

サイズは S,M,L の 3 種類をご用意しております。



←00M03
インジェクションカラム L

←00M02
インジェクションカラム M

←00M01
インジェクションカラム S

SIZE		SIZE S	SIZE M	SIZE L
Column Size (mm)	Column Length	φ15×44	φ20×75	φ26×80
	Tube Length	φ15×85	φ20×95	φ26×135
Packing Weight (g)		4.5	13	25
Max. Injection Volume (mL)		4.5	13	25

インジェクションカラムをご使用頂くためには、インジェクションカラムのサイズ (S,M,L) に対応する「カラムホルダー」「カラム栓」が必要です。

4-2 パーツ類



00M13 カラムホルダー S
00M14 カラムホルダー M
00M15 カラムホルダー L



00M10 カラム栓 S
00M11 カラム栓 M
00M12 カラム栓 L

5-1 2L-ChiralTLC® を用いる方法

2L-ChiralTLC® は CHIRALFLASH® と同じ 20 μ m の充填剤を使用しており、以下の手順で検討して頂く事で、CHIRALFLASH® の条件を設定できます。

① 2L-ChiralTLC® に分取したいサンプルをスポットし、各種展開溶媒にて展開します (図)。

(分離が得られない場合は、他の展開溶媒、品種をお試しください)

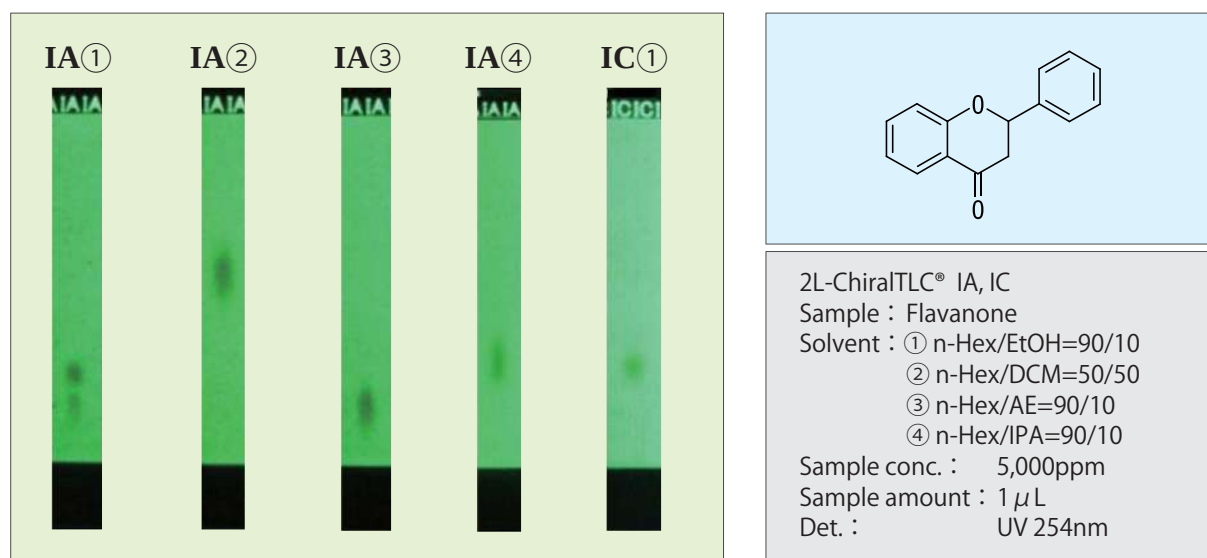


図 . 2L-ChiralTLC® を用いた分離条件検討

(注 : n-Hex=n-ヘキサン, EtOH=エタノール, DCM=ジクロロメタン, EtOAc=酢酸エチル, IPA=2-プロパノール)

② 分離が得られた場合、分離が得られた展開溶媒を移動相として用い、また分離が得られた 2L-ChiralTLC® の品種に対応する CHIRALFLASH® (3cmI.D.×10cmL) を用いて分取サンプルを注入します。分離の程度により移動相やサンプル負荷量等を調節し、分取条件を設定します。

