

# 逆相ポリマークロマトグラフィー充填材

## 製品紹介

世界をリードする特許技術を活用し、特に有機化合物、天然物、タンパク質、ペプチド、核酸などの分析および工業的分離のために設計されたポリマー逆相充填材を提供しています。これらの充填材は、均一な単分散粒径を持つため、耐アルカリ性、長寿命、およびアルカリ性化合物によるテーリングの防止において顕著な優位性を持っています。このため、弊社の逆相シリカゲルクロマトグラフィー充填材と分離性能および溶剤互換性において補完的な役割を果たし、世界で最も多くの種類と規格の単分散ポリマー充填材製品を提供しており、サブミクロンUPLC充填材、HPLC充填材、中低圧FPLC充填材などが含まれ、実験室分析、バイオ医薬品、漢方薬、化学薬品、食品・飲料などの分野で広く応用されています。基材と特性により、UniPS®、Uni®PMM、Uni®PSN、Uni®PSA、NMの5種類のポリマー逆相充填材を提供しています。このうち、最初の4種類は単分散均一粒径充填材であり、最後の1種類は非単分散粒径充填材です。これらの逆相ポリマー充填材は、優れた品質のUni®単分散均一充填材を使用しており、半製備および製備規模において良好な再現性を確保し、スケールアップがより容易で柔軟です。高度なカラム充填技術と高品質な充填材の完璧な組み合わせにより、カラムベッドの安定性が十分に確保されています。全範囲で耐アルカリ性（pH 1-14）を持ち、表面疎水フェニルを備え、耐圧性がさらに向上し、より高い流速を許容し、より高い動的結合容量を持っています。さらに、単分散充填材は、洗脱の集中化と洗脱溶媒の節約という利点もあります。

## 精製操作手順

### クロマトグラフィーカラムの充填（推奨：動的軸方向圧縮法でのカラム充填）

スラリーの濃度とは、クロマトグラフィー媒体が沈殿し安定した体積になった際の体積と、スラリーの総体積の比率を指します。最適なカラム充填効果を得るために、20%エタノールをスラリーの溶媒とし、スラリーの濃度を50~60%にすることを推奨します。具体的な充填方法は以下の通りです。

1) まず、充填するカラムのカラム体積を計算します。

$$V_c = h \times \pi r^2$$

$V_c$ : カラム体積、 $h$ : カラムの高さ、 $r$ : カラムの半径

緻密なカラムベッドを得るために、必要な充填材の量に対して1.05~1.10倍の量を多めに用意することを推奨します。

2) クロマトグラフィーカラムを準備し、スラリーを一度に注入できるように十分なカラム体積を確保します。

3) 洗瓶や逆流法を使用して、カラムの底部のフィルタープレートのスラリーの溶媒で湿らせます。カラム出口バルブを閉じ、カラムの底部に1~2cmの高さの液体を保持します。

4) スラリーを再度攪拌し、均一に分散されていることを確認します。

5) スラリーを完全にカラムに移し、スラリーの溶媒を用いて洗瓶でカラムの内壁を洗い流します。

6) 粒径が10~20  $\mu\text{m}$ の充填材には20~40バールの圧力、20~40  $\mu\text{m}$ の充填材には5~20バールの圧力を設定し、動的軸方向圧縮法でカラムを充填します。この手順に従うことで、カラム充填が最適化され、精製工程が効果的に行われます。

## カラム効率評価

通常、クロマトグラフィー充填材を使用する前に、カラム性能テストを実施し、テスト結果を保存します。これは、今後のクロマトグラフィー性能の変化を評価するための重要な参考資料となります。逆相ポリマー充填材に対しては、アセトニトリルを使用し、150cm/hの線形流速で3カラム体積以上を平衡させた後にカラム効率のテストを行うことを推奨します。具体的なテストデータは表3に記載されています。

表1. 逆相ポリマー充填カラムのカラム効率テスト

内容	テストデータ
サンプル	10% (v/v) アセトニトリルのエタノール溶液
サンプル量	0.1% カラム体積
洗脱溶液	アセトニトリル
線形流速	150 cm/h
測定	UV @ 254 nm

## 流動相の選択について

逆相ポリマー充填材は、等組成または勾配洗脱の両方に対応しています。通常、水を基礎溶媒として使用し、メタノール、アセトニトリル、テトラヒドロフランなどの水と互溶性のある極性調整剤を一定量加えます。一般的に、メタノール/水系はほとんどのサンプルの分離ニーズを満たすことができ、流動相の粘度が低く、価格も手頃です。また、初期実験にはアセトニトリル/水系を使用することも推奨されます。これは、メタノールに比べてアセトニトリルの溶媒強度が高く、粘度が低いため、185~205nmの紫外線検出にも適しているからです。さらに、同じ時間内で同じサンプル群を分離する場合、異なる流動相の洗脱強度には以下の関係があります。100%メタノールの洗脱強度は、89%のアセトニトリル/水または66%のテトラヒドロフラン/水の洗脱強度に相当します。

