

CHIRALPAK®



IA / IB / IB N-5 / IC / ID / IE / IF / IG / IH / IJ / IK / IM

〔超臨界流体クロマトグラフィー(SFC)・3cmID 分取用〕 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® IA	CHIRALPAK® IB / IB N-5	CHIRALPAK® IC	CHIRALPAK® ID
不 斉 識 別 剤	Amylose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate) 	Cellulose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate) 	Cellulose tris(3,5-dichlorophenylcarbamate) 	Amylose tris(3-chlorophenylcarbamate)
名 称	CHIRALPAK® IE	CHIRALPAK® IF	CHIRALPAK® IG	CHIRALPAK® IH
不 斉 識 別 剤	Amylose tris(3,5-dichlorophenylcarbamate) 	Amylose tris(3-chloro-4-methylphenylcarbamate) 	Amylose tris(3-chloro-5-methylphenylcarbamate) 	Amylose tris[(S)-α-methylbenzylcarbamate]
名 称	CHIRALPAK® IJ	CHIRALPAK® IK	CHIRALPAK® IM	
不 斉 識 別 剤	Cellulose tris(4-methylbenzoate) 	Cellulose tris(3-chloro-5-methylphenylcarbamate) 	Cellulose tris(3-chloro-4-methylphenylcarbamate) 	
粒 子 径	5μm			
カ ラ ム エ ン ド	ウォーターズタイプ			
出 荷 時 の 封 入 溶 媒	エタノール			

(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。)

注 意:

本カラムは、必ず高圧ガス保安法が適用される SFC 装置でご使用ください。
 本カラムの外筒部分は、設計圧力 29MPa で設計されています(添付の強度計算書等をご参照ください)。
 カラム圧力が 29MPa、温度が 40°C を超える条件では使用しないでください。
 この取扱説明書は、本カラムについてのみ有効です。他のカラムには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頂ければ、本カラムを長期間安定してお使い頂けます。

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、29MPa を超えない圧力でのご使用をお勧めします。
温度範囲	0 ~ 40°C

- ① 圧力とは、カラム自体にかかる圧力の最大値のことです。この圧力は、カラムを SFC 装置に接続し、通液した場合のポンプの吐出圧とほとんど同じです。SFC 背圧弁の設定圧力は 8~20MPa の範囲をお勧めします。設定圧力が低すぎると移動相の均一性が失われベースラインが安定しない場合があります。
- ② 一般的な流量範囲は 40ml/min~120ml/min となります。他サイズカラムからのスケールアップの際は、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

CO ₂ /モディファイア混合系移動相
95/5~70/30

- メタノール、エタノール、2-プロパノール、アセトニトリルをはじめ、一般にシリカゲルベースのクロマトグラフィー用カラムに使用できるものであれば、どのような溶媒でも使用可能です。
- 一般にモディファイア組成比率が高い程、保持時間が短くなります。
- 上記に示した溶媒を複数混合したモディファイアの使用も可能です。アセトニトリル等を用いた際に得られるピークがブロードな場合、アルコールを少量添加するとピーク形状がシャープになることがあります。
- 上記のモディファイア添加比率は目安です。モディファイア比率が高いとカラム圧が非常に大きくなりますのでご注意ください。

B 添加剤

- 塩基性または酸性の試料を分析する場合は、右表を参考にしてモディファイアに適切な添加剤を加えて下さい。
- 通常は、溶離液全体の 0.1vol%程度となるよう添加してください (CO₂/モディファイア=80/20 の場合は、モディファイアに 0.5%濃度となるよう添加します)。
- 塩基性試料の分析には第一選択添加剤として、ジエチルアミン(DEA)をお勧めします。コーティング型カラムと異なり、エチレンジアミン(EDA)、モノエタノールアミン(MEA)の使用が DEA よりも高い効果を得ることがあります。
- 酸性試料の分析にはまずは添加なしでの条件をお試しください。ピークがテーリングしている場合には酢酸、もしくはトリフルオロ酢酸(TFA)を添加してください。

塩基性試料	酸性試料
ジエチルアミン (DEA) エチレンジアミン(EDA) モノエタノールアミン(MEA) n-ブチルアミン(BA)	トリフルオロ酢酸 (TFA) 酢酸
通常 0.1% (最大 0.5%)	通常 0.1% (最大 0.5%)