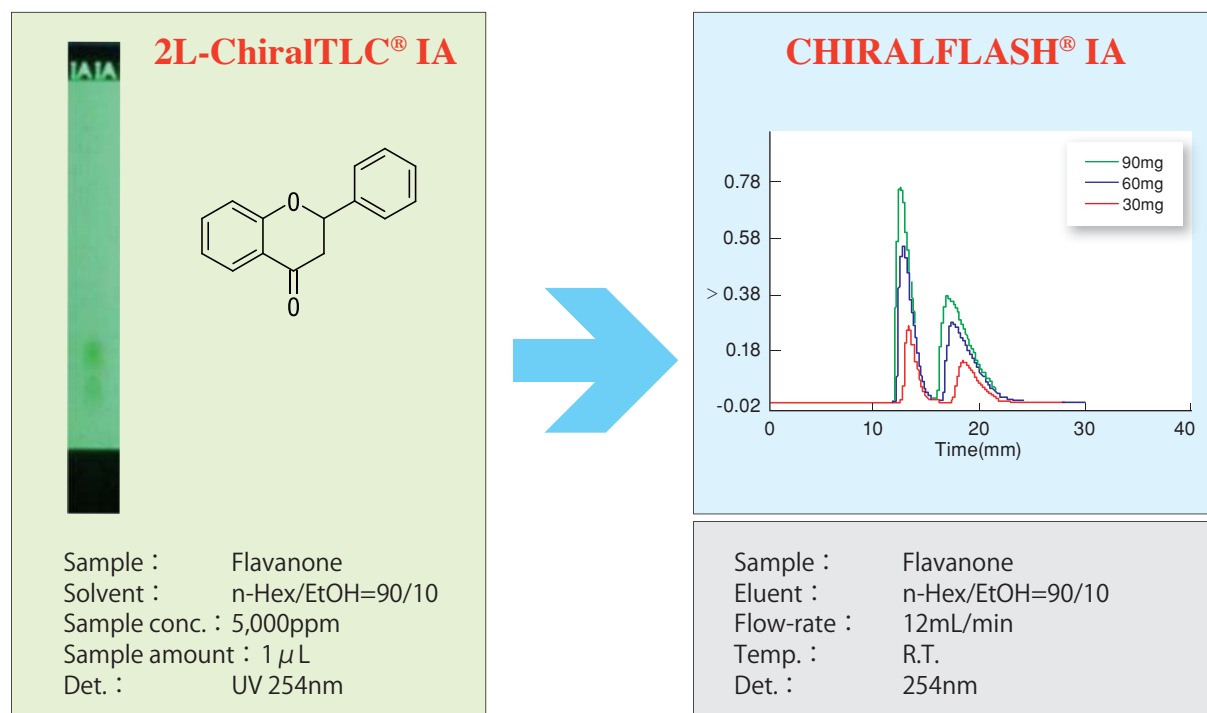


図 . CHIRALFLASH® での負荷条件設定

5-2 | 検討用 HPLC カラムを用いる方法

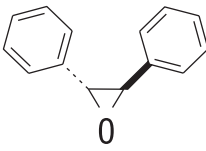
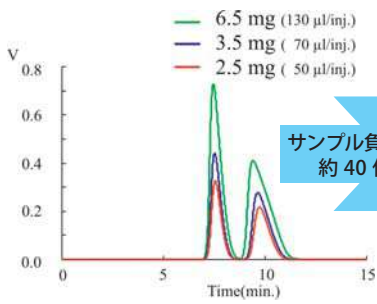
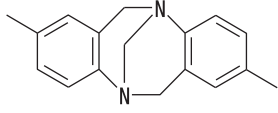
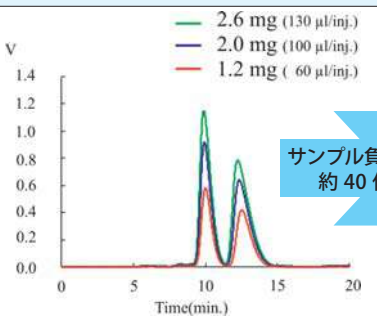
分離検討用 HPLC カラムを用いて、HPLC システムと組み合わせることで、① 分離条件（溶媒選択、組成調整）の探索と、② サンプル負荷検討（分取時間の推定とサンプル負荷量の予想）を行うことができます。分離検討用 HPLC カラムには、CHIRALPAK® IA(20 μm)、CHIRALPAK® IC(20 μm)、CHIRALPAK® ID(20 μm)、CHIRALPAK® IE(20 μm)、CHIRALPAK® IF(20 μm) の 5 種類をご用意しています。

分離検討用 HPLC カラムは、CHIRALFLASH® と同じキラル固定相・粒子径の充填剤を充填しており、CHIRALFLASH® と同じ充填長 (10cm) を持ちます。そのため、分離検討用 HPLC カラムを用いて検討した分離条件を CHIRALFLASH® での分取条件に適用することができます。

サンプル負荷量は、次式の通りカラムの断面積に比例し、約 40 倍にてスケールアップすることが可能です。

$$\text{CHIRALFLASHでのサンプル負荷量} : Y(\text{mg}) = X(\text{mg}) \times \frac{\left(\frac{30}{2}\right)^2 \times \pi}{\left(\frac{4.6}{2}\right)^2 \times \pi} \div X(\text{mg}) \times 40\text{倍}$$