## 洗浄

ポリマー逆相クロマトグラフィー充填材は、オンラインでの洗浄再生や、容器に移しての再生が可能です。汚染がひどい場合は、開放式容器での再生処理を推奨します。ポリマー逆相クロマトグラフィー充填材は、一連の非極性の溶媒で徐々に強化される洗浄が可能です。タンパク質や色素などの汚染物質には、エタノール/メタノール/アセトニトリル-水溶液を徐々に増量して洗浄し、その後純粋なエタノール/メタノール/アセトニトリルを使用します。その後、逆の順序で元の流動相に戻します。必要に応じてアルカリ洗浄を行うことが推奨され、60%のメタノール/0.1-0.5 M NaOH溶液で3-5 BV（カラム体積分）を洗浄した後、60%のメタノール/0.1-0.5 M HClまたは60%のメタノール/酢酸溶液で3-5 BVを洗浄し、その後流動相で平衡を取ります。タンパク質凝集物やその他の汚染物質は、酸またはアルカリ溶液中で容易に分解されて洗浄されます。注意: カラム内に導入するすべての溶液は、0.45 μmのフィルターで濾過する必要があります。いかなる状況でも、硝酸で当製品を洗浄しないでください。使用中に必要なに応じて、他の洗浄方法を適用して調整することができます。再生時には、可能な限り逆流再生を選択することで、再生に必要な流動相の量を節約できます。保存未使用の充填材は、涼しく乾燥した場所に密封して保管することを推奨します。カラムの

## 保存

洗浄または再生後、カラム体積の少なくとも10倍の20%エタノールまたは70%アセトニトリルでカラムを平衡させます。生物処理用途に使用するカラムは、20%エタノール中でのみ保管する必要があります。

## 充填材の保存

4~25℃の範囲で保存し、保存溶液が十分であることを定期的を確認し、カラムの密封が良好であることを確認して乾燥を防ぎます。定期的な新鮮な保存液を交換し、充填材がカビるのを防ぐことを推奨します。

表2. ポリマー逆相クロマトグラフィー充填材の基本特性一覧表

名称	UniPS®シリーズ	Uni®PMMシリーズ	Uni®PSNシリーズ	Uni®PSAシリーズ	NMシリーズ
主な特徴	強度が高く、耐高圧、高い結合容量	親水性が良く、中低圧用途向け、高い結合容量	親水性が良く、中低圧用途向け、高い結合容量	機械強度が高く、高い結合容量、高効率	低圧液相向け、粗ろ過、中高結合容量
基質	ポリスチレン/ジビニルベンゼン (PS/DVB)	ポリメタクリル酸メチル (PMMA)	ポリスチレン/ポリメタクリル酸メチル (PS/PMMA)	ポリスチレン/ジビニルベンゼン (PS/DVB)	ポリスチレン/ジビニルベンゼン (PS/DVB)
表面基団	ベンゼン基	アミノ基	ベンゼン基/カルボン酸基	ベンゼン基	ベンゼン基
粒径 (μm)	3/5/10/15/20/ 30/40/50	20/40/50	30/40/60	10/15/30/40/ 50/60	50-150/100- 300/200-500/300- 800
孔径 (Å)	100/300/500/750/800/ 1000	500/1000	300	300/1000/500/ 1000	300
pH安定性	1~14	2~12	2~13	1~14	1~14
操作温度	4~40℃	4~40℃	4~40℃	4~40℃	4~40℃
動的結合容量*	18~26 mg (VA)	~6 mg (VA)	20~21 mg (VA)	~22 mg (VA)	17 mg (VA)
	26~53 mg (IN)	~38 mg (IN)	27~82 mg (IN)	~45 mg (IN)	9 mg (IN)
膨潤係数	≦3% (10 μm) イソプロパノール	≦15% (40 μm) 水	≦15% (30 μm) メタノール	≦15% (30 μm) メタノール	≦40% (100 μm) メタノール
	≦5% (15 μm) イソプロパノール	≦20% (50 μm) イソプロパノール	≦5% (40 μm) メタノール	≦25% (60 μm) メタノール	
	≦15% (30 μm) イソプロパノール				
典型応用	UPLCからHPLC、中低圧分析および製造に適用。たとえば、ペニシリン、エリスロマイシン、グリセリン、糖脂質化合物、肺表面活性物質B0、多糖類、ビタミンB1、葉酸B、デキストラン、アミノ酸A、非ステロイド抗炎症薬、クルクミン、非オピオイド鎮痛薬、その他の薬物などに適用。	ペニシリン、クルクミン、グリセリン、エリスロマイシン、糖脂質化合物、肺表面活性物質B0、多糖類、ビタミンB1、葉酸B、アミノ酸Aなどに適用。	グリセリン、エリスロマイシン、糖脂質化合物、ビタミンA、葉酸B、非ステロイド抗炎症薬、クルクミン、アミノ酸Aなどに適用。	エリスロマイシン、グリセリン、糖脂質化合物、ビタミンE、エリスロマイシンE1、ビタミンA、葉酸Bなどに適用。	ピログルタミン酸、グリセリン、エリスロマイシン、ペニシリン、ビタミンC、ビタミンB、葉酸Bなどに適用。