カラム洗浄及びカラムリセット条件

多糖誘導体キラル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"(出荷時の状態に戻す)を行って下さい。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試料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)。

- ⇒ **塩基性が非常に強い試料、移動相、又は添加剤は、担体であるシリカゲルにダメージを与える可能性が高いので、ご使用をお控え下さい。**
- CHIRALPAK® IA / ID / IE / IF / IH の場合
 - エタノールを 20 ml/min. で 30 分通液した後、N,N-ジメチルホルムアミド(DMF)を 12 ml/min. で 180 分通液して下さい。
 - エタノールを 12 ml/min. で 50 分通液した後、メタノールを 20 ml/min. で 60 分以上通液して十分平衡化した後、別紙の品質検査レポートと同じ分析条件にてカラムの分離性能をチェックし、出荷時と同等のクロマトグラムが得られるかどうか確認して下さい。
- CHIRALPAK® IB / IB N-5 / IC の場合
 - 酢酸エチルを 40 ml/min で 30 分通液して下さい(添加剤を含む移動相をご使用になっていた場合は、2 時間以上通液して下さい)。
 - カラムを装置から取り外し、両端にキャップをして 48 時間以上放置して下さい。
 - メタノールを 20 ml/min で 60 分以上通液して十分平衡化した後、別紙の品質検査レポートと同じ分析条件にてカラムの分離性能をチェックし、出荷時と同等のクロマトグラムが得られるかどうか確認して下さい。
- CHIRALPAK® IG / IK の場合
 - 酢酸エチルを 40 ml/min で 60 分通液して下さい(添加剤を含む移動相をご使用になっていた場合は、2 時間以上通液して下さい)。
 - メタノールを 20 ml/min. で 60 分以上通液して十分平衡化した後、別紙の品質検査レポートと同じ分析条件にてカラムの分離性能をチェックし、出荷時と同等のクロマトグラムが得られるかどうか確認して下さい。

- CHIRALPAK® IJ の場合
 - エタノールを 20 ml/min. で 30 分通液した後、ジクロロメタンを 12 ml/min. で 180 分通液して下さい。
 - エタノールを 12 ml/min. で 50 分通液した後、メタノールを 20 ml/min. で 60 分以上通液して十分平衡化した後、別紙の品質検査レポートと同じ分析条件にてカラムの分離性能をチェックし、出荷時と同等のクロマトグラムが得られるかどうか確認して下さい。
- CHIRALPAK® IM の場合
 - t-ブチルメチルエーテルを 40 ml/min で 60 分通液して下さい(添加剤を含む移動相をご使用になっていた場合は、2 時間以上通液して下さい)。
 - エタノールを 20 ml/min で 50 分通液した後、出荷時の封止溶媒 (P.1 のカラム詳細をご参照ください) を 20 ml/min で 60 分以上通液して十分平衡化した後、別紙の品質検査レポートと同じ分析条件にてカラムの分離性能をチェックし、出荷時と同等のクロマトグラムが得られるかどうか確認して下さい。

上記の手順でカラムが十分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。

カラム保存条件

- 塩基性、酸性の添加剤を加えた移動相を使用した場合は、使用后速やかに添加剤を含まない移動相に置換して下さい。
- SFC 装置からのカラム取り外しは、必ず装置内圧力を常圧(0MPa)にして行ってください。圧力の掛かったままで接続部分を緩めると、装置内の炭酸ガスや溶媒が噴出し大変危険です。また、装置内圧力を解放する際は、カラム表面が結露しない程度に圧力を徐々に下げてください。急速に圧力を解放した場合、炭酸ガスの気化膨張に伴いカラムが急冷され、カラム内のシール材が変形して充填剤の漏れを引き起こすおそれがあります。
- 残ガスがカラムから出ることがありますので、取り外しの際は換気を十分に行い、カラムと装置との接続ねじをゆっくりと緩めるようにしてください。
- カラムを SFC 装置から取り外した後は、カラム内をエタノールに置換し、封止栓をした後、室温下で保存して下さい。

(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 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

ダイセルの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