X: 検討用 HPLC カラムでのサンプル負荷量

カラムサイズ (内径 × 長さ)	〈CHIRALPAK® IC (20 μm)〉 4.6×100mm	〈CHIRALFLASH® IC〉 30×100mm
流 速	0.28mL/min	12.0mL/min
trans-Stilbene Oxide (t-SO)  $\alpha=1.7$	注入試料濃度：50g/L in Eluent 	
Tröger's-Base (TB)  $\alpha=1.4$	注入試料濃度：50g/L in Eluent 	

Eluent : n-ヘキサン / 2-プロパノール = 90 / 10 (v/v)
 Temp. : R.T.
 Detect : UV254 nm

5-3 | 推奨移動相（移動相の組成、溶媒の種類）

表 1 に、CHIRALFLASH® で推奨する溶媒の組合せと初期条件、及びそれぞれの組合せにおいて、一般的に良好な分離が得られる組成範囲をまとめました。ハロゲン系溶媒、MTBE、など極性の低い溶媒をご使用の場合は、これらの単独溶媒での使用も可能です。また THF や酢酸エチルなど溶出強度の強い溶媒の場合には、一般に炭化水素系の溶媒との混合系で使用する方が良い結果が得られます。

移動相選定の手順

- ① 資料の性状に従って、添加剤の要否を決めます。
酸性化合物の場合は酢酸を、塩基性化合物の場合はジエチルアミンを 0.1% 添加して下さい。
- ② 検討用 HPLC カラムにて、【表 1. 推奨する溶媒の組み合わせ】の「典型的な初期条件」を左から順にお試し下さい。
- ③ ②にて分離の兆しが見られた場合、【表 1. 推奨する溶媒の組み合わせ】の推奨移動相範囲を参考にして移動相組成を最適化して下さい。

■ 表 1. 推奨する溶媒の組合せ

	アルカン ^① / アルコール ^②	アルカン ^① / 酢酸エチル	アルカン ^① / 酢酸エチル	アルカン ^① / THF	MTBE/ エタノール
典型的な初期条件	90 : 10	90 : 10	70 : 30	90 : 10	100 : 0
推奨する組成範囲	95 : 5 ~ 0 : 100 ^③	95 : 5 ~ 0 : 100	95 : 5 ~ 0 : 100	95 : 5 ~ 50 : 50	100 : 0 ~ 80 : 20

- ① 典型的なアルカンとしては、n-ヘキサン、iso-ヘキサン、n-ヘプタンが上げられます。
サンプルによってはアルカンの種類によって多少分離が異なることがあります。
- ② 典型的なアルコールとしては、メタノール、エタノール、2-プロパノールが上げられます。
また上記以外のアルコールとして、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。
サンプルによっては、アルコールの種類によって大きく分離が異なることがあります。
- ③ アルコールの混合溶媒は、組成によって粘度が高くなる場合があります。
通常アルコールの組成が高くなるほど保持時間は短くなりますが、アルコールが 50%以上の領域では顕著な効果が見られなくなることがあります。
メタノールの使用組成に制限はありませんが、アルカン類との相溶性のため、メタノールの組成と同量以上のエタノール又は 2-プロパノールと混合して使用されることを推奨します。エタノール又は 2-プロパノールを混合されない場合、5%以上のメタノールを使用すると二層分離する危険性が極めて高くなります。
又 5%以下でご使用になる場合でも、メタノール単独で調整される場合は、移動相を継続的に攪拌することをお勧めします。

6 サンプルインジェクションの方法

サンプルインジェクションの方法は、大きく分けて下記の2種類があります

6-1 インジェクションカラムを使用する方法



① インジェクションカラムにサンプル溶液を注入します※1



② サンプル液を層に浸透させます



③ インジェクションカラムにカラム栓とカラムホルダーを装着し、CHIRALFLASH カラムに接続します

6-2 直接注入する方法



① CHIRALFLASH カラムの入口にインジェクションジョイントを接続します



② シリンジを用いてサンプル溶液を吸引します



③ シリンジの先端にカートリッジ式のメンブレンフィルター (0.5 μm 程度) を装着します※2



④ サンプルを CHIRALFLASH カラムに注入します

※1：希薄濃度のサンプルを大量に注入する場合、インジェクションカラム内での拡散の影響により分離が悪くなるケースがあります。そのようなケースでは直接注入による方法をお試し下さい。

※2：CHIRALFLASH カラムを長くお使いいただくために、0.5 μm 程度のメンブレンフィルターにてサンプル濾過することをお奨めいたします。

Column : CHIRALFLASH® IC

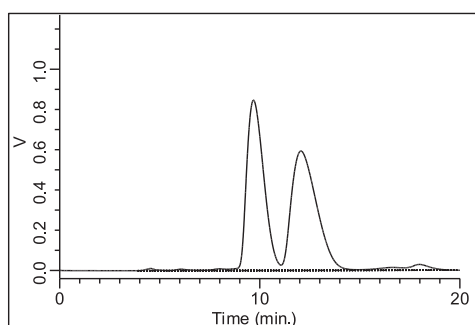
Flow-rate : 12.0mL/min

Sample : Tröger's-Base, 20g/L in Eluent $\times$ 4.5mL/inj.

