

## 高速液体クロマトグラフィー(HPLC)用 コスモシール® CHiRAL パックドカラム

### 1. はじめに

このたびはコスモシール CHiRAL パックドカラムをお買い上げ頂きましてありがとうございます。このカラムの優れた性能を十分発揮させ、長期間ご使用して頂くために、下記の注意事項を熟読の上ご使用ください。

### 2. コスモシール CHiRAL パックドカラムについて

本品は、高速液体クロマトグラフィー用カラムです。全多孔性球状シリカゲルにキラルセクターを化学結合した充填剤を、ステンレススチールカラムに高度な充填技術を用いて充填しています。

### 3. ご使用前に

- (1) 包装状態、カラムの外観に異常がないか確かめてください。
- (2) 充填剤、カラムサイズ、接続タイプ等に誤りはないか確かめてください。

### 4. 使用上の注意事項

- (1) カラムに大きな衝撃を与えないでください。
- (2) カラムへの送液方向はカラムラベルの指示に従ってください。
- (3) 最大耐圧は30MPaですが、25MPa以下でのご使用を推奨します。
- (4) カラム内径が4.6mmの場合、流速は 1.0ml/min以下でのご使用されることをおすすめします。
- (5) 分析温度は0～40℃の範囲でお使いください。pH7以上の移動相を使用される時は、25℃以下でお使いください。
- (6) カラムの出口を検出器に接続する前に、予め20～30mlの移動相を送液してください。
- (7) 本品は順相モードでも逆相モードでも使用できます。下表の範囲内の移動相でお使いください。逆相モードで使用される場合は、出荷溶媒を相溶性のあるエタノールか2-プロパノールで置換してから、逆相モードの移動相に置換してください。

| 項目                 | 順相モード                                                                                           | 逆相モード                                                               |
|--------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|
| 有機溶媒               | アルカン( <i>n</i> -ヘキサン等)、アルコール(2-プロパノール、エタノール等)、テトラヒドロフラン、 <i>tert</i> -ブチルメチルエーテル、クロロホルム、酢酸エチル、等 | メタノール、アセトニトリル、エタノール、2-プロパノール、テトラヒドロフラン、等                            |
| 添加剤<br>(酸性化合物の分析)  | トリフルオロ酢酸、ギ酸、酢酸、等<br>通常濃度:0.1%、上限濃度:0.5%                                                         | 0.1%りん酸、0.1%ギ酸、20mmol/L りん酸緩衝液(pH2.5)、等                             |
| 添加剤<br>(塩基性化合物の分析) | ジエチルアミン、トリエチルアミン、エチレンジアミン、2-アミノエタノール、等<br>通常濃度:0.1%、上限濃度:0.5%                                   | 20mmol/L りん酸緩衝液(pH7.0)、20mmol/L 炭酸水素アンモニウム緩衝液(pH9.0 with ジエチルアミン)、等 |
| 移動相のpH             | 2.0～9.0                                                                                         | 2.0～9.0                                                             |
| 組成比                | 有機溶媒 / 有機溶媒 = 任意比率で使用可能                                                                         | 有機溶媒 / 水溶液 = 10 / 90 ～ 100 / 0                                      |

- (8) 逆相モードで水溶性有機溶媒を使用する場合は、塩が析出しないように注意してください。また、必ず高速液体クロマトグラフィー用のものをご使用ください。
- (9) 分離モードの頻繁な切り替えは、カラムを痛める原因になります。どちらかのモードに固定して使用されることをおすすめします。また、頻繁な移動相交換はカラム性能を早く低下させます。用途を限定してできるだけ同一移動相を使用して頂くとカラム寿命を延ばすことができます。
- (10) 移動相は使用前に必ず孔径0.45  $\mu$ m以下のフィルターでろ過してください。
- (11) 試料は必ずろ過してから注入してください。また、注入した時に結晶が析出しないようにご注意ください。また、移動相と大きく異なる溶媒で試料を溶解した場合、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。
- (12) 送液装置、移動相、あるいは試料からの不溶性物質の流入はカラムの圧力上昇を引き起こし、カラム劣化の大きな原因となりますのでご注意ください。
- (13) 大量の空気の注入、急激な流速の変化、高流速での移動相の交換等による急激な圧力変化は避けてください。
- (14) カラム性能を最大限に発揮させるために装置の流路体積は最小にしてください。例えば、接続チューブの長さを短くし、内径を細くしてください。
- (15) カラムの温度コントロールをする時は、カラムだけでなく接続チューブも同じ温度を保つようにしてください。不完全な温度コントロールはデータの再現性を悪くします。