\*動的結合容量: VAはバンコマイシンを、INはインスリンを表しています。特別な仕様のご要望に対しては、カスタマイズサービスを提供いたします。

表3. ポリマー逆相クロマトグラフィー用  
プレパラティブカラムおよびプリバックカラムの仕様書

カラム名称	カラム規格 (mm×mm)	粒径 (μm)	孔径 (Å)	基質
UniPS® プレパラティブ カラム	10×150	5 10	300 500 1000	PS/DVB
	10×250			
	21.2×150			
	21.2×250			
	30×150			
	30×250			
	50×150			
	50×250			
HPLCの中高圧および中低圧プレパラティブ分離に適用されます。例えばバンコマイシン、ナスタチン、ゲルダマイシン、グリコペプチド類化合物、バラクトンB0、ポリミキシンB1、ボーベリア菌素、サルビア酸B、ダプトマイシン、アニフンジン、テイコプラニン、フィダキソマイシン、レモナジン単一成分、フィダキソマイシン、タクロリムス、リグニン類化合物など。				
Uni®PSN プレパラティブ カラム	26×310	30	300 500 1000	PS/PMMA
	親水性が高く、分析対象に適したカラムです。バラクトンB0や、ストレプトグラミン類化合物などの抗生物質の分析に使用されます。			
Uni®PMM プレパラティブ カラム	26×310	30	300	PS/PMMA
	高強度で、高圧に耐え、大容量のサンプルに適しています。様々な抗生物質の分離・精製に使用可能です。例として、バンコマイシン、ナスタチン、ゲルダマイシン、グリコペプチド類化合物、バラクトンB0、ポリミキシンB1、ボーベリシン、サルビア酸B、ダプトマイシン、アニフンジン、テイコプラニン、フィダキソマイシン、レモナジン単一成分、フィダキソマイシン、タクロリムス、リグニン類化合物などがあります。			

特殊な仕様については、顧客の要望に応じたカスタマイズが可能です。

### トラブルシューティング

ポリマークロマトグラフィー充填材は、複数回のカラム充填や卸しに耐えることができます。卸しの際は、十分な大きさの容器をカラムの底部に置き、カラムの底栓を開けてスラリーを排出し、容器でスラリーを収集します。または、カラムの上部にある液体ディスペンサーを取り外し、クロマトグラフィーカラムに十分な量の流動相を加え、軽く攪拌してカラム内の充填材をスラリー状にします。懸濁したスラリーは、サイフォン管を使用して適切な容器に移します。以下の2点にも注意が必要です。クロマトグラフィーカラムに入るすべての溶液は、0.45 μmのフィルターでろ過する必要があります。また、いかなる場合も硝酸でこのクロマトグラフィー充填材製品を洗浄しないでください。