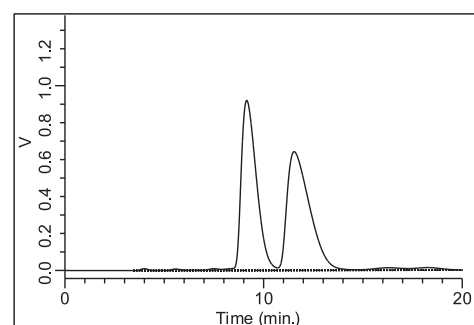
Detection : UV 254nm

Eluent : 90/10 = n-Hexane/2-Propanol

インジェクションカラム (Size-S) 使用



サンプル直接注入



7-1 | 洗浄方法

移動相に塩基性や酸性の添加剤を加えてお使いになられた場合には、使用後速やかに添加剤を含まない移動相を十分に通液し、添加剤を除去して下さい。

また、カラムの使用後は、エタノールで 6 mL/min.×30 分間以上洗浄して頂くことをお勧めいたします。

7-2 | リセット方法

多糖系光学分割用カラムの分離特性は、多糖の高次構造に依存します。移動相や温度条件によってはこの高次構造が変化することがあり、そのような条件下で長時間使用されたカラムでは、それ以前の分離が再現できなくなる可能性があります。このような現象が見られた場合には、下記の手順に従ってカラム分離特性の"リセット"を実施してください。この操作によって分離特性の復帰が可能な場合があります。

また下記の手順はカラムの洗浄条件としてもお使い頂けます

(但し、下記の溶媒に対するサンプル又は不純物の溶解度が低い場合には、あらかじめそれらの溶解度が高い移動相を数時間～十数時間通液した後、下記の手順を実施して下さい)。

CHIRALFLASH®IA/ID/IE/IF のリセット方法

- 1) エタノールを 6 mL/min で 120 分程度通液して下さい。
- 2) N,N-ジメチルホルムアミド (DMF) を 6 mL/min で 120 分程度通液して下さい。
- 3) エタノールを 6 mL/min で 60 分程度通液して下さい。
- 4) n-ヘキサン/エタノール=9/1 (v/v) を 12 mL/min で 60 分以上通液して十分平衡化した後、出荷時の品質検査レポートの分析条件を参考にしてカラムの分離性能をチェックし、出荷時の保持性能 (保持係数 k' , 分離係数 α) に近い分離特性を示すか確認して下さい。

CHIRALFLASH®IC のリセット方法

- 1) エタノールを 6 mL/min で 120 分程度通液して下さい。
- 2) 酢酸エチルを 6 mL/min で 120 分程度通液して下さい。
- 3) エタノールを 6 mL/min で 60 分程度通液して下さい。
- 4) n-ヘキサン/2-プロパノール=9/1 (v/v) を 12 mL/min で 60 分以上通液して十分平衡化した後、出荷時の品質検査レポートの分析条件を参考にしてカラムの分離性能をチェックし、出荷時の保持性能 (保持係数 k' , 分離係数 α) に近い分離特性を示すか確認して下さい。