(16) 分析終了後、順相モードの場合はカラムを出荷溶媒( $n$ -ヘキサン / 2-プロパノール = 90 / 10)で置換して保管してください。逆相モードの場合はカラムから塩を抜いた後エタノールで置換して保管してください。いずれも密栓して、振動のない場所で保管してください。

(17) 接続チューブ、密栓は必要以上に強く締めつけないでください。

## 5. トラブル対策

| トラブル内容    | 原因                                          | 処置                      |
|-----------|---------------------------------------------|-------------------------|
| 圧力上昇      | カラムエンドフィルターの目詰まり<br>充填剤の目詰まり<br>カラム内での沈殿の発生 | (1)(2)<br>(1)<br>(3)(4) |
| 分離能の低下    | 充填剤の汚染<br>充填状態の乱れ<br>キラルセクターの高次構造の変化        | (3)(4)<br>再生不可<br>(5)   |
| ピークの分裂    | カラム内での隙間の発生                                 | 再生不可                    |
| ベースラインの乱れ | 充填剤の汚染<br>移動相の汚染                            | (3)(4)<br>(6)           |

### (処置方法)

- 移動相をカラムラベルの指示方向の逆から30分間、通常の半分の流速で送液してください。このときカラムは検出器に接続しないで行ってください。
- カラムエンドフィルターを洗浄または新しいものと交換してください。ただし洗浄、交換のためにエンドフィッティングを取り外した場合、カラム性能が低下することがありますのでご注意ください。
- カラムに残存している保持の大きな化合物を溶出させるため、溶出力の強い移動相(エタノール等)で洗浄してください。
- 逆相モードでの使用で移動相中の塩が析出したと考えられる場合、エタノール / 蒸留水 = 10 / 90で洗浄してください。
- (i) CHiRAL Aカラムでは、エタノールを通常の1/2の流速で30分程度通液した後、 $N,N$ -ジメチルホルムアミドを通常の1/3の流速で3時間通液してください。その後、同じ流速でエタノールを1時間通液し、出荷溶媒( $n$ -ヘキサン / 2-プロパノール = 90 / 10)を通常の1/2の流速で1時間通液し、カラムを充分平衡化します。出荷検査を行い、検査成績書と同様のクロマトグラムが得られるか確認してください。  
(ii) CHiRAL BカラムおよびCカラムでは、エタノールを通常の流速で30分程度通液した後、酢酸エチルを通常の流速で30分程度通液し、そのまま密栓して2日間保管してください。その後、出荷溶媒( $n$ -ヘキサン / 2-プロパノール = 90 / 10)を通常の流速で1時間通液し、カラムを充分平衡化します。出荷検査を行い、検査成績書と同様のクロマトグラムが得られるか確認してください。
- 新しい蒸留水や液体クロマトグラフィー用の溶媒を使用してください。

## 6. 品質保証について

本品は、理論段数、ピーク非対称性、溶出時間など多くの項目について厳しく管理されています。カラム毎に規定に従った検査条件と検査結果を示した検査成績書が添付されています。

### (クレームについて)

- 現品到着時、輸送中の事故等でカラムに異常があった場合。
- 現品到着時、規定の検査条件(検査成績書に記載)で測定したカラムの理論段数が、極端に低い場合(デッドボリュームの大きな装置を使用したとき、あるいは注入量が多い時は低い理論段数を示す場合がありますのでご注意ください)。
- 上記の場合、現品到着後、2週間以内にご連絡くだされば、新しいカラムと交換させていただきます。2週間を過ぎたものについては良品とみなさせていただきますので、ご了承願います。
- カラムの寿命に関する問題はクレームの対象とは致しません。また、カラムエンドフィッティングを取り外して修理、補修された後にカラム性能が大きく低下した場合もクレーム対象と致しません。
- いかなる場合も、事前のご連絡なしにカラムを返品されることはお断り致します。