トラブル内容	原因分析	推奨対策
カラム圧力の上昇	流速が高すぎる	流速を下げる
	ポンプと収集器間のバルブが開いていない	出口を開く
	装置のインラインフィルターが詰まっている	不純物を除去して洗浄する、または交換する。使用前にサンプルと緩衝液を0.45 μmまたは0.2 μmで濾過する。
	ラム前の詰まり	20BVの充填液を使用してカラムを逆流洗浄する
	サンプルがカラム上で沈殿した	定置洗浄を行い、サンプル溶液の濃度を調整する
	サンプルが膨張する、または一部の物質が強く吸着して充填材に残留している	定置洗浄を実施する（再生条件を参照）
	カラムベッドが圧縮された	カラムを再充填する
	カラムの使用時間が長い	カラムまたはカラム充填材を交換する
サンプルの吸着が不十分	サンプル溶液中のイオン強度が高すぎる	サンプル溶液中のイオン強度を低下させる（希釈や脱塩などの手段を使用）
	サンプルのpHが不適切	pHを調整し、結合強度を増加させる
サンプルが洗脱過程で洗脱されない	洗脱液のイオン強度が低すぎる	洗脱液の濃度を増加させる
	洗脱液の洗浄能力が低すぎる	洗浄能力の高い洗脱液に交換する
	洗脱液のpHが不適切	洗脱液のpHを調整する
	カラムに疎水性が強い残留不純物がある場合	定置洗浄を実施する（再生条件を参照）
分離率の低下	洗脱条件が不適切（例：勾配度が急すぎる、流速が高すぎる）	洗脱条件を変更し、より緩やかな勾配洗脱や等度洗脱を採用し、流速を下げる
	カラムが正しく充填されていない	カラムを再充填する
	カラムの上端や下端に大きな混合空間がある	充填材の上表面を増やすか、カラム後部の体積を減らす
	カラムの過負荷	カラムを洗浄し、再び平衡を取り、上サンプル量を減らす
	粒径が大きい	同じタイプでより小さい粒径の充填材に交換する
	選択性の差がある	他のタイプの充填材に交換する
サンプルのロード回数が増えるとサンプルの吸着能力が低下する	サンプル中の不純物が充填材に結合し、正常な結合を妨げている	定置洗浄操作を実行する  （再生条件を参照）
使用中にカラムベッドに割れ目が発生する	溶液が十分に脱気されていない	0.5MNaClで均一に混合し、充填を平衡させる
	溶液中に気泡がある	圧力を下げて気泡を除去する
	外部空気がシステムに入り込んでいる	より多くの緩衝液を追加し、システム内の気体を完全に除去する
ベースラインの漂移	カラムが十分に平衡されていない	平衡時間を増加させる
	洗脱液A、Bが同一紫外波長で吸収係数が異なる	異なる波長を使用するか、空白基準を設定する
	洗脱液が不純物である	高純度のクロマトグラフィーグレード試薬を使用する
不明なノイズピークが現れる	前のサンプルが完全に洗脱されていない	カラムを再生する
	洗脱液が不純物である	高純度のクロマトグラフィーグレード試薬を使用する
	微量の疎水性不純物がカラムに結合し、平衡やサンプルの適用過程で濃縮され、洗脱時にピークとして現れる	カラムを洗浄する

ポリマー逆相クロマトグラフィー充填材の仕様書

品名	包装	品番	品名	包装	品番
UniPS® 3-300	30 mL	02000-003030-2030	UniPS® 10-1000	30 mL	02000-010100-2030
	100 mL	02000-003030-2100		100 mL	02000-010100-2100
	1 L	02000-003030-1001		1 L	02000-010100-1001
	10 L	02000-003030-1010		10 L	02000-010100-1010
	100 L	02000-003030-1100		100 L	02000-010100-1100
UniPS® 5-100	30 mL	02000-005010-2030	UniPS® 15-300	30 mL	02000-015030-2030
	100 mL	02000-005010-2100		100 mL	02000-015030-2100
	1 L	02000-005010-1001		1 L	02000-015030-1001
	10 L	02000-005010-1010		10 L	02000-015030-1010
	100 L	02000-005010-1100		100 L	02000-015030-1100
UniPS® 5-300	30 mL	02000-005030-2030	UniPS® 15-750	30 mL	02000-015075-2030
	100 mL	02000-005030-2100		100 mL	02000-015075-2100
	1 L	02000-005030-1001		1 L	02000-015075-1001
	10 L	02000-005030-1010		10 L	02000-015075-1010
	100 L	02000-005030-1100		100 L	02000-015075-1100
UniPS® 5-500	30 mL	02000-005050-2030	UniPS® 15-100	30 mL	02000-015010-2030
	100 mL	02000-005050-2100		100 mL	02000-015010-2100
	1 L	02000-005050-1001		1 L	02000-015010-1001
	10 L	02000-005050-1010		10 L	02000-015010-1010
	100 L	02000-005050-1100		100 L	02000-015010-1100
UniPS® 5-1000	30 mL	02000-005100-2030	UniPS® 20-100	30 mL	02000-020010-2030
	100 mL	02000-005100-2100		100 mL	02000-020010-2100
	1 L	02000-005100-1001		1 L	02000-020010-1001
	10 L	02000-005100-1010		10 L	02000-020010-1010
	100 L	02000-005100-1100		100 L	02000-020010-1100
UniPS® 10-100	30 mL	02000-010010-2030	UniPS® 20-300	30 mL	02000-020030-2030
	100 mL	02000-010010-2100		100 mL	02000-020030-2100
	1 L	02000-010010-1001		1 L	02000-020030-1001
	10 L	02000-010010-1010		10 L	02000-020030-1010
	100 L	02000-010010-1100		100 L	02000-020030-1100
UniPS® 10-300	30 mL	02000-010030-2030	UniPS® 30-100	30 mL	02000-030010-2030
	100 mL	02000-010030-2100		100 mL	02000-030010-2100
	1 L	02000-010030-1001		1 L	02000-030010-1001
	10 L	02000-010030-1010		10 L	02000-030010-1010
	100 L	02000-010030-1100		100 L	02000-030010-1100
UniPS® 10-500	30 mL	02000-010050-2030	UniPS® 30-300	30 mL	02000-030030-2030
	100 mL	02000-010050-2100		100 mL	02000-030030-2100
	1 L	02000-010050-1001		1 L	02000-030030-1001
	10 L	02000-010050-1010		10 L	02000-030030-1010
	100 L	02000-010050-1100		100 L	02000-030030-1100