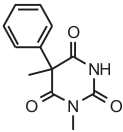
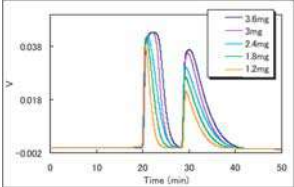
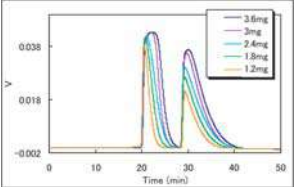
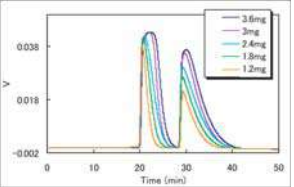
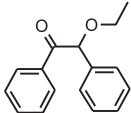
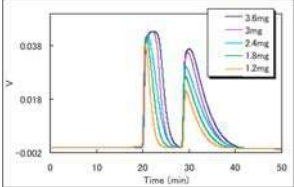
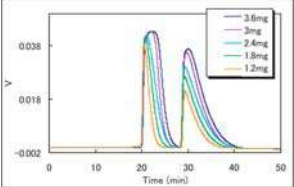
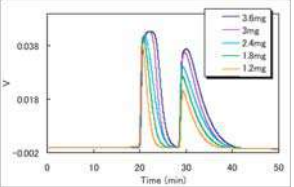
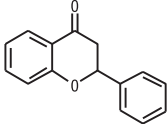
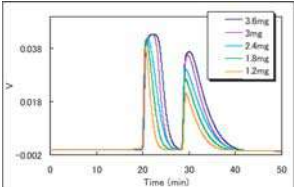
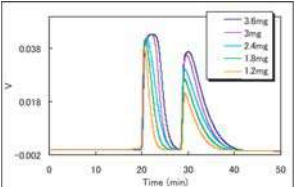
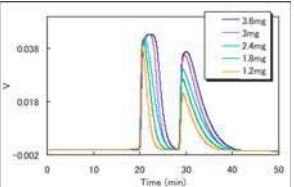
※上記の手順でカラムが十分にリセットされなかった場合は、再度上記の手順を繰り返して下さい。但し、カラム段数はお使いの装置やカラム装着方法によって影響を受けます。また、カラムの繰り返し利用による充填状態の経時的な変化の影響を受ける場合があります。

7-3 | 保存方法

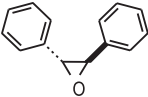
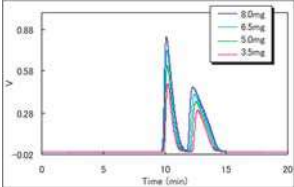
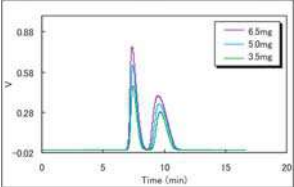
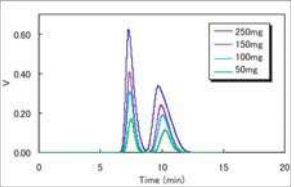
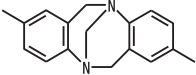
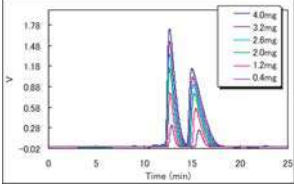
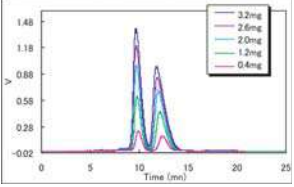
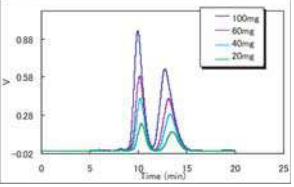
カラムを 1 週間以上ご使用にならない場合には、エタノールに置換して保存して下さい。

塩基性や酸性の添加剤をお使いになられた場合、又は移動相に塩を加えてお使いになられた場合には、使用後速やかに添加剤や塩を含まない移動相にて置換して下さい。

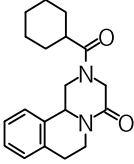
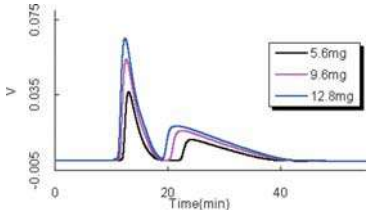
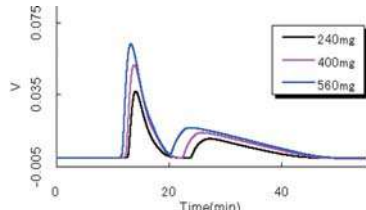
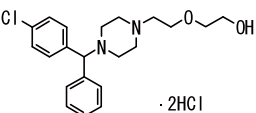
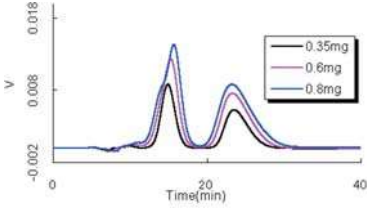
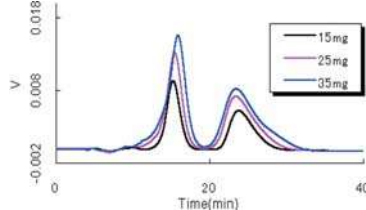
8-1 | 分析カラム (CHIRALPAK® IA) および CHIRALFLASH® IA を用いた 各種サンプルの分離例

	分析カラム (CHIRALPAK® IA)		CHIRALFLASH® IA
	dp=5 μm 4.6mm ID×150mmL	dp=20 μm 4.6mm ID×100mmL	dp=20 μm 30mm ID×100mmL
1) Hexobarbital  n-Hexane/2-Propanol = 90/10 vol/vol	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 3g/L, ~ 1200 μL/inj. (= ~ 3.6mg) Analytical Data : k'1=2.1, k'2=3.9, α=1.9	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 3g/L, ~ 800 μL/inj. (= ~ 2.4mg) Analytical Data : k'1=2.5, k'2=5.1, α=2.0	 Flow rate : 12mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 3g/L, ~ 30mL/inj. (= ~ 90mg) Analytical Data : k'1=2.5, k'2=5.0, α=2.0
2) Benzoin ethyl ether  n-Hexane/EtOAc = 90/10 vol/vol	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 100g/L, ~ 120 μL/inj. (= ~ 12mg) Analytical Data : k'1=1.4, k'2=4.4, α=3.1	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 100g/L, ~ 100 μL/inj. (= ~ 10mg) Analytical Data : k'1=1.5, k'2=4.9, α=3.3	 Flow rate : 12mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 100g/L, ~ 4mL/inj. (= ~ 400mg) Analytical Data : k'1=1.6, k'2=4.9, α=3.3
3) Flavanone  n-Hexane/EtOH = 90/10 vol/vol	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 30g/L, ~ 140 μL/inj. (= ~ 4.2mg) Analytical Data : k'1=1.8, k'2=3.3, α=1.8	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 30g/L, ~ 100 μL/inj. (= ~ 3.0mg) Analytical Data : k'1=2.1, k'2=3.8, α=1.8	 Flow rate : 12mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 30g/L, ~ 100 μL/inj. (= ~ 90mg) Analytical Data : k'1=2.1, k'2=3.9, α=1.9

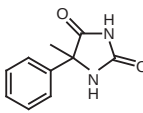
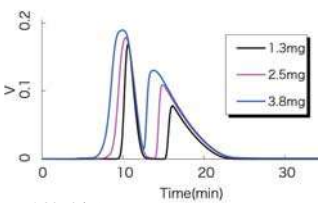
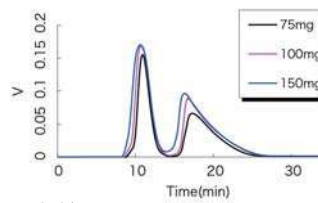
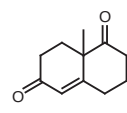
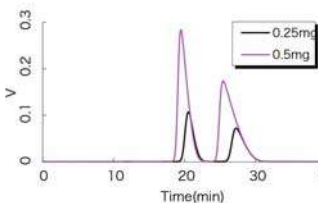
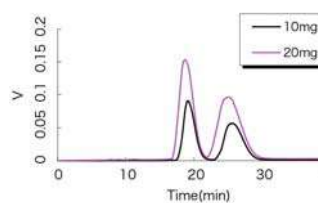
8-2 | 分析カラム (CHIRALPAK® IC) および CHIRALFLASH® IC を用いた 各種サンプルの分離例

	分析カラム (CHIRALPAK® IC)		CHIRALFLASH® IC
	dp=5 μm 4.6mm ID×150mmL	dp=20 μm 4.6mm ID×100mmL	dp=20 μm 30mm ID×100mmL
1) trans-Stilbene oxide  n-Hexane/2-Propanol = 90/10 vol/vol	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 50g/L, ~ 160 μL/inj. (= ~ 8.0mg) Analytical Data : k' 1=0.5, k' 2=0.9, α=1.8	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 50g/L, ~ 160 μL/inj. (= ~ 6.5mg) Analytical Data : k' 1=0.7, k' 2=1.3, α=1.7	 Flow rate : 12mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 50g/L, ~ 5mL/inj. (= ~ 250mg) Analytical Data : k' 1=0.8, k' 2=1.4, α=1.8
2) Tröger's-Base  n-Hexane/2-Propanol = 90/10 vol/vol	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 20g/L, ~ 200 μL/inj. (= ~ 4mg) Analytical Data : k' 1=0.9, k' 2=1.3, α=1.5	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 20g/L, ~ 160 μL/inj. (= ~ 3.2mg) Analytical Data : k' 1=1.4, k' 2=1.9, α=1.4	 Flow rate : 0.28mL/min Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 20g/L, ~ 5mL/inj. (= ~ 100mg) Analytical Data : k' 1=1.4, k' 2=1.9, α=1.4