ポリマー逆相クロマトグラフィー充填材の仕様書

品名	包装	品番	品名	包装	品番
UniPS® 30-500	30 mL	02000-030050-2030	Uni®PSN 60-300	30 mL	02000-360030-2030
	100 mL	02000-030050-2100		100 mL	02000-360030-2100
	1 L	02000-030050-1001		1 L	02000-360030-1001
	10 L	02000-030050-1010		10 L	02000-360030-1010
	100 L	02000-030050-1100		100 L	02000-360030-1100
UniPS® 30-1000	30 mL	02000-030100-2030	Uni®PMM 40-500	30 mL	02000-440050-2030
	100 mL	02000-030100-2100		100 mL	02000-440050-2100
	1 L	02000-030100-1001		1 L	02000-440050-1001
	10 L	02000-030100-1010		10 L	02000-440050-1010
	100 L	02000-030100-1100		100 L	02000-440050-1100
UniPS® 40-300	30 mL	02000-040030-2030	Uni®PMM 20-500	30 mL	02000-220050-2030
	100 mL	02000-040030-2100		100 mL	02000-220050-2100
	1 L	02000-040030-1001		1 L	02000-220050-1001
	10 L	02000-040030-1010		10 L	02000-220050-1010
	100 L	02000-040030-1100		100 L	02000-220050-1100
UniPS® 40-500	30 mL	02000-040050-2030	NM 100	30 mL	02000-095030-2030
	100 mL	02000-040050-2100		100 mL	02000-095030-2100
	1 L	02000-040050-1001		1 L	02000-095030-1001
	10 L	02000-040050-1010		10 L	02000-095030-1010
	100 L	02000-040050-1100		100 L	02000-095030-1100
UniPS® 40-1000	30 mL	02000-040100-2030	NM 200-100	30 mL	02000-200010-2030
	100 mL	02000-040100-2100		100 mL	02000-200010-2100
	1 L	02000-040100-1001		1 L	02000-200010-1001
	10 L	02000-040100-1010		10 L	02000-200010-1010
	100 L	02000-040100-1100		100 L	02000-200010-1100
UniPS® 50-300	30 mL	02000-050030-2030	NM 200	30 mL	02000-200030-2030
	100 mL	02000-050030-2100		100 mL	02000-200030-2100
	1 L	02000-050030-1001		1 L	02000-200030-1001
	10 L	02000-050030-1010		10 L	02000-200030-1010
	100 L	02000-050030-1100		100 L	02000-200030-1100
Uni®PSN 30-300	30 mL	02000-330030-2030	NM 400	30 mL	02000-400030-2030
	100 mL	02000-330030-2100		100 mL	02000-400030-2100
	1 L	02000-330030-1001		1 L	02000-400030-1001
	10 L	02000-330030-1010		10 L	02000-400030-1010
	100 L	02000-330030-1100		100 L	02000-400030-1100
Uni®PSN 40-300	30 mL	02000-340030-2030	NM 600	30 mL	02000-600030-2030
	100 mL	02000-340030-2100		100 mL	02000-600030-2100
	1 L	02000-340030-1001		1 L	02000-600030-1001
	10 L	02000-340030-1010		10 L	02000-600030-1010
	100 L	02000-340030-1100		100 L	02000-600030-1100

日本販売三島国際貿易株式会社

〒411-0044 静岡県三島市徳倉三丁目18-5

TEL (055) 988-3590 E-mail: jaina@jaina-msm.com