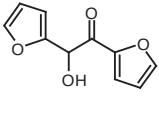
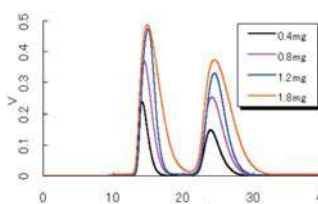
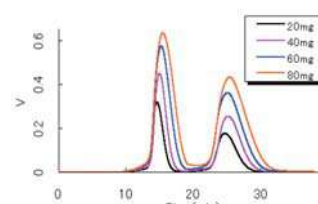
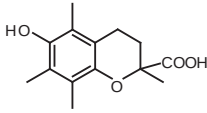
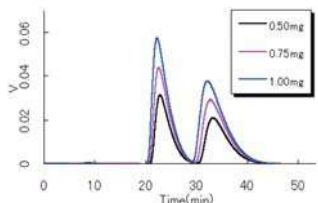
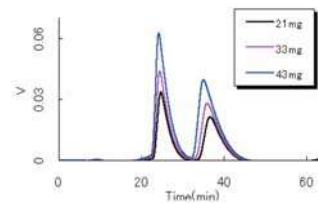
8-3 | 分析カラム (CHIRALPAK® ID) および CHIRALFLASH® ID を用いた 各種サンプルの分離例

	HPLC Analytical column (CHIRALPAK® ID) dp=20 μm 4.6mm ID×100mmL	CHIRALFLASH® ID dp=20 μm 30mm ID×100mmL
1) Praziquantel  EtOH = 100 vol	 Flow rate : 0.28mL/min. Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 80g/L, ~ 160 μL/inj. (= ~ 12.8mg) Analytical Data : k' 1=2.2, k' 2=5.5, α=2.5	 Flow rate : 12mL/min. Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 80g/L, ~ 7mL/inj. (= ~ 560mg) Analytical Data : k' 1=2.0, k' 2=5.2, α=2.6
2) Hydroxyzine dihydrochloride  n-Hexane/2-Propanol/DEA = 80/20/0.1 vol/vol/vol	 Flow rate : 0.28mL/min. Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 5g/L, ~ 160 μL/inj. (= ~ 0.8mg) Analytical Data : k' 1=2.3, k' 2=4.1, α=1.8	 Flow rate : 12mL/min. Temp : R.T. Det. : UV254nm Sample : 5g/L, ~ 7mL/inj. (= ~ 35mg) Analytical Data : k' 1=2.4, k' 2=4.6, α=1.9

8-4 | 分析カラム (CHIRALPAK® IE) および CHIRALFLASH® IE を用いた 各種サンプルの分離例

	HPLC Analytical column (CHIRALPAK® IE) dp=20 μm 4.6mm ID×100mmL	CHIRALFLASH® IE dp=20 μm 30mm ID×100mmL
1) 5-methyl-5-phenylhydantoin  n-Hexane/EtOH = 70/30 vol/vol	 Flow rate : 0.28mL/min. Temp : R.T. Det. : UV230nm Sample : 25g/L, ~ 150 μL/inj. (= ~ 3.8mg) Analytical Data : k' 1=1.6, k' 2=3.8, α=2.4	 Flow rate : 12mL/min. Temp : R.T. Det. : UV230nm Sample : 25g/L, ~ 6mL/inj. (= ~ 150mg) Analytical Data : k' 1=1.6, k' 2=3.8, α=2.4
2) Wieland–Miescher ketone  n-Hexane/EtOH = 60/40 vol/vol	 Flow rate : 0.28mL/min. Temp : R.T. Det. : UV230nm Sample : 100g/L, ~ 5 μL/inj. (= ~ 0.5mg) Analytical Data : k' 1=3.7, k' 2=5.2, α=1.4	 Flow rate : 12mL/min. Temp : R.T. Det. : UV230nm Sample : 100g/L, ~ 0.2mL/inj. (= ~ 20mg) Analytical Data : k' 1=3.7, k' 2=5.2, α=1.4

8-5 | 分析カラム (CHIRALPAK® IF) および CHIRALFLASH® IF を用いた 各種サンプルの分離例

	HPLC Analytical column (CHIRALPAK® IF) dp=20 μm 4.6mm ID×100mmL	CHIRALFLASH® IF dp=20 μm 30mm ID×100mmL
1) Furoin  n-Hexane/2-Propanol = 90/10 vol/vol	 Flow rate : 0.28mL/min. Temp : R.T. Det. : UV273nm Sample : 2g/L, ~ 900 μL/inj. (= ~ 1.8mg) Analytical Data : k' 1=2.4, k' 2=5.3, α=2.2	 Flow rate : 12mL/min. Temp : R.T. Det. : UV273nm Sample : 2g/L, ~ 40mL/inj. (= ~ 80mg) Analytical Data : k' 1=2.4, k' 2=5.3, α=2.2
2) 6-Hydroxy-2,5,7,8-tetramethyl chromane-2-carboxylic acid  n-Hexane/Chloroform/AcOH = 40/60/0.1 vol/vol/vol	 Flow rate : 0.28mL/min. Temp : R.T. Det. : UV290nm Sample : 2.5g/L, ~ 400 μL/inj. (= ~ 1.0mg) Analytical Data : k' 1=4.7, k' 2=8.0, α=1.7	 Flow rate : 12mL/min. Temp : R.T. Det. : UV290nm Sample : 2.5g/L, ~ 17mL/inj. (= ~ 43mg) Analytical Data : k' 1=4.7, k' 2=8.0, α=1.7

2L-ChiralTLC®/ CHIRALFLASH® 関連商品

2L-ChiralTLC®

カラム名	サイズ(mm)	枚 数	製品コード	価格(税別)
2L-ChiralTLC® 5 types	200×100	5 枚	55T5A	¥80,000
2L-ChiralTLC® IA	200×100	2 枚	80T2A	¥45,000
2L-ChiralTLC® IC	200×100	2 枚	83T2A	¥45,000
2L-ChiralTLC® ID	200×100	2 枚	84T2A	¥45,000
2L-ChiralTLC® IE	200×100	2 枚	85T2A	¥45,000
2L-ChiralTLC® IF	200×100	2 枚	86T2A	¥45,000

※ 5 types は IA, IC, ID, IE, IF です。



中圧用キラルカラム

カラム名	内径(mm)	長さ(mm)	粒子径(μm)	充填剤量(g)	製品コード	価格(税別)
CHIRALFLASH® IA	30	100	20	40	80M73	¥300,000
CHIRALFLASH® IC	30	100	20	40	83M73	¥300,000
CHIRALFLASH® ID	30	100	20	40	84M73	¥300,000
CHIRALFLASH® IE	30	100	20	40	85M73	¥300,000
CHIRALFLASH® IF	30	100	20	40	86M73	¥300,000



分離検討用 HPLC カラム

品 名	内径(mm)	長さ(mm)	粒子径(μm)	製品コード	価格(税別)
CHIRALPAK® IA (20 μm)	4.6	100	20	80223	¥80,000
CHIRALPAK® IC (20 μm)	4.6	100	20	83223	¥80,000
CHIRALPAK® ID (20 μm)	4.6	100	20	84223	¥80,000
CHIRALPAK® IE (20 μm)	4.6	100	20	85223	¥80,000
CHIRALPAK® IF (20 μm)	4.6	100	20	86223	¥80,000



インジェクションカラム

品 名	内径(mm)	長さ(mm)	本数	製品コード	価格(税別)
インジェクションカラム S	15	44	10	00M01	¥10,000
インジェクションカラム M	20	75	10	00M02	¥20,000
インジェクションカラム L	26	80	10	00M03	¥30,000

カラム栓 インジェクションカラム用

品 名	製品コード	価格(税別)
カラム栓 S	00M10	¥13,000
カラム栓 M	00M11	¥18,000
カラム栓 L	00M12	¥40,000

CHIRALFLASH® カラム用ジョイント

品 名	仕 様	製品コード	価格(税別)
カラム架台用ジョイント	1/4-28UNF	00M04	¥5,200
インジェクションジョイント	1/4-28UNF	00M05	¥4,500
ルアーロック用ジョイント (オス)	1/4-28UNF	00M06	¥4,800
シリンジョイント	1/4-28UNF	00M07	¥3,800
ルアーロック用ジョイント [ルアーロック用中間コネクター (メス)]	1/4-28UNF	00M08	¥4,200
ルアーロック用ジョイント [ルアーロック用中間コネクター (オス)]	1/4-28UNF	00M09	¥5,200

カラムホルダー インジェクションカラム用

品 名	製品コード	価格(税別)
カラムホルダー S	00M13	¥2,000
カラムホルダー M	00M14	¥2,200
カラムホルダー L	00M15	¥2,500



※2L-ChiralTLC、CHIRALFLASH 及び CHIRALPAK は、日本、米国、欧州、中国、インド等における (株) ダイセルの商標または登録商標です。

株式会社 **ダイセル** ライフサイエンス製品営業部

■ 東日本：〒108-8230 東京都港区港南2-18-1 JR品川イーストビル14F
TEL: 03-6711-8222 (直) FAX: 03-6711-8228
■ 西日本：〒530-0011 大阪市北区大深町3番1号 グランフロント大阪 (タワーB)
TEL: 06-7639-7221 (直) FAX: 06-7639-7228

■ <http://www.daicelchiral.com/> E-mail: chiral@jp.daicel.com

■ アメリカ 問合わせ先 E-mail: chiral@chiraltech.com

■ ヨーロッパ 問合わせ先 E-mail: cte@chiral.fr

■ ア ジ ア 問合わせ先

(中 国) E-mail: chiral@ctc.daicel.com

(インド) E-mail: chiral@chiral.daicel.com